



(11) **EP 1 534 414 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention  
de la délivrance du brevet:  
**02.09.2009 Bulletin 2009/36**

(51) Int Cl.:  
**B01F 3/02 (2006.01) B01F 3/06 (2006.01)**

(21) Numéro de dépôt: **03763931.7**

(86) Numéro de dépôt international:  
**PCT/FR2003/002097**

(22) Date de dépôt: **07.07.2003**

(87) Numéro de publication internationale:  
**WO 2004/007061 (22.01.2004 Gazette 2004/04)**

(54) **PROCEDE ET DISPOSITIF D'INJECTION DE CO2 DIPHASIQUE DANS UN MILIEU GAZEUX EN TRANSFERT**

VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM EINSPRITZEN VON CO2 IN EINEM GASFÖRMIGEN TRANSFERMEDIUM

METHOD AND DEVICE FOR INJECTING TWO-PHASE CO2 IN A TRANSFER GASEOUS MEDIUM

(84) Etats contractants désignés:  
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR  
HU IE IT LI LU MC NL PT RO SE SI SK TR**

• **BUIL, José**  
**F-94260 Fresnes (FR)**

(30) Priorité: **11.07.2002 FR 0208734**

(74) Mandataire: **Conan, Philippe Claude**  
**L'Air Liquide**  
**D.S.P.I.**  
**75, quai d'Orsay**  
**75321 Paris Cedex 07 (FR)**

(43) Date de publication de la demande:  
**01.06.2005 Bulletin 2005/22**

(73) Titulaire: **L'AIR LIQUIDE, Société Anonyme pour  
l'Etude  
et l'Exploitation des Procédés Georges Claude**  
**75007 Paris (FR)**

(56) Documents cités:  
**EP-A- 0 631 846 WO-A-02/24316**  
**FR-A- 2 198 778 US-A- 4 389 820**  
**US-A- 4 747 421**

(72) Inventeurs:  
• **BRAS, Dominique**  
**F-93290 Tremblay en France (FR)**

**EP 1 534 414 B1**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

## Description

**[0001]** L'invention concerne un procédé et un dispositif d'injection de CO<sub>2</sub> diphasique, « gaz+solide » dans un milieu gazeux en transfert.

**[0002]** Le CO<sub>2</sub> est utilisé dans de nombreuses applications industrielles ; la carbonatation, la régulation de pH, la neutralisation d'agents basques en sont des exemples parmi d'autres. Le dioxyde de carbone peut être injecté dans un milieu liquide ou un milieu gazeux.

**[0003]** Dans un milieu liquide, le CO<sub>2</sub> est injecté sous forme gazeuse, ou liquide suivant les cas.

**[0004]** Lorsqu'il s'agit d'injecter du dioxyde de carbone dans un milieu gazeux, la solution habituelle consiste à l'injecter sous forme monophasique gazeuse. Le plus souvent livré sous forme liquéfiée et stocké sous cette forme dans un réservoir, à une pression de l'ordre de 14 à 20 bars et à une température de l'ordre de -35 à -20 °C, il est donc nécessaire de le vaporiser. Cette vaporisation nécessite la présence sur site d'un vaporisateur ; ce qui implique un coût important, à la fois de fonctionnement, mais aussi d'investissement, que l'énergie soit d'origine électrique ou fournie par de la vapeur disponible sur le site. Par ailleurs, la ligne d'alimentation en dioxyde de carbone gazeux, ainsi que les accessoires associés (vannes, soupapes, etc...) sont volumineux et coûteux. Ainsi, les dispositifs classiques d'injection de dioxyde de carbone dans un milieu gazeux ne sont pas optimisés ; ces dispositifs ne sont notamment pas adaptés dans le cas de l'injection de quantités importantes de CO<sub>2</sub>.

**[0005]** On connaît par ailleurs l'utilisation de CO<sub>2</sub> sous forme solide, ou de neige carbonique pour le nettoyage de surfaces.

**[0006]** US 4,747,421 décrit l'utilisation de CO<sub>2</sub> solide dans le domaine de l'industrie des semi-conducteurs pour l'élimination d'un film photorésistant à la surface d'un substrat.

**[0007]** EP 0 631 846 décrit un appareil destiné à produire un aérosol pour nettoyer les surfaces intérieures d'une chambre à outils.

**[0008]** EP 0 288 263 décrit un appareil pour éliminer des petites particules de la surface d'un substrat en utilisant un mélange de dioxyde de carbone solide et gazeux.

**[0009]** US 4,389,820 décrit une machine destinée à générer un flux de particules sublimables accélérées pour le décapage de surface. L'utilisation de CO<sub>2</sub> évite la contamination des surfaces ainsi que la contamination atmosphérique.

**[0010]** Par ailleurs, FR 2 198 778 décrit un procédé et un appareillage pour la préparation de moules de fonderie, procédé dans lequel du dioxyde de carbone gazeux est utilisé pour la délivrance de composants gazeux en quantité catalytique, à la fois lors de la gazéification du mélange de composants chimiques liquides et lors de l'ajustement des quantités de composants à ajouter.

