

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: **84401502.4**

(51) Int. Cl.⁴: **F 25 J 3/04**

(22) Date de dépôt: **17.07.84**

(30) Priorité: **05.08.83 FR 8312949**

(43) Date de publication de la demande:
10.04.85 Bulletin 85/15

(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)

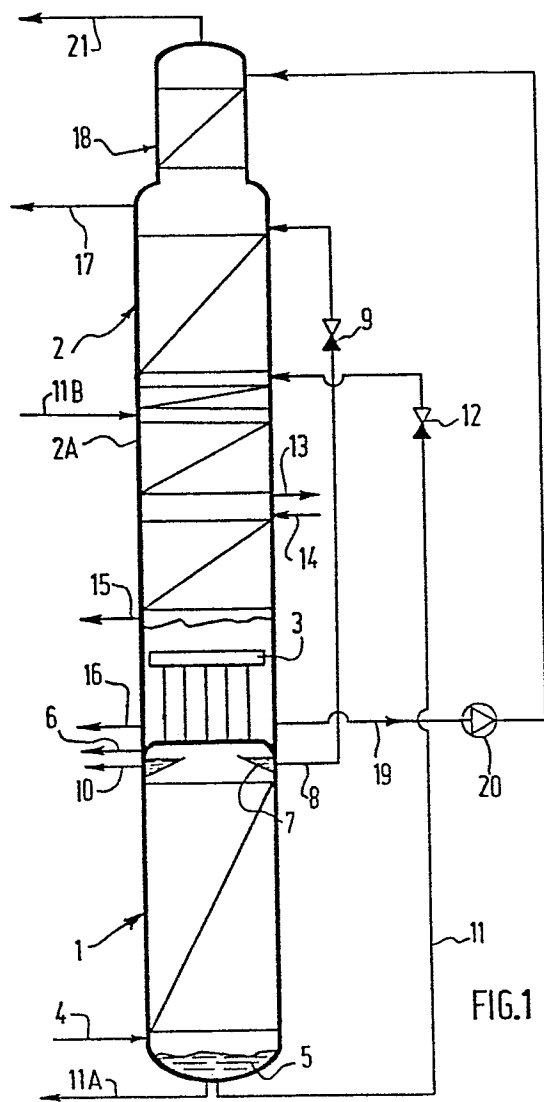
(72) Inventeur: **Grenier, Maurice**
3, rue Camille Tahan
F-75018 Paris(FR)

(72) Inventeur: **Lestrade, Michel**
23, rue des Petits Chastelets
F-94370 Sucy-en-Brie(FR)

(74) Mandataire: **Jacobson, Claude 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 07(FR)

(54) **Procédé et installation de distillation d'air au moyen d'une double colonne.**

(57) Pour améliorer la distillation dans la colonne basse pression (2) lorsque l'oxygène produit est excédentaire, on prévoit au sommet de cette colonne un tronçon additionnel (18) alimenté en haut par de l'oxygène liquide et en bas par de l'azote inpur. On peut ainsi augmenter le rendement d'extraction en argon de l'installation et/ou sa production d'oxygène liquide, d'azote liquide et/ou d'azote gazeux.



La présente invention est relative à la technique de distillation de l'air dans une double colonne de distillation.

Comme il est bien connu, les installations de distillation d'air à double colonne comprennent essentiellement une colonne de distillation moyenne pression fonctionnant sous environ 6 bars, une
5 colonne de distillation basse pression fonctionnant un peu au-dessus de la pression atmosphérique, et un condenseur-vaporiseur. L'air est envoyé, après épuration, en cuve de la colonne moyenne pression. Le "liquide riche" (air enrichi en oxygène) recueilli en cuve de la
10 colonne moyenne pression est envoyé en reflux en un point intermédiaire de la colonne basse pression, tandis que le "liquide pauvre", constitué presque entièrement d'azote, recueilli en tête de la colonne moyenne pression est envoyé en reflux en tête de la
15 colonne basse pression. Au-dessous de l'entrée du liquide riche, la colonne basse pression comporte souvent un "piquage argon" pour la production de ce gaz. La colonne basse pression est généralement munie en cuve de conduites de soutirage d'oxygène gazeux et d'oxygène
liquide, et la colonne moyenne pression est généralement munie en tête de conduites de soutirage d'azote gazeux et d'azote liquide. La
20 vapeur de tête de la colonne basse pression ("azote impur") est constituée d'azote contenant quelques % à quelques % d'oxygène et est généralement rejetée à l'atmosphère.

Dans les installations destinées essentiellement à produire de l'oxygène gazeux délivré directement à un utilisateur par
25 canalisation, il arrive que l'oxygène soit temporairement excédentaire. C'est le cas notamment pendant les périodes d'arrêt des usines de l'utilisateur. Avec les installations classiques de distillation, l'oxygène gazeux est alors mis à l'atmosphère, et l'énergie dépensée pour la séparation de cet oxygène est perdue.

