

12 **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

21 Numéro de dépôt: 80401045.2

51 Int. Cl.³: **F 25 J 3/04**

22 Date de dépôt: 11.07.80

30 Priorité: 20.07.79 FR 7918772

43 Date de publication de la demande:
11.03.81 Bulletin 81/10

84 Etats Contractants Désignés:
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

71 Demandeur: L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR
L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES
GEORGES CLAUDE
75, Quai d'Orsay
F-75321 Paris Cedex 07(FR)

72 Inventeur: Vandenbussche, Gérard
21, rue Dalayrac
F-94120 Fontenay-sous-Bois(FR)

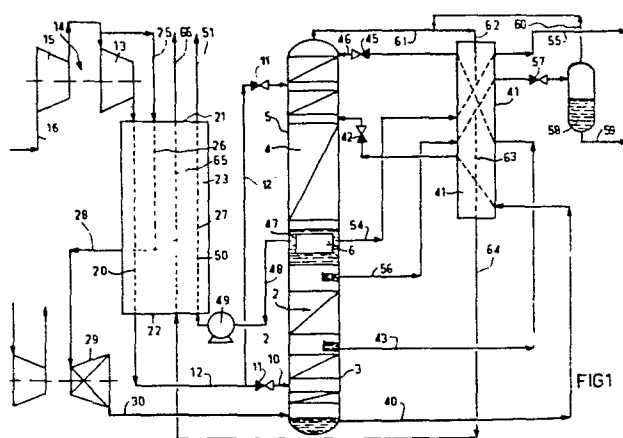
74 Mandataire: Leclercq, Maurice et al,
L'AIR LIQUIDE SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET
L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE
75, Quai d'Orsay
F-75321 Paris Cedex 7(FR)

54 **Procédé cryogénique de séparation d'air avec production d'oxygène sous haute pression.**

57 La présente invention concerne un procédé cryogénique de séparation d'air.

De l'oxygène liquide à basse pression 48 est comprimé à la haute pression en 49 et vaporisé et réchauffé en 50 en échange thermique avec un premier fluide à pression élevée 20, et un second fluide à pression intermédiaire 26 soutiré en 27 et détendu dans une turbine 29.

Application à la production d'oxygène sous haute pression.



La présente invention concerne un procédé et une installation cryogéniques de séparation d'air avec production d'oxygène sous haute pression.

De façon classique, la production d'oxygène sous haute
5 pression, par exemple sous 40 bars, est réalisée par simple compression d'oxygène gazeux délivré par la zone aval basse pression d'une installation cryogénique de séparation d'air comportant une zone amont à moyenne pression et une zone aval à basse pression. Cette compression de l'oxygène à l'état gazeux est onéreuse, et
10 le matériel de compression délicat et dangereux.

On a également proposé de produire l'oxygène à la sortie de la zone aval basse pression sous forme d'une fraction à l'état liquide sous basse pression, que l'on comprime à l'état liquide de la dite pression à la haute pression et que l'on soumet
15 à un réchauffement complet par échange thermique à contre-courant avec des fluides dont l'un, ou premier fluide, est de l'air sous pression, qui est à pression élevée de l'ordre de ladite haute pression, et dont une partie est détendue à la pression moyenne avant d'être introduite au moins en partie liquide dans au moins
20 une zone de séparation, et dont l'autre, ou second fluide, qui est de l'air à pression intermédiaire, est introduit à l'état gazeux dans ladite zone de séparation.

Ce procédé présente l'avantage, par rapport au premier procédé rappelé plus haut, d'éviter la mise en oeuvre d'un compresseur d'oxygène, mais présente l'inconvénient de conduire à une consommation globale d'énergie plus élevée dès lors que la pression de production de l'oxygène est élevée. Ce second procédé ne peut être acceptable du point de vue énergétique que si la température de vaporisation de l'oxygène reste inférieure à celle de l'air haute
25 pression se condensant en contre-courant de la vaporisation de cet oxygène. De ce fait, une pression de l'oxygène aussi modérée que 15-20 bars nécessite une pression d'air atteignant déjà 50-60 bars. Pour de nombreuses applications, la pression de l'oxygène se situe entre 40 et 100 bars, en sorte que la condition énoncée ci-dessus
30 ne peut plus être remplie, le matériel utilisé, notamment les échangeurs, ne permettant pas de monter la pression de l'air sensiblement
35

au-delà de ces niveaux de pression.