**[0011]** WO 02/24316 A décrit un dispositif de refroidissement utilisant un cycle de type carnot inverse pour gé-

nérer un aérosol constitué de particules de CO<sub>2</sub> solide destiné au nettoyage de surfaces microélectroniques. US 5,616,067 décrit un matériel de nettoyage de surface destiné notamment aux industries de l'impression et électronique, utilisant des particules de CO<sub>2</sub> abrasives injectées conjointement avec de l'air sous pression.

**[0012]** Rependant aucun des documents cités n'a pour objet l'enrichissement en CO<sub>2</sub> d'un milieu gazeux en transfert.

**[0013]** Un but de la présente invention est de proposer une solution au problème d'injection de dioxyde de carbone notamment en quantité importante, dans des enceintes contenant un milieu gazeux réactif ou non, en transit sous pression.

**[0014]** Un autre but est de proposer un dispositif d'injection susceptible de mettre en oeuvre ce procédé.

**[0015]** Les caractéristiques et avantages de invention apparaîtront à la lecture de la description qui va suivre.

**[0016]** L'invention concerne tout d'abord un procédé d'injection de dioxyde de carbone dans un milieu gazeux en transfert sous pression à traiter, présent à l'intérieur d'une enceinte, à partir de dioxyde de carbone liquide ; le procédé comportant les étapes de :

- transformation du dioxyde de carbone liquide en dioxyde de carbone diphasique "gaz + solide" par un dispositif de détente directe,
- injection du dioxyde de carbone diphasique ainsi formé dans le milieu gazeux à traiter à l'aide d'un injecteur piqué dans la paroi de l'enceinte contenant ledit milieu gazeux en transfert sous pression à traiter,
- ainsi qu'une étape d'injection d'un gaz d'inertage dans le dioxyde de carbone, entre le dispositif de détente directe et l'injecteur.

**[0017]** Le dioxyde de carbone injecté est sous la forme "gaz+solide", l'injection se fait directement dans le milieu gazeux à traiter, au travers d'une paroi de l'enceinte qui referme le milieu à traiter. L'enceinte peut être par exemple une conduite ou canalisation présente dans un circuit. La transformation du dioxyde de carbone liquide en dioxyde de carbone diphasique fait intervenir un dispositif de détente directe dite détente cryogénique. Le dispositif, du type vanne à débit variable, provoque d'abord une restriction à l'écoulement du fluide, puis une augmentation du diamètre d'écoulement a pour effet de détente le gaz provoquant une perte de pression de telle sorte que la pression en sortie du dispositif corresponde à celle du point triple du CO<sub>2</sub>. Le CO<sub>2</sub> liquide se transforme en un mélange de CO<sub>2</sub> gazeux et de CO<sub>2</sub> solide (neige carbonique). Ainsi, lors de l'injection, le procédé de l'invention met en oeuvre un fluide cryogénique d'une densité au moins vingt fois plus grande que sa phase gaz. L'injection du dioxyde de carbone fait intervenir un injecteur qui est piqué dans la paroi de l'enceinte et transfère le mélange "gaz+solide" vers le centre de la canalisation de transfert du milieu gazeux. En outre, l'injection d'un

gaz d'inertage dans le dioxyde de carbone, en sortie de la vanne cryogénique prévient les bouchages en sortie de ladite vanne et en sortie d'injecteur, dans le milieu gazeux. Le gaz d'inertage, assurant un balayage de gaz au niveau des différents éléments du dispositif où circule le CO<sub>2</sub> diphasique prévient la pollution par des corps étrangers, notamment l'humidité et évite l'accumulation de neige carbonique en des points où la géométrie fait que sa circulation serait difficile sans l'entraînement par le gaz d'inertage.

**[0018]** Le CO<sub>2</sub> liquide est mis à disposition à une pression généralement comprise entre 10.10<sup>5</sup> et 22.10<sup>5</sup> Pa (soit entre 10 et 22 bars) et à une température généralement comprise entre -35°C et -20°C.

**[0019]** Selon un mode particulier, on injecte le dioxyde de carbone diphasique de telle sorte qu'il soit injecté au coeur du milieu gazeux et distribué pour partie à co courant et pour partie à contre-courant du flux gazeux. En injectant de la sorte le dioxyde de carbone au coeur du gaz, c'est-à-dire dans le courant gazeux loin des parois on assure au mieux le mélange et l'entraînement du CO<sub>2</sub>, évitant ainsi son accumulation. Or, le risque de formation de bouchons est très grand compte tenu de la température de ce CO<sub>2</sub> (-80°C), il est donc essentiel de disperser immédiatement celui-ci dans le milieu gazeux à traiter. Outre la géométrie de l'injecteur, la présence du gaz d'inertage, injecté dans le CO<sub>2</sub> diphasique selon l'invention permet aussi de limiter le risque de bouchons.