30 L'invention a pour but de mettre à profit la baisse temporaire de la demande d'oxygène pour augmenter une ou plusieurs des autres productions de l'installation, c'est-à-dire une ou plusieurs des productions d'argon, d'oxygène liquide, d'azote liquide ou d'azote gazeux.

35 A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de distillation d'air au moyen d'une double colonne comprenant une première colonne de distillation, dite colonne moyenne pression,

fonctionnant sous une pression relativement élevée, et une deuxième colonne de distillation, dite colonne basse pression, fonctionnant sous une pression relativement basse, caractérisé en ce que : on envoie au sommet d'une colonne auxiliaire fonctionnant sensiblement à la pression de la colonne basse pression un liquide prélevé dans l'une des deux colonnes ; on envoie à la base de cette colonne auxiliaire un gaz moins riche en oxygène que ce liquide et prélevé dans la colonne basse pression ; et on envoie en reflux dans la colonne basse pression, sensiblement au niveau du prélèvement dudit gaz, le liquide recueilli à la base de la colonne auxiliaire. On entend par "colonne auxiliaire" une colonne ayant la structure d'une colonne de distillation, c'est-à-dire comportant un garnissage ou un certain nombre de plateaux du type de ceux utilisés en distillation.

L'invention a également pour objet une installation de distillation d'air à double colonne destinée à la mise en oeuvre d'un tel procédé. Cette installation, du type comprenant une première colonne de distillation, dite colonne moyenne pression, fonctionnant sous une pression relativement élevée, une deuxième colonne de distillation, dite colonne basse pression, fonctionnant sous une pression relativement basse, un échangeur de chaleur adapté pour vaporiser l'oxygène liquide recueilli en cuve de la colonne basse pression par échange de chaleur avec la vapeur de tête de la première colonne, et des moyens pour assurer un reflux dans la deuxième colonne, est caractérisée en ce que lesdits moyens comprennent une colonne auxiliaire fonctionnant sensiblement à la pression de la colonne basse pression, cette colonne auxiliaire étant alimentée en haut par un liquide prélevé dans l'une des deux colonnes et en bas par un gaz moins riche en oxygène que ce liquide et prélevé dans la colonne basse pression, et des moyens pour envoyer en reflux dans la cette colonne basse pression, sensiblement au niveau du prélèvement dudit gaz, le liquide recueilli à la base de la colonne auxiliaire.

On obtient l'efficacité maximale lorsque le liquide alimentant la colonne auxiliaire est l'oxygène liquide recueilli en cuve de la colonne basse pression et ledit gaz est la vapeur de tête de cette colonne basse pression.

Dans un mode de réalisation particulièrement simple de l'installation suivant l'invention, la colonne auxiliaire est constituée par un tronçon de colonne additionnel prévu au sommet de

la colonne basse pression.

Un exemple de réalisation de l'invention va maintenant être décrit en regard des dessins annexés, sur lesquels :

- la figure 1 représente schématiquement la double colonne d'une installation de distillation d'air conforme à l'invention ;
- la figure 2 est un schéma de principe de la double colonne d'une autre installation suivant l'invention ; et
- les figures 3 et 4 illustrent deux modes d'intégration du schéma de la figure 2.

La double colonne de distillation illustrée à la figure 1 comprend une colonne de distillation inférieure ou colonne moyenne pression 1, une colonne de distillation supérieure ou colonne basse pression 2, et, entre ces deux colonnes, un condenseur-vaporiseur 3. L'air à distiller, convenablement épuré, est injecté sous environ 6 bars par une conduite 4 en cuve de la colonne 1 pour donner naissance à un liquide de cuve 5 enrichi en oxygène, dit liquide riche, et à une vapeur de tête constituée presque uniquement d'azote.

Cette vapeur de tête peut être soutirée partiellement par une conduite 6 ; le reste est condensé dans le condenseur 3 et recueilli en tête de la colonne 1 dans une auge 7. Une partie de ce liquide, dit liquide pauvre, remonte par une conduite 8, est détendue à une pression légèrement supérieure à la pression atmosphérique dans une vanne 9 et est injectée sous forme liquide sensiblement au sommet de la colonne 2 pour s'écouler en reflux de cette colonne ; une autre partie du liquide pauvre peut être soutirée par une conduite 10, et le reste de ce liquide pauvre déborde de l'auge 7 et s'écoule en reflux dans la colonne 1.

Une partie du liquide riche remonte par une conduite 11, est détendue dans une vanne 12 équipant cette conduite et est injectée sous forme liquide dans la colonne 2 au-dessous du niveau d'injection du liquide pauvre. Le reste du liquide riche est envoyé par une conduite 11A dans le condenseur de tête d'une colonne non représentée de production d'argon, puis, après vaporisation dans ce condenseur, est renvoyé en 11B dans la colonne 2, quelques plateaux au-dessous du point où débouche la conduite 11.

