

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 808 216 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:

06.05.1999 Bulletin 1999/18

(21) Numéro de dépôt: **96900694.9**

(22) Date de dépôt: **07.02.1996**

(51) Int. Cl.⁶: **B03C 5/00**, B03C 5/02

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/IB96/00101

(87) Numéro de publication internationale:
WO 96/24438 (15.08.1996 Gazette 1996/37)

(54) PROCEDE ET DISPOSITIF DE PURIFICATION ELECTROSTATIQUE DE LIQUIDES ORGANIQUES

VERFAHREN UND APPARAT ZUR ELEKTROSTATISCHEN REINIGUNG VON ORGANISCHEN
FLÜSSIGKEITEN

METHOD AND DEVICE FOR ELECTROSTATICALLY PURIFYING ORGANIC LIQUIDS

(84) Etats contractants désignés:
BE CH DE ES FR GB LI NL

(30) Priorité: **07.02.1995 CH 335/95**

(43) Date de publication de la demande:
26.11.1997 Bulletin 1997/48

(73) Titulaire: **FREI, Charles**
1213 Onex (CH)

(72) Inventeur: **FREI, Charles**
1213 Onex (CH)

(56) Documents cités:
DE-A- 4 344 828 **FR-A- 2 688 146**
GB-A- 1 050 074

EP 0 808 216 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

[0001] La présente invention concerne un procédé et un dispositif pour purifier électrostatiquement en continu des liquides organiques d'origine végétale, animale ou synthétique, à savoir des solvants industriels, des liquides hydrauliques, des liquides de coupe pour machines-outils, des huiles de graissage et de chauffage, des carburants, des huiles et essences végétales ou animales, comestibles ou non, et similaires. Par purification et clarification, on veut principalement parler de l'élimination d'impuretés particulières en suspension dans le liquide, ou de substances de poids moléculaire relativement élevé à l'état plus ou moins dissous, notamment en solution colloïdales. La nature de ces impuretés peut être quelconque; il peut s'agir de poussières, de particules consécutives à une usure de pièces en mouvement, de particules lubrifiantes, de produits d'extraction, de fibres ou d'autres composants d'origine végétale ou animale, d'impuretés résiduelles, etc.

[0002] Les techniques permettant d'éliminer des impuretés particulières présentes dans certains liquides industriels par voie électrostatique sont bien connues. Ainsi, si on soumet un liquide à purifier à un champ électrique d'intensité appropriée créé par au moins deux électrodes, les impuretés particulières qu'il contient ont tendance à se déposer sur celles-ci.

[0003] On peut, bien entendu, aussi disposer les électrodes sous forme d'organes laminaires mobiles, qui retiendront les impuretés et permettront de les éliminer en continu. Une telle forme d'exécution est décrite dans le brevet FR - 2'688'146.

[0004] En milieu gazeux les phénomènes de la purification électrostatique ont fait l'objet de nombreuses études. Il existe une littérature abondante à ce sujet. La présente invention se rapporte à la purification électrostatique en milieu liquide où les lois d'application diffèrent de celles en milieu gazeux. Néanmoins, on trouve quelques renseignements par rapport aux mécanismes de purification électrostatique des liquides dans les références suivantes : A.D. Moore, éditeur, *Electrostatics and its Applications*, John Wiley & Sons; D.W. Green and J.O. Maloney, éditeurs, *Perry's Chemical Engineers' Handbook*, McGraw Hill Book Co. ; ainsi que dans des brevets antérieurs qui ont trait à certains aspects de cette technique.

[0005] Dans la présente description on parlera plus particulièrement de l'élimination des impuretés des huiles et essences végétales, notamment obtenues par pressage ou extraction à partir de fruits, graines et autres parties des plantes. Les impuretés que contiennent de tels liquides sont généralement constituées par des substances fibreuses, résineuses, polymères, amorphes ou non, des carbohydrates, des lipides complexes, des composés insaponifiables, des polypeptides et autres matières d'origine cytoplasmique. L'élimination de ces impuretés par les voies classiques,

notamment filtrage, décantation et centrifugation est généralement très difficile et onéreuse ou même impossible, le liquide restant opaque malgré tous les efforts déployés. On a donc tâché de résoudre ces problèmes par l'application des techniques connues de purification et clarification électrostatiques.