**[0020]** Ce gaz d'inertage doit être inerte vis-à-vis des espèces chimiques présentes ainsi que des organes de régulations (vannes de régulation de débit, injecteur spécifique à l'invention, etc...). Il est particulièrement avantageux d'utiliser en tant que gaz d'inertage du dioxyde de carbone provenant de la vaporisation d'une fraction du dioxyde de carbone liquide mis à disposition, et prélevé en amont du dispositif de détente cryogénique. On notera que le CO<sub>2</sub> n'introduisant pas une nouvelle espèce chimique peut par extension être considéré aussi comme un gaz inerte.

**[0021]** La quantité de dioxyde de carbone injectée est de préférence régulée en fonction d'une consigne d'un paramètre physique ou chimique à atteindre, la mesure de ce paramètre est réalisée dans le milieu gazeux, en aval du point d'injection. Ainsi, la vanne cryogénique à débit variable de l'invention est pilotée en fonction de cette consigne.

**[0022]** Par ailleurs, une vanne cryogénique de sécurité du type tout ou rien peut aussi être placée en amont de la vanne cryogénique à débit variable pour réaliser la coupure de l'alimentation en CO<sub>2</sub> liquide en cas de dysfonctionnement, par exemple si la pression est trop élevée dans le milieu gazeux à traiter, si la température y est trop basse ou si un autre paramètre, considéré comme majeur a dépassé un seuil d'alerte. L'exploitant de l'installation peut aussi commander cette vanne. Lorsque l'alimentation de la vanne cryogénique à débit variable est coupée, la protection des éléments sensibles du dispositif par un débit faible du gaz d'inertage est maintenu.

**[0023]** L'invention concerne également un dispositif d'injection de dioxyde de carbone pour mettre en oeuvre l'un des procédés tels que définis précédemment, **caractérisé en ce qu'il comprend :**

- une vanne de détente à débit variable (destinée à être alimentée en dioxyde de carbone liquide) et un injecteur correspondant piqué dans une paroi de l'enceinte et pénétrant au coeur du milieu gazeux,
- un té relié en partie supérieure à l'éjecteur de la vanne de détente (il est entendu par vanne de détente, la vanne à débit variable), sur le côté à une alimentation gazeuse et raccordé en partie basse à l'injecteur piqué dans ladite paroi,
- des moyens d'alimentation de la vanne de détente en CO<sub>2</sub> liquide,
- des moyens d'alimentation du té en gaz d'inertage.

**[0024]** De manière judicieuse, l'extrémité de l'injecteur est constituée :

- d'un déflecteur à deux pentes distribuant le CO<sub>2</sub> diphasique pour partie à contre-courant du flux gazeux et pour partie à co-courant, de deux lumières d'échappement assurant l'éjection du CO<sub>2</sub> diphasique et disposées de façon à le distribuer dans l'axe du transfert du flux gazeux.

**[0025]** De préférence, l'injecteur pénètre dans l'enceinte sur une longueur équivalente à la moitié de la largeur de ladite enceinte et selon une variante préférée, le dispositif comporte pour l'alimentation en gaz d'inertage du dispositif d'injection, en amont du dispositif de détente cryogénique, des moyens de prélèvement et de vaporisation d'une fraction du dioxyde de carbone liquide mis à disposition. Le dispositif peut donc fonctionner en étant relié à une seule source d'alimentation en dioxyde de carbone. On pourra aussi utiliser un gaz inerte présent sur le lieu de l'application ou de l'air comprimé étant entendu que le gaz d'inertage ne doit pas modifier le comportement du mélange obtenu, et ne doit pas être contre-indiqué pour le matériel.

**[0026]** Un mode de réalisation de l'invention est donné à titre d'exemple non limitatif, illustré par la Figure 1 qui est une vue schématique d'un dispositif selon l'invention et par les Figures 2 et 2A qui représentent un exemple d'injecteur selon l'invention, la Figure 2A étant une vue en coupe selon l'axe AA de l'extrémité de l'injecteur de la Figure 2.

**[0027]** Le dispositif d'injection 1 est destiné à fournir du dioxyde de carbone diphasique "gaz+liquide" dans un milieu gazeux 2, en transfert sous pression dans une enceinte 3, et ceci à partir d'un réservoir de stockage 4 de dioxyde de carbone liquide dans lequel le dioxyde de carbone liquide est stocké à une pression comprise entre 14.10<sup>5</sup> et 20.10<sup>5</sup> Pa (soit entre 14 et 20 bars) et à une température comprise entre -35°C et -20°C

**[0028]** Le dispositif 1 comprend une ligne d'alimenta-

tion en CO<sub>2</sub> liquide formée d'une conduite de liquide 5 s'étendant du réservoir 4 à une vanne cryogénique à débit variable 6 laquelle assure la régulation d'un paramètre "A" mesuré dans le milieu gazeux 2 en aval du point d'injection. Un filtre 7 équipé d'une cartouche filtrante en acier inoxydable est placé en amont de la vanne 6, il assure une filtration du dioxyde de carbone liquide afin de protéger le siège de vanne des impuretés solides pouvant être présentes dans les canalisations. Interposée sur la conduite 5, en amont du filtre 7, on trouve une vanne cryogénique de sécurité du type tout ou rien 8 laquelle réalise la coupure de l'alimentation en CO<sub>2</sub> cryogénique de la vanne 6 lorsque l'organe de contrôle 9 détecte un dépassement de seuil d'un paramètre de sécurité sous contrôle. Une soupape cryogénique d'expansion, non représentée sur la Figure protège la ligne en aval de la vanne de sécurité 8 après la fermeture de celle-ci.