La colonne 2 comporte encore, à un niveau inférieur à l'injection de liquide riche, deux conduites 13, 14 allant vers la

colonne de production d'argon et revenant de celle-ci, respectivement ; une conduite 15 de soutirage d'oxygène gazeux et une conduite 16 de soutirage d'oxygène liquide partent du bas de la colonne 2 ; un premier gaz résiduaire, constitué d'azote contenant
5 quelques % d'oxygène (azote impur), peut être évacué par une conduite 17 située sensiblement au même niveau que l'injection de liquide pauvre.

La colonne 2, que l'on peut considérer comme limitée supérieurement au niveau de la conduite 17, est prolongée vers le
10 haut par un tronçon de colonne additionnel 18 de plus petit diamètre qui communique par sa base avec la colonne 2 et qui comporte des plateaux ou un garnissage du même type que ceux utilisés en distillation et correspondant à un petit nombre de plateaux théoriques, par exemple à six plateaux théoriques. Une conduite 19
15 pourvue d'une pompe de relevage 20 part du bas de la colonne 2 et aboutit au sommet de ce tronçon 18. Le sommet du tronçon 18 est équipé d'une conduite 21 servant à l'évacuation de la vapeur de tête de ce tronçon, qui constitue un deuxième gaz résiduaire de l'installation.

20 En fonctionnement normal, la pompe 20 est à l'arrêt. Les débits voulus de gaz et de liquides sont soutirés par les conduites 6, 10, 15 et 16, et l'azote impur est évacué par la conduite 17 et/ou par la conduite 21, ce par un réglage approprié des vannes (non représentées) dont sont munies ces conduites. En tête de la colonne
25 2, le reflux est assuré uniquement par la remontée de liquide pauvre.

Il peut arriver que, pendant une période de temps limité, l'oxygène gazeux devienne excédentaire, par exemple du fait de l'arrêt temporaire d'une usine consommatrice directement reliée par une canalisation à la conduite 15. Dans ce cas, on met en marche la
30 pompe 20 de façon à remonter par la conduite 19 un débit d'oxygène liquide égal au débit d'oxygène excédentaire, on ferme de façon correspondante la vanne de la conduite 15, et l'on manoeuvre les vannes des conduites 17 et 21 de façon à faire passer un débit approprié d'azote impur à travers le tronçon 18.

35 Par conséquent, de l'oxygène liquide à environ -180°C est déversé sur le plateau supérieur du tronçon additionnel 18 et subit un échange à contre-courant avec l'azote impur arrivant à environ

-196°C au plateau inférieur de ce tronçon 18. Ceci conduit à l'évacuation d'azote chargé en oxygène par la conduite 21 à environ -190°C, et à la chute au-dessous du tronçon 18 d'un liquide à environ -196°C constitué d'azote contenant quelques % à quelques % d'oxygène. On peut aisément calculer le débit minimal d'azote impur permettant d'obtenir la teneur de ce liquide en oxygène qui convient pour que l'équilibre soit réalisé au niveau de l'injection de liquide pauvre.

Au total :

- 10 - en cuve de la colonne 2, on a remplacé un soutirage gazeux par un soutirage liquide, ce qui revient à augmenter le chauffage de cette colonne ;
- au niveau de l'injection de liquide pauvre, on a superposé à ce liquide un débit supplémentaire de liquide de reflux, de sorte que
15 les moyens assurant le reflux en tête de la colonne 2 sont constitués par la remontée de liquide pauvre et par le tronçon additionnel 18.

En d'autres termes, on a augmenté à la fois le reflux $R = L/V$ en tête de la colonne 2 et l'inverse de ce rapport en cuve de la même colonne. L'efficacité de la distillation dans la colonne 2
20 est donc améliorée, et l'on peut utiliser cette amélioration pour augmenter le rendement d'extraction en argon. Par exemple, ce rendement peut passer de 70 % à 88 % en recyclant 85 % de l'oxygène séparé par la conduite 19.

25 D'autre part, si l'on considère la section de la colonne 2 située au niveau de la conduite 17, c'est-à-dire juste au-dessous du tronçon additionnel 18, on constate que ce dernier a globalement pour effet de liquéfier à -196°C environ un débit d'azote impur égal au débit d'oxygène liquide recyclé, ce au moyen d'oxygène liquide à
30 environ -180°C. Ainsi, le tronçon 18 assure un transfert frigorifique du type pompe à chaleur, qui résulte de l'énergie libérée par mélange dans ce tronçon, dans des conditions proches de la réversibilité, de l'oxygène et de l'azote.