La présente invention vise un procédé qui permet d'obtenir de façon économique, de l'oxygène sous haute pression par compression d'une fraction d'oxygène à l'état liquide et ce résultat est obtenu en ce qu'on assure à une température intermédiaire entre les températures chaude et froide dudit échange thermique une détente du second fluide à la pression moyenne dans une turbine.

Dans une forme de réalisation avantageuse, le premier fluide sous pression élevée est lui-même de l'air et dans une variante de réalisation ce premier fluide sous pression élevée est de l'azote en circuit fermé. La pression intermédiaire du deuxième fluide est comprise entre 8 et 20 bars et de préférence de l'ordre de 15 bars, alors que la haute pression de l'oxygène est comprise entre 15 et 100 bars et de préférence de l'ordre de 65 à 40 bars.

Les caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront d'ailleurs de la description qui suit à titre d'exemple en référence aux dessins annexés dans lesquels :

- la figure 1 représente une vue schématique d'une installation de séparation d'air selon l'invention ;
- la figure 2 est une vue analogue à la figure 1 d'une variante de réalisation.

En se référant à la figure 1, une installation cryogénique de séparation d'air comprend une zone amont de séparation 2 formée par une colonne "moyenne pression" 3 et une zone aval de la séparation 4 formée par une colonne "basse pression" 5, superposée à la colonne 3 avec interposition d'un vaporiseur-condenseur 6. La colonne moyenne pression 3 est alimentée en air à séparer sous moyenne pression, par exemple de l'ordre de 6 bars, par une conduite 10 raccordée à la sortie d'un détendeur 11, dont l'entrée est raccordée par une canalisation 12 au second étage 13 d'un ensemble de compression 14, comprenant également un premier étage 15 dont l'aspiration 16 est alimentée en air à la pression atmosphérique. Par exemple, le premier étage de compression 15 comprime l'air atmosphérique à une pression de l'ordre de 15 bars, tandis que le second étage de compression assure une compression finale de 15 bars à 50 bars. La

conduite 12 véhiculant l'air à 50 bars comprend des passages d'échange thermique 20 s'étendant depuis une extrémité chaude 21 jusqu'à une extrémité la plus froide 22 d'un échangeur 23. On note qu'une partie de l'air dans la canalisation 12 est dérivée en 12' et après détente à la basse pression en 11' introduit dans la colonne basse pression 5.

Une partie de l'air comprimé à la sortie de l'étage de compression 15 est dérivée par une conduite 25 vers des passages 26, s'étendant dans l'échangeur 23 depuis une extrémité chaude 21 jusqu'à un niveau 27 situé à distance à la fois de l'extrémité chaude 21 et de l'extrémité froide 22, donc à une température intermédiaire entre la température chaude de l'extrémité 21 et la température froide de l'extrémité 22. Ces passages d'échange thermique 26 débouchent dans une canalisation de transfert 28 vers une turbine de détente 29 freinée par un dispositif, l'échappement de cette turbine 29 communiquant avec une conduite 30 débouchant directement à un niveau bas de la colonne moyenne pression 3.

De façon habituelle, la fraction riche en oxygène condensée en cuve de la colonne moyenne pression 3 est transférée, par une canalisation 40, le cas échéant après sous-refroidissement dans un échangeur 41 vers un dispositif de détente 42 avant d'être introduit, à un niveau intermédiaire, dans la colonne basse pression 4. De même, du liquide pauvre, qui comprend essentiellement de l'azote, est prélevé en un niveau intermédiaire de la colonne moyenne pression et est transféré par une canalisation 43 vers l'échangeur de sous-refroidissement 41 avant d'être détendu dans le dispositif de détente 45 et introduit en 46 en tête de la colonne basse pression.

En cuve de la colonne basse pression se forme une fraction d'oxygène liquide 47 dont une partie principale est dérivée dans une conduite 48 pour être comprimée à haute pression par une pompe 49 avant d'être introduit dans des passages d'échange thermique 50 s'étendant depuis l'extrémité froide 22 jusqu'à l'extrémité chaude 21 de l'échangeur 23, ces passages 50 communiquant, à la sortie, avec une conduite de distribution d'oxygène sous haute pression 51.

Une autre partie de la fraction d'oxygène liquide, de débit plus faible, est dérivée par une canalisation 54 vers l'échangeur de sous-refroidissement 41, pour être transféré par une

canalisation 55 vers un stockage non représenté d'oxygène liquide sous-refroidi.