**[0029]** Le dispositif 1 comprend en outre une ligne d'alimentation en gaz d'inertage, lequel dans ce cas est du CO<sub>2</sub> gazeux ; la ligne est constituée dans l'ordre d'un vaporisateur 10, d'un détendeur 11, d'une vanne de débit réglée manuellement 12, d'un débitmètre avec transmetteur 13 et d'un clapet anti-retour 14.

**[0030]** Un té 15, alimenté en partie supérieure en CO<sub>2</sub> diphasique provenant de l'éjecteur situé en sortie de la vanne 6, sur le côté en gaz d'inertage (CO<sub>2</sub> gazeux) est raccordé en partie basse à un injecteur 16 assurant l'injection du mélange de CO<sub>2</sub> diphasique dans le milieu gazeux 2 en transfert sous pression dans l'enceinte 3.

**[0031]** L'injecteur 16 réalise le transfert du CO<sub>2</sub> vers le centre de la canalisation de transfert du milieu gazeux. Lorsqu'il n'y a pas d'injection de CO<sub>2</sub>, l'intérieur du té 15 et de l'injecteur 16 sont protégés du milieu à traiter grâce à un débit faible mais permanent du gaz d'inertage.

**[0032]** Une unité de contrôle-régulation du paramètre "A" assure la mesure de la valeur du paramètre "A" dans la canalisation de transfert, traite -via l'organe de contrôle 9- le signal reçu de "A" ainsi que les signaux qui proviennent des différents paramètres de sécurité suivis (température et pression du milieu gazeux à traiter,...). Elle pilote en fonction de "A" le niveau d'ouverture de la vanne cryogénique à débit variable 6 pour assurer le maintien du paramètre "A" à sa valeur de consigne ; elle pilote aussi la fermeture de la vanne cryogénique de sécurité 8 en cas de défaut majeur affectant un paramètre de sécurité, ou en cas de refus d'autorisation de traitement de la part de l'exploitant, ainsi que l'ouverture ou la fermeture de la vanne de mise à l'air en fonction du mode de fonctionnement, en général synchrone des autres vannes. Ce pilotage de l'unité de contrôle est assuré à partir d'informations communiquées par les transmetteurs de mesure AIT (mesure du paramètre "A"), PIT (mesure de la pression dans le milieu gazeux 2), TT (mesure de la température du milieu 2) non référencés. D'autres éléments, non décrits peuvent être incorporés à cette unité de contrôle, notamment des informations binaires, du type autorisations

ou d'autres paramètres spécifiques du procédé.

**[0033]** La Figure 2 représente de façon plus détaillée un exemple d'injecteur selon l'invention.

**[0034]** L'injecteur 16 est alimenté en CO<sub>2</sub> diphasique provenant de l'éjecteur 17 en sortie de la vanne 6 et en gaz d'inertage constitué de CO<sub>2</sub> gazeux. Cette alimentation est réalisée via le té 15 lequel reçoit le CO<sub>2</sub> d'inertage au niveau de l'entrée latérale 18 et le CO<sub>2</sub> diphasique issu de 17 en partie supérieure. L'injecteur 16 réalisé dans une matière thermo-isolante, par exemple en polysulfone, conduit le mélange «gaz+solide» vers le centre de la canalisation 3 de transfert du milieu gazeux 2.

**[0035]** L'injecteur 16 est muni:

- à son extrémité d'un déflecteur 19 à deux pentes, formant un angle de 60° pour orienter une partie du CO<sub>2</sub> diphasique à contre-courant du milieu gazeux 2 en circulation, et l'autre partie à co-courant
- en sa partie basse de deux lumières d'échappement 20 lesquelles assurent l'éjection du CO<sub>2</sub> diphasique, même à faible débit et sa distribution dans l'axe du transfert du milieu gazeux, sans en entraver la sortie grâce à leur disposition dans l'axe du transfert.

## 25 EXEMPLE

**[0036]** Le procédé de l'invention est mis en oeuvre pour l'enrichissement en CO<sub>2</sub> de fumées de combustion de gaz naturel. Le paramètre "A" à réguler est la teneur en CO<sub>2</sub> de ces fumées. Initialement à environ 8% de CO<sub>2</sub>, les fumées sont enrichies par le procédé de l'invention jusqu'à des teneurs comprises entre 12 et 18 %, pour leur utilisation ultérieure dans un procédé de fabrication du papier. Le débit de fumée est de l'ordre de 12 000 m<sup>3</sup>/h. La quantité de CO<sub>2</sub> utilisée est d'environ 1200 m<sup>3</sup>/h CO<sub>2</sub> (équivalent gaz) pour atteindre 16% de CO<sub>2</sub> dans les fumées. Les fumées ainsi enrichies sont destinées notamment à la fabrication de carbonate de calcium.