Ce transfert frigorifique peut aussi être utilisé pour
35 augmenter les autres productions de l'installation :

- On peut augmenter le soutirage d'azote gazeux en moyenne pression par la conduite 6. En effet, ceci diminue la quantité d'azote

condensée et donc le chauffage de l'oxygène liquide, ce qui a pour conséquence une diminution simultanée de la vaporisation en cuve de la colonne 2 et du reflux de liquide pauvre en tête de cette même colonne, mais ce phénomène défavorable peut être compensé par l'effet expliqué plus haut du tronçon 18 ;

- L'azote gazeux ainsi soutiré peut soit être utilisé en tant que tel, soit détendu, par exemple dans une turbine (non représentée) dont est pourvue l'installation, afin de produire du froid. Ce froid permet alors d'augmenter la production de liquide (azote ou oxygène) de l'installation ;
- L'augmentation de la production de liquide de l'installation peut être obtenue d'une autre manière, dans les installations à insufflation d'air dans la colonne basse pression, en augmentant le débit d'air turbiné, car, comme précédemment, la réduction consécutive du chauffage et du reflux de la colonne basse pression peut être compensée par l'effet du tronçon 18.

Bien entendu, dans les cas qui viennent d'être évoqués, le rendement d'extraction de l'argon est augmenté dans une moindre mesure, ou même est ramené à la valeur qu'il aurait en l'absence du tronçon 18.

La figure 2 montre comment le principe de l'invention peut s'appliquer à une installation du type dit "à minaret", c'est-à-dire dans laquelle on produit de l'azote pur en basse pression par distillation de l'azote impur de tête de la colonne basse pression. Sur cette figure, les diverses conduites de soutirage n'ont pas été représentées, dans un but de clarté, et les éléments correspondant à des éléments de la figure 1 ont été désignés par les mêmes références.

On retrouve ainsi les colonnes moyenne pression 1 et basse pression 2, le condenseur-vaporiseur 3, l'arrivée d'air 4, la remontée 11 pour le liquide riche 5, avec sa vanne de détente 12, les piquages argon 13 et 14, les conduites 11A et 11B associées au condenseur de tête de la colonne de production d'argon, et la conduite 17 d'échappement de l'azote impur.

La double colonne 1-2 est équipée d'une colonne supplémentaire 22, dite "minaret", de production d'azote pur sous basse pression. Cette colonne est alimentée en bas par de l'azote

impur, par une conduite 23, et en haut par le liquide pauvre 7 prélevé au sommet de la colonne 1, par une conduite 24 munie d'une vanne de détente 25. L'azote pur sort en tête de la colonne 22 par une conduite 26, et le liquide de cuve de cette colonne est envoyé en
5 reflux au sommet de la colonne 2 par une conduite 27. Par ailleurs, comme il est classique dans ce type d'installation, le reflux au sommet de la colonne 2 est également assuré par une remontée de "liquide pauvre inférieur" prélevé dans la colonne 1 plus bas que le liquide 7, par une conduite 28 munie d'une vanne de détente 29.

10 Le tronçon 18 de la figure 1 est remplacé par une colonne auxiliaire 18A alimentée en bas par de l'azote impur par une conduite 30 et en haut par de l'oxygène liquide prélevé en cuve de la colonne 2, par la conduite 19 équipée de sa pompe de relevage 20. Cette colonne 18A fonctionne de la même façon que le tronçon 18 de la
15 figure 1 ; le mélange gazeux d'azote et d'oxygène produit en tête est évacué par la conduite 21, et le liquide de cuve est envoyé en reflux au sommet de la colonne 2 par une conduite 31. On obtient ainsi, dans ce contexte, les mêmes avantages que dans le cas de la figure 1.

En pratique, on peut intégrer les quatre colonnes 1, 2, 18A
20 et 22 en les superposant. Ainsi, dans l'exemple de la figure 3, la colonne 18A a été disposée au sommet de la colonne 2, en constituant un tronçon 18 analogue à celui de la figure 1, tandis que la colonne 22, de plus petit diamètre que le tronçon 18, a été disposée au-dessus de ce dernier, sans communication avec lui. Il n'est pas
25 nécessaire de décrire en détail cet agencement, qui résulte clairement des explications qui précèdent. On notera seulement que, pour simplifier l'installation, les conduites 27 et 28 ont été réunies en 32 avant d'atteindre la colonne 2.

A la figure 4, la colonne 18A est intégrée sous la forme
30 d'un tronçon 18B dans la virole de la colonne 22, au sommet de celle-ci et sans communication avec cette colonne, laquelle communique directement par sa base avec le sommet de la colonne 2. A part le fait que c'est maintenant la colonne 22 et non plus la colonne 18A (c'est-à-dire le tronçon 18) qui est alimentée
35 directement en azote impur et que, par suite, c'est la conduite 31 et non plus la conduite 27 qui est réunie en 32 à la conduite 28, l'agencement et le fonctionnement sont tout-à-fait analogues à ceux

de la figure 3. A la figure 4, le diamètre du tronçon 18B est égal à celui du minaret 22 ; en variante, il pourrait lui être inférieur.