On notera également qu'une fraction d'azote liquide est prélevée en tête de la colonne moyenne pression 3 par une canalisation 56 pour être sous-refroidie dans l'échangeur 41 avant d'être détendue dans un dispositif de détente 57 et de parvenir à un séparateur 58 comprenant une canalisation de soutirage en cuve 59 pour une fraction liquide et une canalisation de soutirage en tête 60 pour une fraction gazeuse.

Cette canalisation 60 pour la fraction gazeuse est d'ailleurs raccordée à une canalisation 61 d'azote gazeux issu en tête de la colonne basse pression pour former une canalisation commune gazeuse 62 vers des passages de réchauffement 63 dans l'échangeur de sous-refroidissement 41, la sortie de ces passages 63 communiquant par une canalisation 64 avec des passages de réchauffement 65 s'étendant sur toute la longueur de l'échangeur 23 pour assurer dans une canalisation de sortie 66, le regroupement d'azote impur à l'état gazeux et sous basse pression.

Le fonctionnement de l'installation qui vient d'être décrite est le suivant :

L'air comprimé successivement en 15 et en 13 sous haute pression, en s'engageant dans les passages 20 de l'échangeur 23 assure essentiellement le réchauffement avec vaporisation de l'oxygène liquide introduit dans les passages 50 et le réchauffement final de l'azote impur introduit dans les passages 65. Au contraire, l'air sous pression intermédiaire obtenu directement à la sortie de l'étage de compression 15 et introduit dans les passages de refroidissement 26 s'échappe de l'échangeur 23 à une température qui n'est pas trop basse et qui, compte tenu de la pression intermédiaire relativement basse à laquelle cet air a été préalablement porté, assure le maintien en froid de l'installation de séparation cryogénique grâce à la détente dans la turbine 29 tout en se maintenant à l'état gazeux indispensable à une tenue mécanique correcte de la turbine 29.

A titre d'exemple, on rapporte ci-dessous les résultats obtenus avec un débit global d'air de 1.000 Nm^3 , une pression de 50 bars à la sortie du deuxième étage de compression 15, une pression

intermédiaire à la sortie du premier étage de compression 13 successivement de 10, 12 et 15 bars, le débit d'oxygène vaporisé étant toujours à 40 bars :

5	Pression intermédiaire (sortie étage 15)	10 bars	12 bars	15 bars
	Température admission turbine (29)	- 123°C	- 123°C	- 134°C
	Production oxygène sous 40 bars	196 Nm ³	191 Nm ³	185 Nm ³
10	Débit d'air à 50 bars (Nm ³)	426 Nm ³	374 Nm ³	301 Nm ³
	Production oxygène liquide (via 54)	14 Nm ³	19 Nm ³	25 Nm ³
	Energie spécifique * de l'oxygène gazeux comprimé à 40 bars	105 %	102 %	100,7 %

15 * La valeur de référence (100 %) est celle obtenue pour de l'oxygène à 40 bars, produit à la pression atmosphérique avec un appareil du type habituel, puis comprimé par turbocompresseur.

Il est bien entendu que les valeurs du tableau (105 ; 102 ; 100,7 %) tiennent compte d'une déduction sur la consommation d'énergie de l'appareil de celle correspondant à la liquéfaction de la part d'oxygène produite à l'état liquide (14 ; 19 ; 25 Nm³).

25 Une pression intermédiaire de plus de 15 bars n'a pas été envisagée dans ce cas, car elle conduirait à l'apparition d'une phase liquide dans la turbine.

En prenant en considération la seule énergie spécifique de l'oxygène à 40 bars, on est conduit à choisir comme pression intermédiaire la valeur la plus élevée avant apparition de liquide dans la turbine, soit ici 15 bars. Cependant, ce choix n'est justifié que s'il y a utilisation de la totalité du liquide produit (dans ce cas 25 Nm³) étant entendu que ce liquide a été pris en compte pour le calcul de l'énergie spécifique. Si les besoins en liquide ne sont que de 19 Nm³, il faudra choisir une pression intermédiaire de 12 bars seulement.