**[0037]** La présence de vapeur d'eau dans ces fumées crée en raison de l'interface entre les fumées chaudes et la source cryogénique des problèmes liés au risque de formation de glace, notamment au niveau des lumières de l'injecteur. Ce risque se trouve écarté grâce à l'inertage permanent de l'injecteur par un gaz neutre et sec.

**[0038]** Le procédé de l'invention est notamment applicable dans de nombreux domaines faisant appel au CO<sub>2</sub> comme matière première. L'enrichissement mis en oeuvre selon l'invention ne faisant pas appel au CO<sub>2</sub> gazeux se dégage des contraintes de dimensionnements et des inconvénients qui y sont liés.

**[0039]** L'invention est ainsi particulièrement adaptée pour des installations industrielles disposant de fumées contenant du CO<sub>2</sub>, agent polluant en l'état, et utilisant par ailleurs du CO<sub>2</sub> comme matière première.

**[0040]** Le procédé de l'invention peut aussi être utilisé dans les cas où on souhaite traiter au CO<sub>2</sub> un milieu

gazeux en transfert.

**[0041]** Il est aussi apte à assurer une régulation de pH en utilisant des fumées dopées au CO<sub>2</sub>.

**[0042]** Le procédé de l'invention peut ainsi être appliqué avantageusement l'enrichissement en CO<sub>2</sub> de fumées pour la fabrication de carbonate de calcium pour l'industrie papetière.

## Revendications

1. Procédé d'injection de dioxyde de carbone dans un milieu gazeux (2) en transfert sous pression à traiter présent à l'intérieur d'une enceinte (3) à partir de dioxyde de carbone liquide, avec les étapes suivantes:

- transformation du dioxyde de carbone liquide en dioxyde de carbone diphasique "gaz + solide" par un dispositif (6) de détente directe,
- injection du dioxyde de carbone diphasique ainsi formé dans le milieu gazeux à traiter à l'aide d'un injecteur (16) piqué dans la paroi de l'enceinte contenant ledit milieu gazeux en transfert sous pression à traiter, et en ce qu'il comporte une étape d'injection (15) d'un gaz d'inertage dans le dioxyde de carbone, entre le dispositif de détente directe et l'injecteur.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'on injecte le dioxyde de carbone diphasique de telle sorte qu'il soit injecté au coeur du milieu gazeux et distribué pour partie à co-courant et pour partie à contre-courant du flux gazeux.**

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, **caractérisé en ce que** le gaz d'inertage est du dioxyde de carbone provenant de la vaporisation d'une fraction du dioxyde de carbone liquide mis à disposition, et prélevé en amont du dispositif de détente.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** la quantité de dioxyde de carbone injectée dans le milieu gazeux à traiter est réglée en fonction d'une consigne d'un paramètre (A) physique ou chimique à atteindre, mesurée dans le milieu gazeux, en aval du point d'injection.

5. Dispositif d'injection de dioxyde de carbone pour mettre en oeuvre le procédé de l'une des revendications 1 à 4, comprenant :

- une vanne (6) de détente à débit variable et un injecteur (16) correspondant piqué dans une paroi de l'enceinte (3) et pénétrant au coeur du milieu gazeux,
- un té (15) relié en partie supérieure à l'éjecteur (17) de la vanne (6) de détente, sur le côté à

une alimentation gazeuse (18) et raccordé en partie basse à l'injecteur (16) piqué dans ladite paroi,

- des moyens (5) d'alimentation de la vanne de détente en dioxyde de carbone liquide,
- des moyens (5) d'alimentation du té en gaz d'inertage.

6. Dispositif selon la revendication 5, **caractérisé en ce que** l'extrémité de l'injecteur est constituée:

- d'un déflecteur (19) à deux pentes distribuant le CO<sub>2</sub> diphasique pour partie à contrecourant du flux gazeux (2) et pour l'autre partie à co-courant,
- de deux lumières d'échappement (20) assurant l'éjection du CO<sub>2</sub> diphasique et disposées de façon à distribuer le mélange dans l'axe du transfert du flux gazeux.

7. Dispositif selon l'une des revendications 5 ou 6, **caractérisé en ce que** l'injecteur (16) pénètre dans l'enceinte (3) sur une longueur équivalente à la moitié de la largeur de ladite enceinte.

8. Dispositif selon l'une des revendications 5 à 7, **caractérisé en ce qu'il** comporte pour l'alimentation en gaz d'inertage du dispositif d'injection, en amont du dispositif de détente cryogénique, des moyens de prélèvement et de vaporisation (10, 11, 12, 13) d'une fraction du dioxyde de carbone liquide mis à disposition.

9. Application du procédé selon l'une des revendications 1 à 4 pour l'enrichissement d'un flux gazeux en dioxyde de carbone, à partir de dioxyde de carbone liquide.