Bien entendu, dans certains cas, les colonnes 1, 2, 18A et 22 peuvent toutes avoir le même diamètre et, par conséquent, être
5 toutes intégrées dans une unique virole cylindrique.

REVENDICATIONS

1. - Procédé de distillation d'air au moyen d'une double colonne comprenant une première colonne de distillation (1), dite colonne moyenne pression, fonctionnant sous une pression relativement élevée, et une deuxième colonne de distillation (2), dite colonne
5 basse pression, fonctionnant sous une pression relativement basse, caractérisé en ce que : on envoie au sommet d'une colonne auxiliaire (18 ; 18A ; 18B) fonctionnant sensiblement à la pression de la colonne basse pression (2) un liquide prélevé dans l'une (2) des deux colonnes (1, 2) ; on envoie à la base de cette colonne
10 auxiliaire un gaz moins riche en oxygène que ce liquide et prélevé dans la colonne basse pression (2) ; et on envoie en reflux dans la colonne basse pression, sensiblement au niveau du prélèvement dudit gaz, le liquide recueilli à la base de la colonne auxiliaire.

2. - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce
15 qu'on prélève le liquide dans la colonne basse pression (2).

3. - Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le liquide prélevé dans la colonne basse pression est l'oxygène liquide recueilli en cuve de cette colonne.

4. - Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à
20 3, caractérisé en ce que ledit gaz est le gaz de tête de la colonne basse pression (2).

5. - Installation de distillation d'air à double colonne, du type comprenant une première colonne de distillation (1), dite colonne moyenne pression, fonctionnant sous une pression relativement
25 élevée, une deuxième colonne de distillation (2), dite colonne basse pression, fonctionnant sous une pression relativement basse, un échangeur de chaleur (3) adapté pour vaporiser l'oxygène liquide recueilli en cuve de la colonne basse pression par échange de chaleur avec la vapeur de tête de la première colonne, et des moyens (8, 11,
30 18 ; 18A, 22 ; 18B) pour assurer un reflux dans la deuxième colonne, caractérisée en ce que lesdits moyens comprennent une colonne auxiliaire (18 ; 18A ; 18B) fonctionnant sensiblement à la pression de la colonne basse pression (2), cette colonne auxiliaire étant alimentée en haut par un liquide prélevé dans l'une (2) des deux
35 colonnes et en bas par un gaz moins riche en oxygène que ce liquide et prélevé dans la colonne basse pression, et des moyens (31) pour

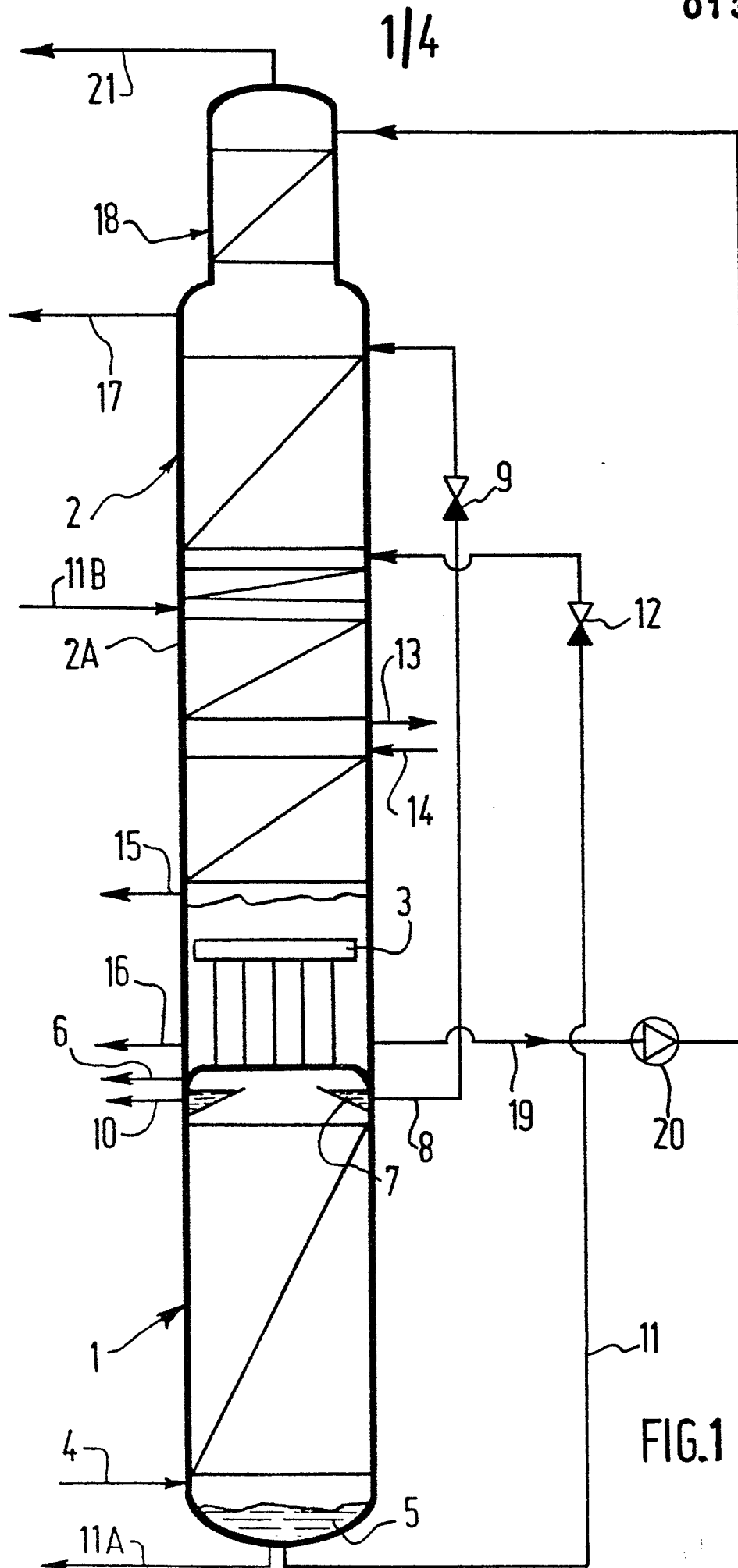
envoyer en reflux dans cette colonne basse pression, sensiblement au niveau du prélèvement dudit gaz, le liquide recueilli à la base de la colonne auxiliaire.