En se référant à la figure 2, on décrit une variante de réalisation dans laquelle on utilise un cycle azote auxiliaire. On retrouve ici une installation de séparation avec une colonne moyenne pression 3 et une colonne basse pression 5. Ici, dans
5 l'échangeur 123 (du même type que l'échangeur 23 de la figure 1), on retrouve des passages de réchauffement avec vaporisation de l'oxygène liquide 150 (analogues aux passages 50 de la figure 1), des passages de réchauffement de l'azote impur 165 (analogues aux passages 65 de la figure 1) des passages de refroidissement pour
10 un premier fluide sous pression élevée 120 (analogues aux passages 20 de la figure 2) et des passages de refroidissement 126 pour un second fluide, qui est également de l'air, sous pression intermédiaire analogues aux passages 26 de la figure 1.

Ici, le premier fluide est, non plus de l'air, comme
15 dans la figure 1, mais de l'azote qui est soutiré à pression moyenne en tête de la colonne moyenne pression 3 par une conduite 70 pour être introduit dans des passages supplémentaires 71 de l'échangeur 123, puis être dirigé via une conduite 72 vers un compresseur 73 élevant la pression de l'azote de la moyenne pression (par exemple 6 bars) à la pression élevée (par exemple 50 bars).
20 L'azote ainsi comprimé passe dans les passages 120 de l'échangeur 123, puis est détendu dans un dispositif de détente 111 pour être réintroduit en tête de colonne moyenne pression 3. Au contraire, tout le débit d'air à séparer est ici comprimé par le compresseur
25 115 avant de passer dans les passages 126, la turbine de détente 29 et via la conduite 30 en cuve de la colonne moyenne pression 3.