10. Application du procédé selon la revendication 9 pour la fabrication de carbonate de calcium.

## Claims

1. Method for injecting carbon dioxide into a pressurized transferring gaseous medium (2), obtained to be treated present inside a chamber (3) from liquid carbon dioxide, with the following steps:

- conversion of liquid carbon dioxide into two-phase "gas + solid" carbon dioxide by means of a direct expansion device (6); and,
- injection of the two-phase carbon dioxide so formed into the gaseous medium to be treated with the aid of an injector (16) tapped into the wall of the chamber containing said pressurized transferring gaseous medium to be treated, which method includes a step of injecting (15)

an inerting gas into the carbon dioxide between the direct expansion device and the injector.

2. Method according to Claim 1, **characterized in that** the two-phase carbon dioxide is injected so that it is injected into the core of the gaseous medium and distributed partly cocurrently and partly countercurrently with the gas stream.
3. Method according to either of Claims 1 and 2, **characterized in that** the inerting gas is carbon dioxide coming from the vaporization of a fraction of the available liquid carbon dioxide and drawn off upstream of the expansion device.
4. Method according to one of Claims 1 to 3, **characterized in that** the quantity of carbon dioxide injected into the gaseous medium to be treated is regulated in relation to a set value of a physical or chemical parameter (A) to be attained, measured in the gaseous medium, downstream of the injection point.
5. Carbon dioxide injection device for implementing the method of one of Claims 1 to 4, comprising:
  - a variable-flow expansion valve (6) and a corresponding injector (16) tapped into a wall of the chamber (3) and penetrating into the core of the gaseous medium;
  - a T-piece (15) connected in the upper part to the ejector (17) of the expansion valve (6), on the side to a gas feed (18) and connected in the lower part to the injector (16) tapped into said wall;
  - means (5) for feeding the expansion valve with liquid carbon dioxide; and
  - means (5) for feeding the T-piece with inerting gas.
6. Device according to Claim 5, **characterized in that** the end of the injector consists of:
  - a deflector (19) with two slopes distributing the two-phase CO<sub>2</sub> partly countercurrently and partly cocurrently with the gas stream (2); and
  - two exhaust openings (20) for ejecting the two-phase CO<sub>2</sub>, arranged so as to distribute the mixture along the axis of transfer of the gas stream.
7. Device according to either of Claims 5 and 6, **characterized in that** the injector (16) enters the chamber (3) over a length equivalent to half the width of said chamber.
8. Device according to one of Claims 5 to 7, **characterized in that** it includes, for feeding the injection device with inerting gas, upstream of the cry-

ogenic expansion device, means (10,11,12,13) for drawing off and vaporizing a fraction of the available liquid carbon dioxide.