[0006] Or, il s'est avéré que dans le cas de l'élimination des impuretés susmentionnées, l'application de ces techniques connues de purification électrostatique était partiellement ou totalement inefficace, les impuretés ne se déposant pas sur les électrodes.

[0007] On a proposé dans le US-4,155,924 un procédé pour améliorer la qualité des liquides organiques d'origine animale ou végétale contenant des impuretés selon lequel on soumet ce liquide à une étape de raffinage utilisant une base aqueuse inorganique formant un liquide organique purifié contenant de l'humidité et du savon résiduel formé par la base inorganique aqueuse, on mélange ce liquide organique purifié avec des particules adsorbantes, on déshydrate et dégazéifie ce mélange à température élevée et on le soumet enfin à l'électrofiltration. Un tel procédé comprend un nombre d'étapes important et est par conséquent complexe à mettre en oeuvre.

[0008] On a alors cherché à remédier à cette situation et on a trouvé avec surprise un procédé, beaucoup plus simple, pour purifier et clarifier électrostatiquement les liquides organiques. Ce procédé est défini dans la revendication 1. La présente invention se rapporte également à un dispositif (illustré par le dessin annexé) pour mettre en oeuvre le présent procédé, tel que défini par la revendication 4.

[0009] Le procédé suivant l'invention consiste uniquement à réduire notablement la teneur en eau du liquide à purifier avant de le soumettre au traitement par voie électrostatique. En effet, on a constaté que, pour que la purification électrostatique puisse avoir lieu, il faut et il suffit que la teneur en eau du liquide à purifier ne soit pas supérieure à 0.3 pour-cent. Il est même préférable qu'elle ne dépasse pas 0.1 pour-cent, ou encore dans certain cas 0.03 pour-cent. Plus la teneur en eau est basse, mieux s'effectue la purification électrostatique. On peut donc contrôler le degré d'efficacité de celle-ci suivant les besoins en ajustant la teneur en eau (degré de séchage) du liquide avant l'application du champ électrique.

[0010] On a constaté avec surprise qu'aucune opération de séparation préalable habituelle ni aucun agent adsorbant ne sont plus nécessaires et que le séchage à lui seul suffit, ce qui simplifie à la fois le procédé et l'installation pour sa mise en oeuvre.

[0011] Pour sécher le liquide, on peut utiliser la majorité des techniques connues de déshydratation des liquides. On peut par exemple procéder par pulvérisation en gouttelettes dans l'air sec, par lyophilisation ou par séchage d'un film mince. Cette dernière méthode peut être réalisée à l'aide d'un appareillage de type «Rotavapor» dans lequel le liquide s'étale en couche

mince sur les parois internes d'un récipient en rotation, chauffé ou non, dans lequel on fait un vide plus ou moins poussé, ce qui permet à l'eau contenue dans le liquide de s'évaporer. Une fois le degré de dessiccation atteint, on peut soumettre le liquide à la purification électrostatique suivant les conditions habituelles, l'efficacité de celle-ci devenant alors évidente.

[0012] Les raisons pour lesquelles le séchage préalable du liquide à purifier, permet l'application efficace de la purification électrostatique, ne sont pas encore complètement éclaircies. On peut cependant présumer que s'il y a présence de trace d'eau dans le liquide à purifier l'électrolyse de l'eau dégage sur les électrodes une couche, soit d'hydrogène, soit d'oxygène. Celle-ci empêche l'adhérence des impuretés aux électrodes.

[0013] La figure unique représente, schématiquement et à titre d'exemple, le dispositif de purification de liquides organiques comprenant une installation de séchage.

[0014] L'appareil suivant la présente invention permet de mettre en oeuvre le procédé suivant les revendications.