REVENDEICATIONS

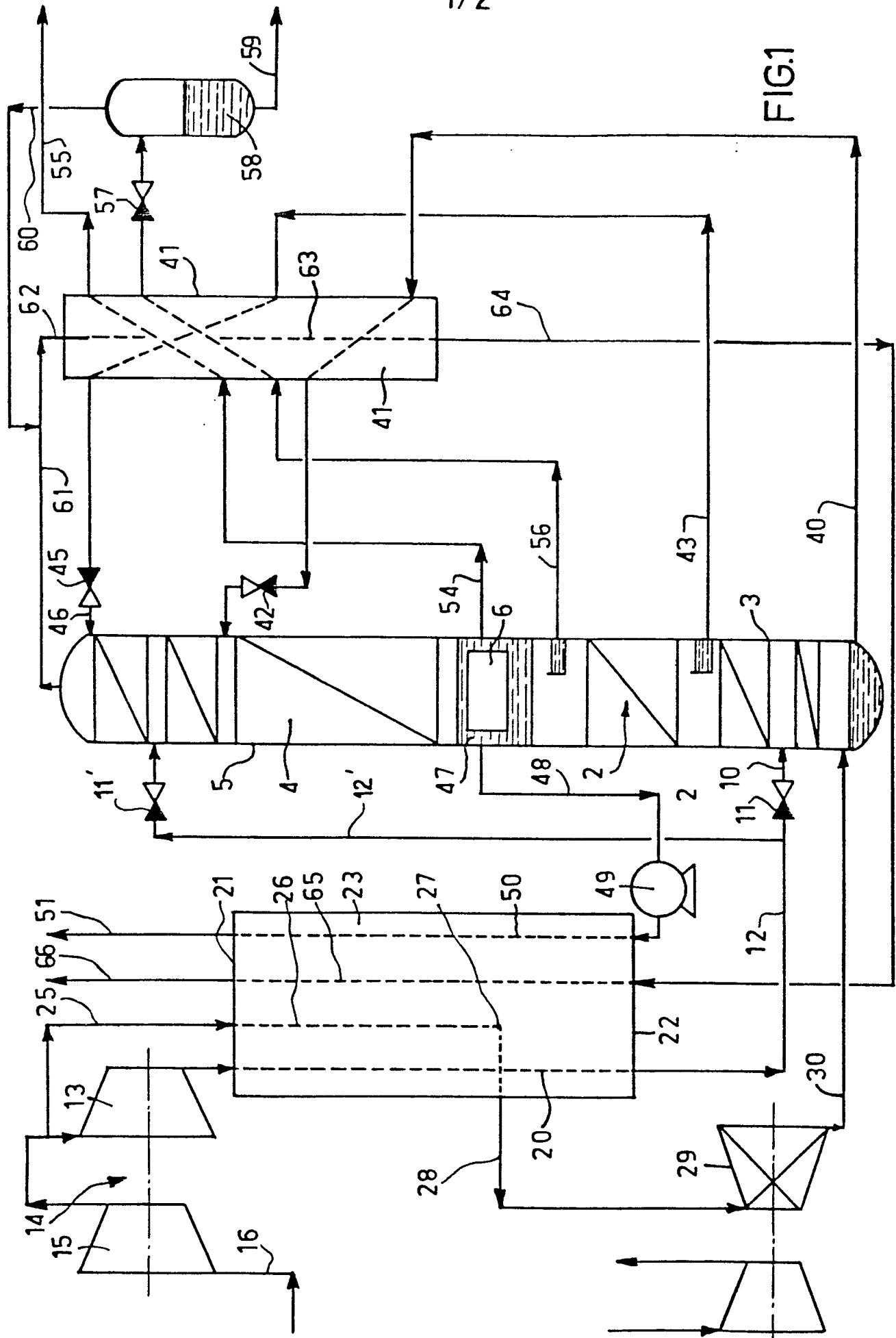
1. - Procédé cryogénique de séparation d'air avec production d'oxygène sous haute pression, du genre où l'on sépare de l'air dans une zone de séparation cryogénique comportant une zone amont à
5 moyenne pression (2) et une zone aval à basse pression (4) en au moins une fraction riche en azote (61) (165) et en au moins une fraction riche en oxygène à l'état liquide sous basse pression (48) (150), où l'on comprime (en 49) ladite fraction d'oxygène à l'état liquide (48) (150) de ladite pression à ladite haute pression, où l'on soumet
10 ladite fraction d'oxygène liquide sous haute pression (50) (150) à un réchauffement complet (en 23) (en 123) par échange thermique à contre-courant avec des fluides, dont l'un (20) (120), ou premier fluide, comprend au moins un des deux constituants principaux de l'air, et est pendant ledit échange sous pression élevée, de l'ordre de ladite haute
15 pression, puis est détendu (en 11) (en 111) à ladite pression moyenne avant d'être introduit (en 10) au moins en partie à l'état liquide dans au moins une zone de séparation (2) (4) et dont l'autre (25-26-27) (126) ou second fluide qui est de l'air à pression intermédiaire nettement supérieure à ladite pression moyenne, mais également nettement
20 inférieure à ladite haute pression, est introduit à l'état gazeux dans ladite zone amont de séparation (2), caractérisé en ce qu'on assure à une température intermédiaire entre les températures chaude et froide dudit échange thermique, une détente dudit second fluide (26-27) (126) à la pression moyenne dans une turbine (29).