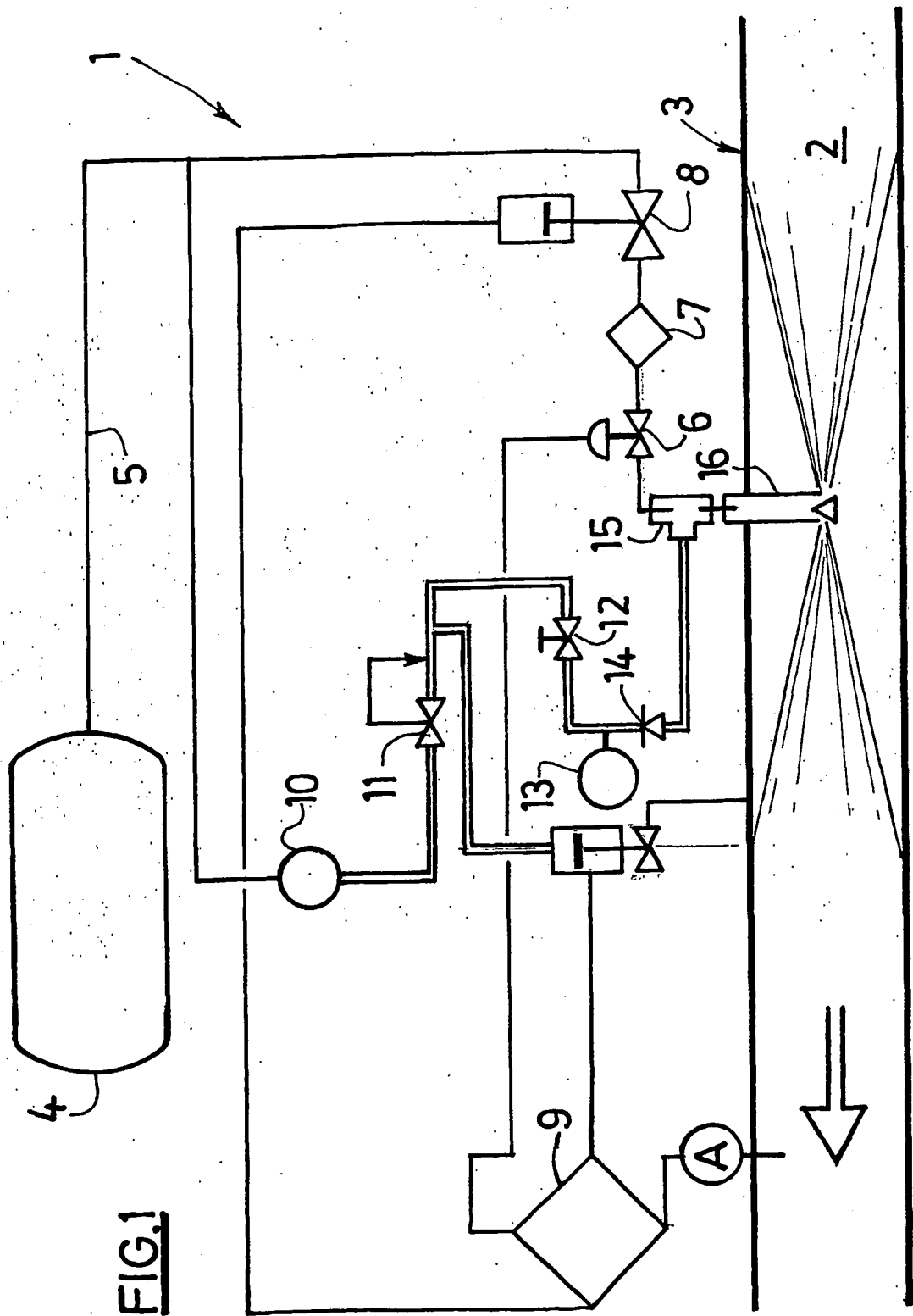
9. Application of the method according to one of claims 1 to 4 for enriching a gas stream with carbon dioxide obtained from liquid carbon dioxide.
10. Application of the method according to Claim 9 for producing calcium carbonate.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Injektion von Kohlendioxid in ein unter Druck transportiertes, zu behandelndes, gasförmiges Medium (2), das im Inneren eines abgegrenzten Raums (3) vorhanden ist, ausgehend von flüssigem Kohlendioxid, mit den folgenden Schritten:
  - das Umwandeln des flüssigen Kohlendioxids in zweiphasiges "Fest- und Flüssig"-Kohlendioxid durch eine Vorrichtung (6) zur direkten Expansion,
  - das Injizieren des so gebildeten zweiphasigen Kohlendioxids in das zu behandelnde, gasförmige Medium mithilfe einer Injektionsvorrichtung (16), die die Wand des abgegrenzten Raums, der das unter Druck transportierte, zu behandelnde, gasförmige Medium enthält, durchsticht, wobei das Verfahren ferner einen Schritt des Injizierens (15) eines Inertisierungsgases in das Kohlendioxid zwischen der Vorrichtung zur direkten Expansion und der Injektionsvorrichtung umfasst.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** das zweiphasige Kohlendioxid derart injiziert wird, dass es in den Kern des gasförmigen Mediums injiziert und zum Teil in Gleichströmung mit und zum Teil in Gegenströmung zum Gasstrom verteilt wird.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Inertisierungsgas Kohlendioxid ist, das von der Verdampfung einer Fraktion des zur Verfügung gestellten flüssigen Kohlendioxids stammt und stromaufwärts der Vorrichtung zur Expansion entnommen wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Menge an Kohlendioxid, die in das zu behandelnde, gasförmige Medium injiziert wird, in Abhängigkeit einer Vorgabe eines zu erreichenden physikalischen oder chemischen Parameters (A), die im gasförmigen Medium gemessen wird, stromabwärts des Injektionspunkts

geregelt wird.

5. Vorrichtung zur Injektion von Kohlendioxid zum Durchführen des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 4, die Folgendes aufweist: 5
  - ein geregeltes Expansionsventil (6) und eine entsprechende Injektionsvorrichtung (16), die eine Wand des abgegrenzten Raumes (3) durchsticht und in den Kern des gasförmigen Mediums eindringt, 10
  - ein T-Stück (15), das am oberen Abschnitt mit der Düse (17) des Expansionsventils (6), an der Seite mit einer Gasversorgung (18) und am unteren Abschnitt mit der Injektionsvorrichtung (16), die die Wand durchsticht, verbunden ist, 15
  - Mittel (5) zur Versorgung des Expansionsventils mit flüssigem Kohlendioxid, und
  - Mittel (5) zur Versorgung des T-Stücks mit einem Inertisierungsgas. 20
  
6. Vorrichtung nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Ende der Injektionsvorrichtung aus Folgendem gebildet ist: 25
  - einer Ablenkvorrichtung (19) mit zwei Neigungen, die das zweiphasige CO<sub>2</sub> zum Teil in Gegenströmung zum Gasstrom (2) und zum anderen Teil in Gleichströmung mit diesem verteilt, und 30
  - zwei Auslassöffnungen (20), die den Ausstoß des zweiphasigen CO<sub>2</sub> sicherstellen und derart angeordnet sind, dass das Gemisch in der Transportachse des Gasstroms verteilt wird. 35
  