[0015] Cet appareil comprend un dispositif pour sécher le liquide à purifier disposé en amont du dispositif de purification électrostatique. Tel que représenté schématiquement à la fig. 1, l'appareil suivant la première forme d'exécution comporte les éléments suivants :

[0016] Le dispositif de purification électrostatique proprement dit comporte un bac 1 contenant le liquide à purifier et au moins deux électrodes, respectivement 2 et 3, pour créer le champ électrique nécessaire à l'intérieur du bac 1. Les électrodes sont reliées à une source de haute-tension 4. Dans la présente réalisation les électrodes 2 et 3 sont mobiles et sont extraites du liquide d'une manière continue. A cet effet les électrodes 2 et 3 se composent d'une bande souple, métallisée, sans fin, montée entre deux rouleaux 5 et 6. Le noyau central 7 fixe, disposé dans l'espace séparant les deux branches de la bande souple, soit 2, soit 3, est prévu pour obliger le liquide à purifier d'emprunter le passage au centre où le champ électrique est établi en fonction de la haute-tension appliquée aux électrodes. Alors que les rouleaux 6 tournent librement, les rouleaux 5 sont entraînés par un mécanisme non représenté. Chaque électrode mobile, 2 et 3, est associée à un racloir 8 qui sert à débarrasser la matière d'impuretés qui s'est déposée sur elle sous l'influence du champ électrique. Les racloirs 8 sont connectés à un bac 9 qui reçoit les déchets. Une installation de chauffage 10 permet, si nécessaire, d'effectuer la purification des huiles à une température plus élevée que la température ambiante.

[0017] Le dispositif de séchage 11 qui précède le dispositif de purification proprement dit peut être un appareil contenant un cylindre tournant 12 où le liquide qui est projeté dessus s'étale en formant une couche fine. Présentant ainsi une grande surface le vide créé à l'aide

d'une pompe à vide 13 sèche le liquide très efficacement.

[0018] L'installation est complétée par un bac d'approvisionnement 14, un bac de récupération du liquide propre 15, ainsi que des conduits et pompes nécessaires reliant les divers éléments.

[0019] Les exemples suivants illustrent l'invention en détail de manière qu'on puisse la réaliser sans effort.

[0020] Le premier exemple d'application du procédé se rapporte à la purification d'une huile brute, obtenue par extraction par pression de graines oléagineuses de café. Cette huile de café se présente à l'état brut comme un liquide de teinte foncée et est opaque. La lumière d'un faisceau laser HeNe de 3 mW est dispersée immédiatement à l'endroit où il pénètre dans le liquide et forme une boule lumineuse. La dispersion de la lumière doit être attribuée aux particules colloïdales qui sont les impuretés qu'il s'agit d'éliminer. Après purification, selon la méthode traditionnelle à l'aide de filtres-presses, la distance de pénétration du faisceau laser, déterminée à l'oeil nu, atteint 16 à 20 mm.

[0021] Dans cet exemple nous procédons par séchage d'une quantité suffisante d'huile de café brute ayant à l'origine une teneur en eau de 0.8 % qui est déshydratée à l'aide d'un équipement «Rotavapor». Le récipient ayant une capacité d'un litre permet d'atteindre un taux d'humidité de 0.06 % en 50 min. environ. Le vide appliquée correspond à 15 mbar. Ensuite, l'huile de café déshydratée est introduite dans l'enceinte du dispositif de purification électrostatique. L'aire active des électrodes mesure 360 cm² par unité de purification. L'ensemble comporte deux unités. En ajustant la vitesse d'écoulement en sorte que chaque élément du liquide est exposé pendant 90 min. au champ électrique il résulte un débit d'environ un litre par heure. A raison d'un espacement de 2 cm entre les électrodes et d'une tension de 30 kV le champ électrique moyen s'élève à 15 kV/cm. A la sortie du dispositif l'huile est clarifiée. Les impuretés de l'huile de café ne se déposent que sur l'électrode positive qui est reliée au potentiel de la terre. Ceci facilite considérablement l'élimination des dépôts sur la bande transporteuse faisant office d'électrode. La bande circulant à une vitesse de 12 mm/min. est recouverte d'une couche de résidus d'une épaisseur d'environ 1 mm. Les pertes dont la majeure partie sont des impuretés s'élèvent à 16 % par rapport à la quantité d'huile brute.

[0022] En soumettant les échantillons d'huile purifiée obtenus selon la méthode décrite ci-dessus au test laser on constate que la profondeur de pénétration du faisceau laser est identique à celle dans l'huile purifiée par filtrage. Le nombre de particules résiduelles que l'on détecte à l'aide d'un microscope dans la partie éclairée par le faisceau laser est également pareil. Une analyse de l'huile purifiée par spectrométrie de masse couplée à un chromatographe a permis de vérifier que l'application d'un champ électrique à l'intensité mentionnée dans l'exemple ci-dessus ne modifie pas la composition

et la structure chimique de l'huile. En outre, des tests spécifiques utilisés par l'industrie du café ont révélé que l'huile de café purifiée par voie électrostatique atteint le standard de qualité requis.