25 2. - Procédé cryogénique de séparation selon la revendication 1, caractérisé en ce que le premier fluide est après détente introduit dans la zone de séparation (2) à moyenne pression.

3. - Procédé cryogénique de séparation d'air selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la pression élevée du premier
30 fluide (en 20) (120) est sensiblement supérieure à la haute pression d'oxygène (en 50) (en 150).

4. - Procédé cryogénique de séparation d'air selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la pression élevée du premier
35 fluide (en 20) est sensiblement inférieure à la haute pression de l'oxygène (en 50) (en 150).

1/2



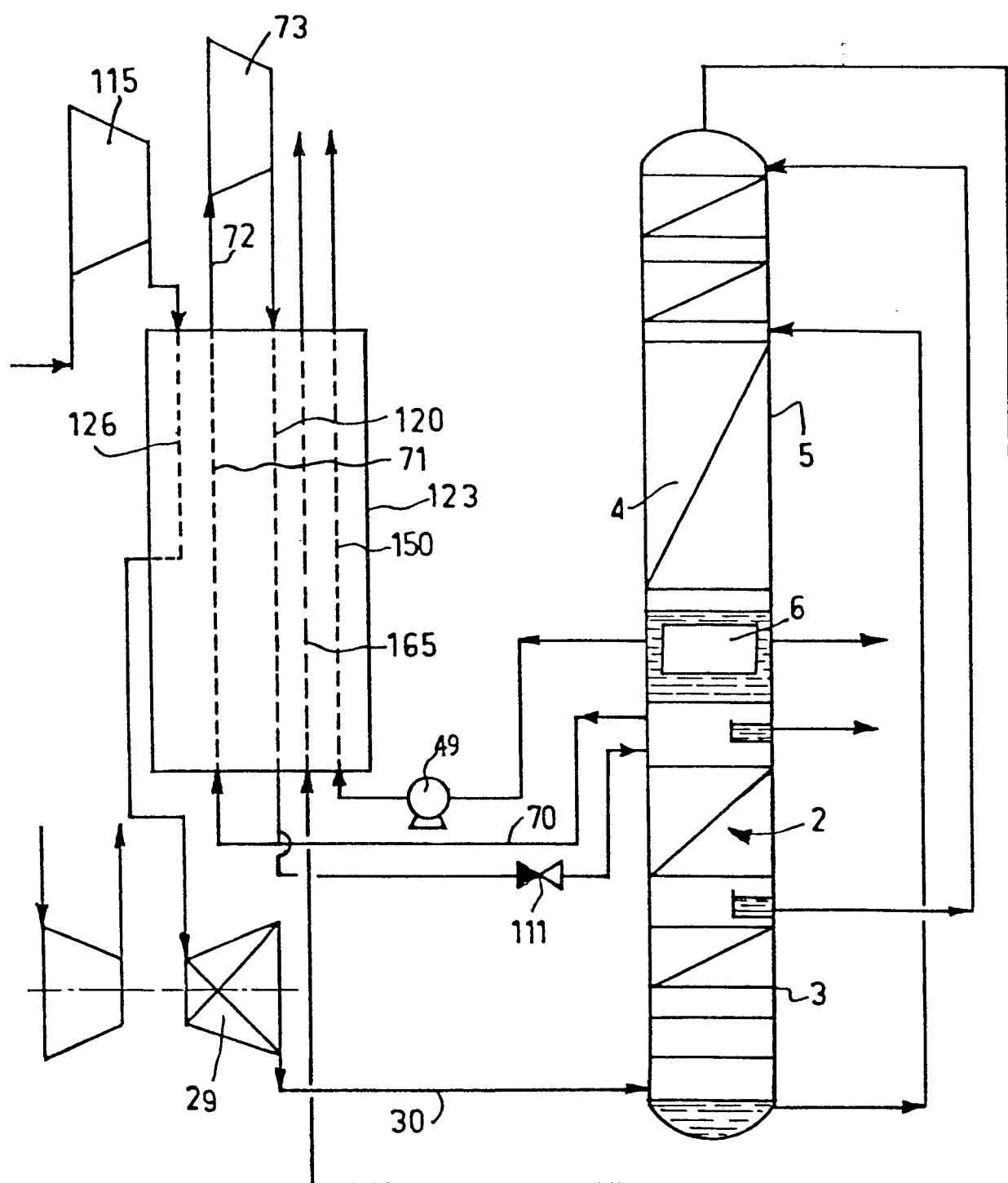


FIG.2

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 3)
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	
	<u>US - A - 3 214 925 (R. BECKER)</u> * Colonne 1, lignes 12-19; colonne 1, ligne 57 - colonne 3, ligne 69; figures 1,2 * -- <u>US - A - 3 648 471 (G.M. BASIN et al.)</u> * Résumé; colonne 1, lignes 4-8; colonne 1, ligne 58 - colonne 2, ligne 12; colonne 2, ligne 33 - colonne 3, ligne 35; figure 1 * --	1,2,3 1,2,4	F 25 J 3/04
A	<u>FR - A - 1 148 546 (L'AIR LIQUIDE)</u> * Page 1, colonne 1, alinéa 1; page 1, colonne 2, alinéa 6; page 2, colonne 1, alinéa 4 - colonne 2, résumé; figure * --		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 3) F 25 J 3/04
A	<u>FR - A - 2 320 513 (LINDE)</u> * Page 1, lignes 1-25; page 2, lignes 29-33; page 3, ligne 21 - page 4, ligne 23; figures 1,2 * --		CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X: particulièrement pertinent A: arrière-plan technologique O: divulgation non-écrite P: document intercalaire T: théorie ou principe à la base de l'invention E: demande faisant interférence D: document cité dans la demande L: document cité pour d'autres raisons
A	<u>FR - A - 1 250 454 (LINDE)</u>		
A	<u>FR - A - 1 433 585 (L'AIR LIQUIDE)</u>		
A	<u>FR - A - 1 479 127 (LINDE)</u>		
A	<u>US - A - 2 520 862 (J.S. SWEARINGEN)</u> ----		
☒ Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			&: membre de la même famille, document correspondant
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
La Haye		19-09-1980	SIEM