7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 5 oder 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Injektionsvorrichtung (16) über eine Länge in den abgegrenzten Raum (3) eindringt, die der Hälfte der Breite des abgegrenzten Raums entspricht. 40
  
8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** sie zur Versorgung der Injektionsvorrichtung mit einem Inertisierungsgas stromaufwärts der Vorrichtung zur kryogenen Expansion Mittel zur Entnahme und zur Verdampfung (10, 11, 12, 13) einer Fraktion des zur Verfügung gestellten flüssigen Kohlendioxids aufweist. 45
  
9. Anwendung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 4 zur Anreicherung eines Gasstroms mit Kohlendioxid, ausgehend von flüssigem Kohlendioxid. 50
  
10. Anwendung des Verfahrens nach Anspruch 9 zur Herstellung von Calciumcarbonat. 55



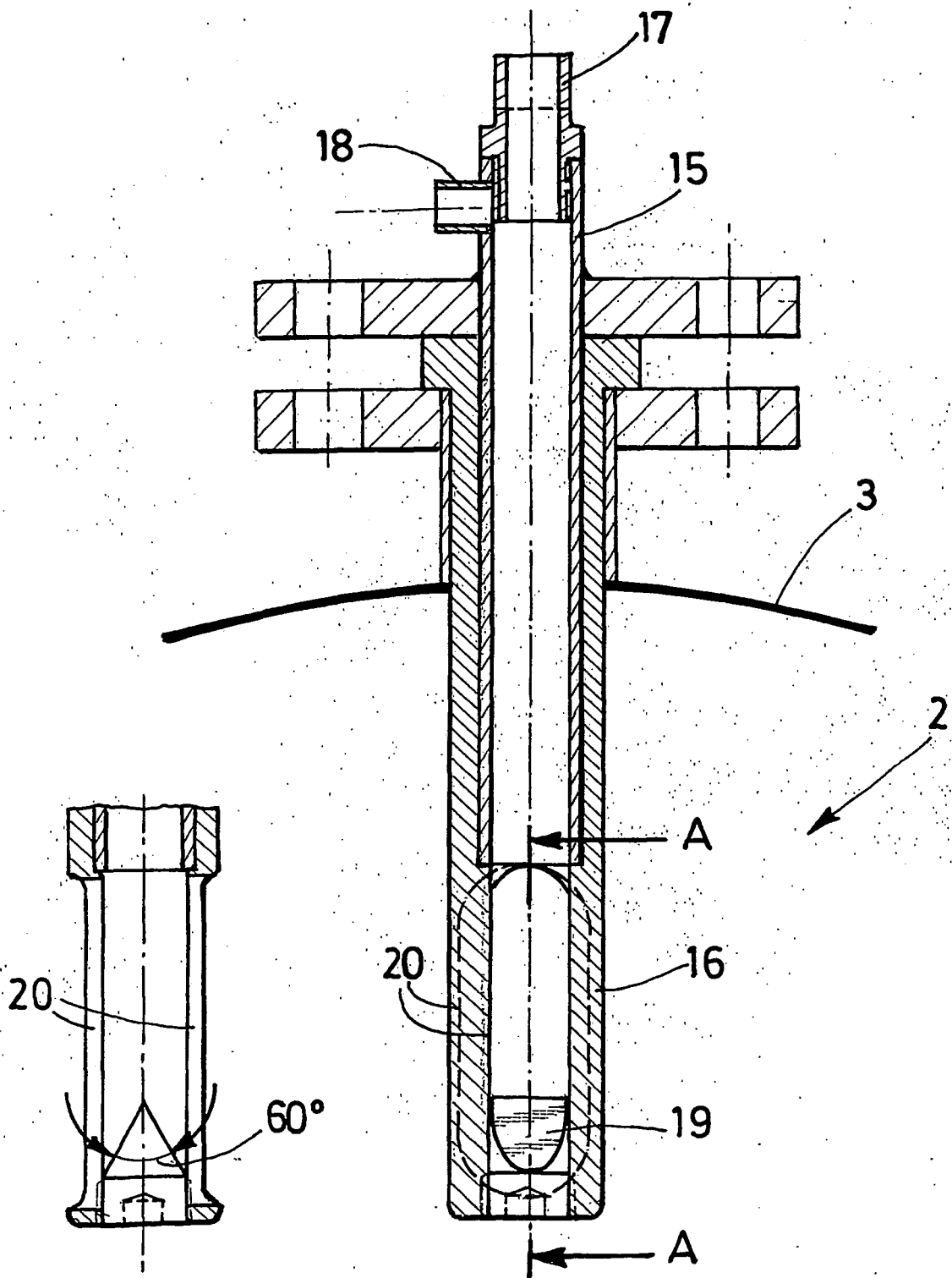


FIG.2A

FIG.2

**RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION**

*Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.*

**Documents brevets cités dans la description**

- US 4747421 A [0006]
- EP 0631846 A [0007]
- EP 0288263 A [0008]
- US 4389820 A [0009]
- FR 2198778 [0010]
- WO 0224316 A [0011]
- US 5616067 A [0011]