[0023] Le deuxième exemple d'application du procédé concerne un liquide organique utilisé dans l'industrie électronique, le γ -butyrolactone. Ce liquide sert de solvant pour dissoudre la résine époxyde non durcie dans la fabrication de circuits imprimés. Le liquide est récupéré après cette opération et il est régénéré en vue d'une réutilisation. La régénération selon la méthode traditionnelle a lieu par distillation, ce qui signifie une dépense énergétique importante.

[0024] La purification du γ -butyrolactone selon le procédé électrostatique, où la consommation en énergie électrique est extrêmement faible, est du point de vue rendement énergétique très avantageux. Outre la résine polymère on note encore la présence de poudre de talc, utilisé en tant que charge dans le polymère, ainsi que certains additifs dont la nature n'est pas divulguée. Ces contaminants à éliminer représentent 1 à 2 % du solvant. A cela s'ajoute des traces d'eau qui s'infiltrant dans le liquide pendant l'opération de fabrication des circuits imprimés et qui atteignent une teneur de l'ordre du pourcent. Afin de mettre en oeuvre la purification du liquide selon le procédé électrostatique, il est indispensable d'éliminer ces traces d'eau. Ceci a été réalisé à l'aide de produits siccatifs, tel que les tamis moléculaire 4 Å, le chlorure de calcium (CaCl_2), le gel de silice, le Sicapent® (marque de Merck). La teneur en eau se trouve diminuée à une valeur inférieure à 300 ppm après que le liquide a été mis en contact avec l'un des produits siccatifs cités ci-dessus pendant une à deux heures. Il est à noter que la régénération des produits siccatifs diminue le rendement énergétique de l'ensemble des opérations, qui reste néanmoins toujours très favorable. Après le séchage, le liquide contaminé est introduit dans le dispositif décrit dans l'exemple précédent où la matière contaminante est déposée sur les électrodes en forme de bande transporteuse sous l'effet du champ électrique. En raison de la plus faible viscosité du γ -butyrolactone le débit atteint 4 à 5 litres par heure. Le degré de clarification est suffisant pour que le liquide puisse être réutilisé comme solvant.

Revendications

1. Procédé de purification électrostatique en continu d'un liquide organique, contaminé par des impuretés minérales ou organiques à l'état de solution ou de dispersion de particules colloïdales ou non, caractérisé en que
 - on soumet tout d'abord ledit liquide à une opération de séchage jusqu'à ce que sa teneur en eau ne soit pas supérieure à 0,3%,
 - on fait ensuite passer ce liquide entre au moins

deux brins parallèles d'au moins deux électrodes en bandes sans fin reliées aux pôles respectifs d'une source de haute tension afin de créer entre ces brins un champ électrique apte à déplacer les impuretés en direction de l'un desdits brins et

- on déplace lesdits brins parallèles desdites bandes sans fin en récupérant à leurs surfaces lesdites impuretés et en remettant simultanément des parties de bandes débarrassées desdites impuretés en contact avec ledit liquide à purifier.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on sèche ledit liquide à purifier jusqu'à ce que sa teneur en eau soit inférieure à 0,1%.
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on sèche ledit liquide à purifier jusqu'à ce que sa teneur en eau soit inférieure à 0,03%.
4. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte
 - des moyens (11,12) pour assécher le liquide à purifier jusqu'à ce que sa teneur en eau ne soit pas supérieure à 0,3%,
 - une enceinte de purification (1) comprenant deux bandes sans fin (2,3) dont la surface est métallique, tendues entre deux rouleaux (5,6) dont l'un est relié à des moyens d'entraînement, ces deux bandes sans fin (2, 3) sont reliées aux pôles respectifs d'une source de haute tension afin de créer entre ces brins un champ électrique apte à déplacer les impuretés en direction de l'un desdits brins,
 - un conduit pour relier les moyens pour assécher le liquide à purifier (11, 12) à l'enceinte de purification (1) et
 - des moyens (8) pour enlever les impuretés collectées à la surface de ladite bande (2,3) au fur et à mesure de son déplacement.

