



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(21) Numéro de dépôt : **92403330.1**

(51) Int. Cl.⁵ : **F25J 3/04**

(22) Date de dépôt : **09.12.92**

(30) Priorité : **18.12.91 FR 9115705**

(43) Date de publication de la demande :
23.06.93 Bulletin 93/25

(84) Etats contractants désignés :
BE DE ES FR GB IT 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 Cédex 07 (FR)

(72) Inventeur : **Girault, Jean-Louis**
16, quai de Rome
F-99131 Liège (BE)
Inventeur : **Mazieres, Philippe**
55, avenue des Bégonias
F-93370 Montfermeil (FR)
Inventeur : **Tranier, Jean-Pierre**
9, rue de l'Espérance
F-94800 Villejuif (FR)

(74) Mandataire : **Le Moenner, Gabriel et al**
L'AIR LIQUIDE, Société Anonyme pour l'étude et l'exploitation des procédés Georges Claude
75, Quai d'Orsay
F-75321 Paris Cédex 07 (FR)

(54) **Procédé et installation de production d'oxygène impur.**

(57) Suivant ce procédé :

— on fait fonctionner la colonne moyenne pression (2) sous une pression supérieure à 6 bars et de préférence au moins égale à 9 bars absolus environ ;

— on condense dans le condenseur de cuve (8) de la colonne basse pression (3) un premier gaz de vaporisation moins volatil que l'azote de tête de la colonne moyenne pression (2) ; et

— on condense de l'azote de tête de la colonne moyenne pression, que l'on envoie ensuite en reflux en tête de la colonne moyenne pression, à un niveau de la colonne basse pression (3) situé au-dessus dudit condenseur de cuve (8).

Application aux installations de distillation d'air à double colonne couplées à une turbine à gaz.

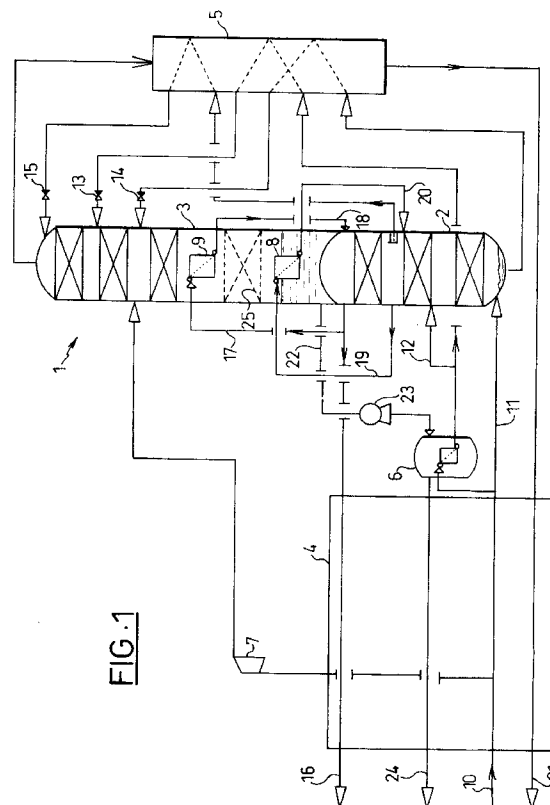


FIG. 1

La présente invention est relative à un procédé de production d'oxygène impur par distillation d'air dans une installation de distillation d'air à double colonne, la double colonne comprenant une colonne moyenne pression et une colonne basse pression.

Les applications concernées par l'invention sont celles qui consomment de grandes quantités d'oxygène impur. On citera les procédés de gazéification de charbon ou de résidus pétroliers, ainsi que les procédés de réduction-fusion directe du minerai de fer.

Il est connu que pour produire par distillation d'air de l'oxygène impur, c'est-à-dire ayant une pureté inférieure à 99,5% et généralement inférieure à 98%, il est possible de diminuer la dépense d'énergie en augmentant la pression de marche de la double colonne, à condition que l'on puisse valoriser l'énergie disponible dans la colonne basse pression sous forme de pression.

Un moyen connu de valoriser cette pression, décrit par exemple dans le US-A-4 224 045, consiste à combiner l'appareil de distillation d'air à une turbine à gaz : l'air à séparer est prélevé totalement ou partiellement au refoulement du compresseur de cette turbine, et le gaz résiduaire basse pression de l'appareil de distillation est renvoyé après compression à la turbine à gaz, l'oxygène impur et l'azote étant envoyés vers l'utilisation sous la pression de la colonne qui les produit.