5 6. - Installation suivant la revendication 5, caractérisée en ce que le liquide alimentant la colonne auxiliaire (18 ; 18A ; 18B) est prélevé dans la colonne basse pression (2).

7. - Installation suivant la revendication 6, caractérisée en ce que le liquide alimentant la colonne auxiliaire (18 ; 18A ; 18B) est l'oxygène liquide recueilli en cuve de la colonne basse
10 pression (2).

8. - Installation suivant l'une quelconque des revendications 5 à 7, caractérisée en ce que ledit gaz est la vapeur de tête de la colonne basse pression (2).

9. - Installation suivant l'une quelconque des
15 revendications 5 à 8, caractérisée en ce que la colonne auxiliaire (18) est constituée par un tronçon de colonne additionnel prévu au sommet de la colonne basse pression (2).



2/4

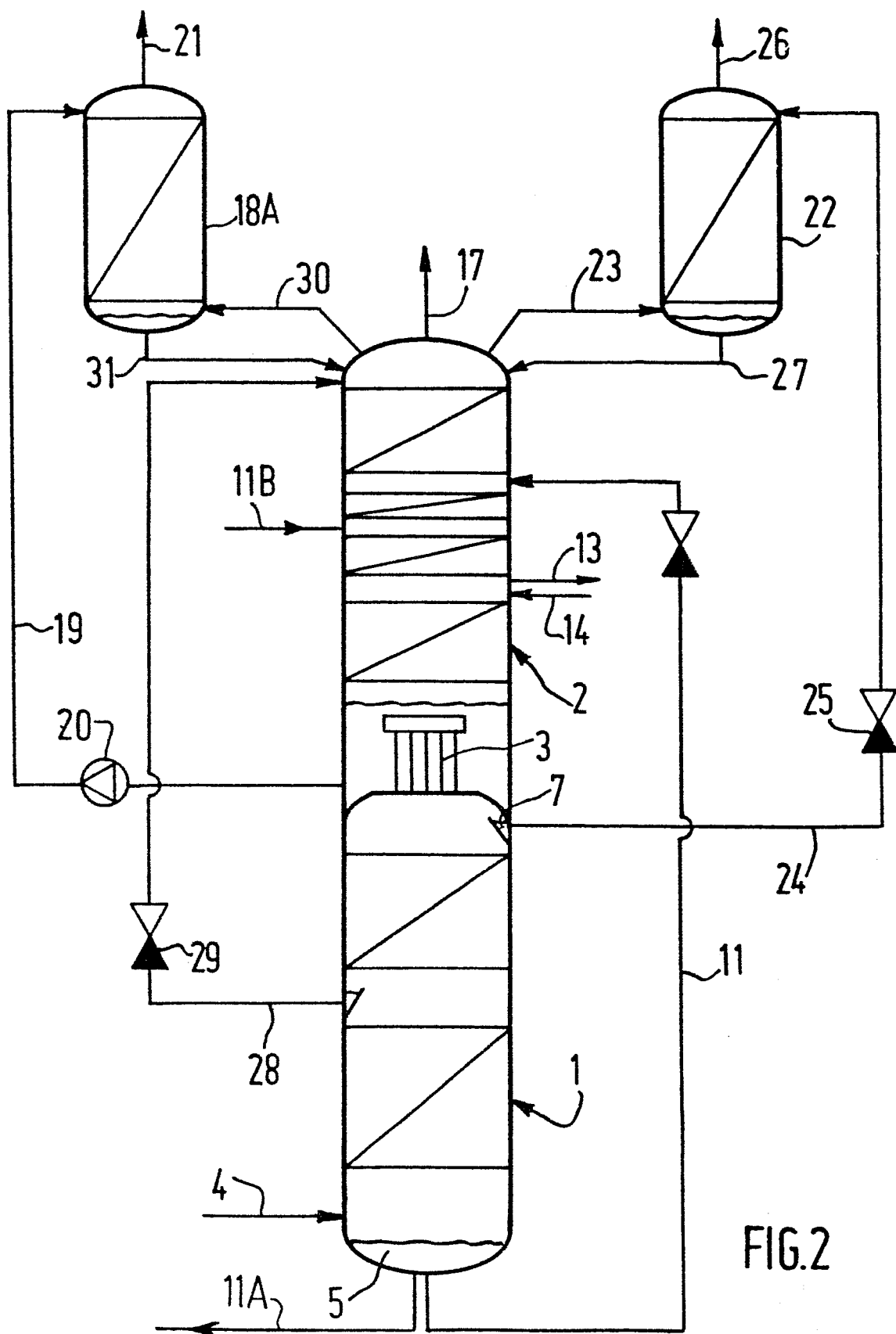
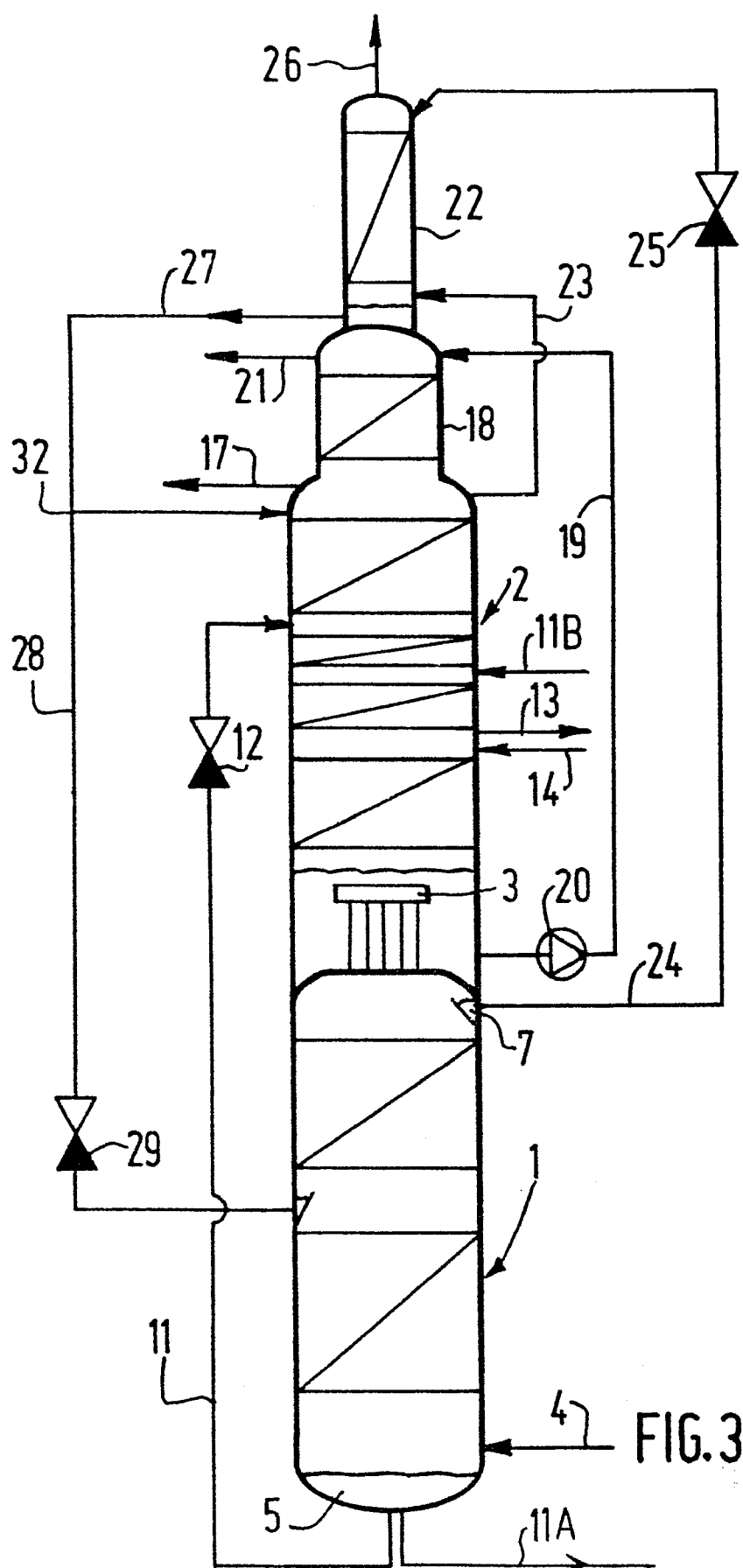