Claims

1. A method for the continuous electrostatic purification of an organic liquid contaminated by mineral or organic impurities in the form of a solution or dispersion of colloidal or non-colloidal particles characterized in that
 - the said liquid is firstly subjected to a drying operation until its water content does not exceed 0.3%
 - the liquid is then caused to pass between at least two parallel strips of at least two endless electrode belts connected to the respective poles of a high voltage source in order,

between these strips, to create an electric field that will attract the impurities towards one of the said strips and

- the said parallel strips of the said endless belts are moved so that the impurities are removed from their surfaces and the parts of the belts thus cleansed of the impurities are again brought into contact with the liquid to be purified.

2. A method according to claim 1 characterized in that the said liquid to be purified has been dried until its water content does not exceed 0.1%.

3. A method according to claim 1 characterized in that the said liquid to be purified has been dried until its water content does not exceed 0.03%.

4. A device for the application of the method according to claim 1 characterized in that it comprises

- means (11, 12) of drying the liquid to be purified until its water content does not exceed 0.3%
- a purification vessel (1) comprising two endless belts with metal surfaces (2, 3) stretched between two rollers (5, 6) one of which is connected to a driving mechanism and these two endless belts (2, 3) being connected to the respective poles of a high voltage source in order to create an electric field between these two strips such as to attract impurities towards one of the said strips,
- a conduit to connect the means of drying the liquid to be purified (11, 12) to the purification vessel (1) and
- means of removing the impurities collected on the surface of the said belt (2, 3) as it moves.

Patentansprüche

1. Verfahren zur kontinuierlichen elektrostatischen Reinigung von organischen Flüssigkeiten, welche mit mineralischen oder organischen Substanzen, die als Lösung oder als Dispersion kolloidaler oder nicht-kolloidaler Teilchen vorliegen, verunreinigt sind, dadurch gekennzeichnet, dass

- man zunächst die besagte Flüssigkeit einem Trocknungsprozess unterwirft, bis der Wassergehalt den Wert von 0.3% nicht mehr überschreitet, und
- man anschliessend diese Flüssigkeit zwischen mindestens zwei parallelen Streifen von mindestens zwei aus Endlosbändern bestehenden Elektroden leitet, wobei die Elektroden mit den entsprechenden Anschlüssen eines Hochspannungsgerätes verbunden sind, so dass

zwischen den Elektrodenstreifen ein elektrisches Feld entsteht, welches die Verunreinigungen auf einem der besagten Elektrodenstreifen ablagert, und

- man die besagten endlosen Elektrodenstreifen so in Bewegung versetzt, dass gleichzeitig die auf der Oberfläche befindlichen Verunreinigungen entsorgt und die von den Verunreinigungen befreiten Elektrodenstreifen wieder in die zu reinigende Flüssigkeit hineingeführt werden.

2. Verfahren gemäss Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die besagte, zu reinigende Flüssigkeit einem Trocknungsprozess unterwirft, bis der Wassergehalt den Wert von 0.1% unterschreitet.

3. Verfahren gemäss Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die besagte, zu reinigende Flüssigkeit einem Trocknungsprozess unterwirft, bis der Wassergehalt den Wert von 0.03% unterschreitet.

4. Vorrichtung zur Verwirklichung des Verfahrens gemäss Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie aus folgenden Teilen besteht

- einem Aggregat (11, 12) zum Trocknen der zu reinigenden Flüssigkeit bis der Wassergehalt den Wert von 0.3% nicht mehr überschreitet,
- einem Aggregat zum Reinigen (1), welches zwei Endlosbänder (2, 3) mit einer metallischen Oberfläche enthält, die von zwei Walzen (5, 6) geführt werden, deren eine an ein Antriebsgerät gekoppelt ist, diese beiden Endlosbänder (2, 3) sind als Elektroden mit den entsprechenden Anschlüssen eines Hochspannungsgerätes verbunden, so dass zwischen den Elektrodenstreifen ein elektrisches Feld entsteht, welches die Verunreinigungen auf einem der besagten Elektrodenstreifen ablagert,
- einem Rohrwerk, welches die Apparatur zum Trocknen der zu reinigenden Flüssigkeit (11, 12) mit dem Reinigungsaggregat (1) verbindet, und
- einem Gerät zum Ablösen der Verunreinigungen, welche auf der Oberfläche des besagten Endlosbandes (2, 3) im Verlauf der Bewegung abgelagert werden.