FIG. 2



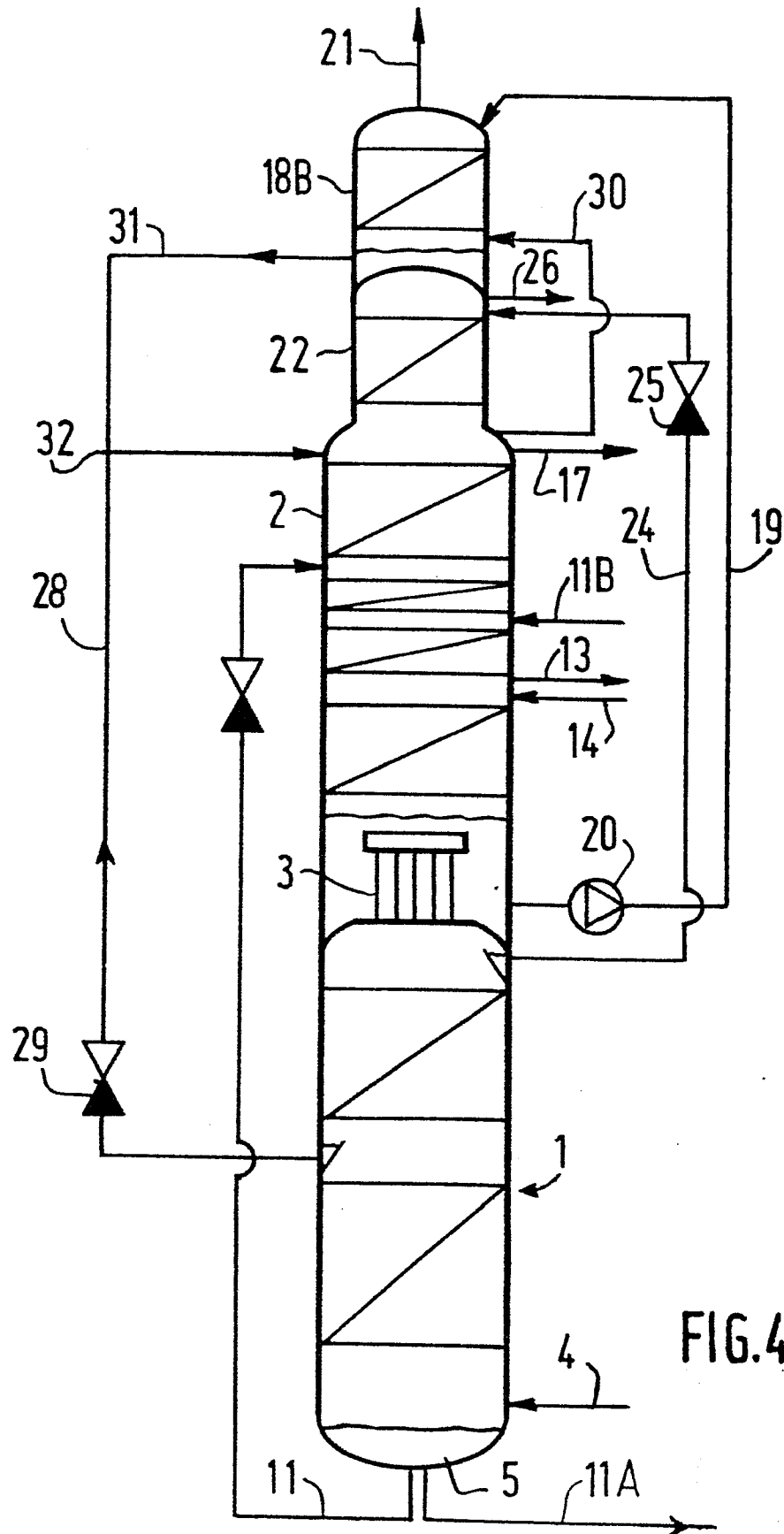


FIG. 4



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0136926

Numéro de la demande

EP 84 40 1502

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Categorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 4)
A	FR-A-2 320 512 (LINDE AG) * Figure 1; page 3, ligne 9 - page 4, ligne 4 *	1,4	F 25 J 3/04
A	US-A-4 222 756 (R.M. THOROGOOD) ----- -----		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 4)
			F 25 J 3/00
Le present rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 19-11-1984	Examineur BOGAERTS M.L.M.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	