De cette manière, la basse pression est entièrement valorisée, et l'on obtient une énergie de séparation réduite.

L'invention a pour but de réduire encore la dépense d'énergie nécessaire à la production de l'oxygène impur.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé caractérisé en ce que :

- on fait fonctionner la colonne moyenne pression sous une pression supérieure à 6 bars et de préférence au moins égale à 9 bars absolus environ;
- on condense dans le condenseur de cuve de la colonne basse pression un premier gaz de vaporisation moins volatil que l'azote de tête de la colonne moyenne pression; et
- on condense de l'azote de tête de la colonne moyenne pression, que l'on envoie ensuite en reflux en tête de la colonne moyenne pression, à un niveau de la colonne basse pression situé au-dessus dudit condenseur de cuve.

Suivant d'autres caractéristiques :

- ledit premier gaz de vaporisation est un gaz soutiré à un niveau intermédiaire de la colonne moyenne pression;
- ledit premier gaz de vaporisation est de l'air moyenne pression;
- ledit premier gaz de vaporisation est de l'azote à peu près pur ou impur comprimé à une pression supérieure à celle de la colonne moyenne

pression;

- on condense un deuxième gaz de vaporisation, plus volatil que ledit premier gaz de vaporisation mais moins volatil que l'azote de tête de la colonne moyenne pression, à un niveau intermédiaire entre ceux desdites condensations;
- on soutire l'oxygène impur sous forme liquide de la cuve de la colonne basse pression, on l'amène sous forme liquide à la pression de production désirée, et on le vaporise sous cette pression par condensation d'un troisième gaz de vaporisation;
- le troisième gaz de vaporisation est de l'azote à peu près pur ou impur produit par la double colonne et comprimé à une pression de vaporisation de l'oxygène impur sous la pression de production;
- le troisième gaz de vaporisation est de l'air alimentant la double colonne, comprimé à une pression de vaporisation de l'oxygène impur sous la pression de production.

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. Suivant l'invention, cette installation comprend des moyens pour fournir à la colonne moyenne pression de l'air à distiller sous au moins 9 bars absolus environ, et la colonne basse pression comprend au moins deux vaporiseurs-condenseurs superposés, dont un vaporiseur-condenseur de cuve, des moyens pour alimenter ce vaporiseur-condenseur de cuve avec un premier gaz de vaporisation moins volatil que l'azote de tête de la colonne moyenne pression, des moyens pour alimenter le deuxième vaporiseur-condenseur avec de l'azote de tête de la colonne moyenne pression, et des moyens pour envoyer l'azote ainsi condensé en reflux en tête de la colonne moyenne pression.

Suivant d'autres caractéristiques :

- au moins deux vaporiseurs-condenseurs de la colonne basse pression sont immédiatement superposés l'un à l'autre, sans moyens de distillation intermédiaires;
- l'installation comprend des moyens de soutirage d'oxygène impur sous forme liquide de la cuve de la colonne basse pression, des moyens de compression de cet oxygène impur liquide à une pression de production, ainsi qu'un cycle à azote de soutien de rectification comprenant des moyens pour comprimer, liquéfier, détendre et introduire dans la colonne moyenne pression une fraction de l'azote à peu près pur ou impur produit par la double colonne;
- lesdits moyens de compression sont adaptés pour comprimer ladite fraction d'azote à une pression de vaporisation de l'oxygène impur sous ladite pression de production.

Des exemples de mise en oeuvre de l'invention

vont maintenant être décrits en regard des dessins annexés, sur lesquels les Figures 1 à 4 représentent schématiquement quatre modes de réalisation de l'installation de distillation d'air conforme à l'invention.

L'installation représentée à la Figure 1 est destinée à produire de l'oxygène à une pureté de l'ordre de 85% sous une pression de l'ordre de 7,4 bars absolus. Elle comprend essentiellement une double colonne 1 de distillation d'air, constituée d'une colonne moyenne pression (ou "colonne MP") 2 fonctionnant sous 15,7 bars absolus et d'une colonne basse pression (ou "colonne BP") 3 fonctionnant sous 6,3 bars absolus, une ligne d'échange thermique principale 4, un sous-refroidisseur 5, un vaporiseur-condenseur auxiliaire 6 et une turbine 7 d'insufflation d'air dans la colonne basse pression. La colonne 3 est superposée à la colonne 2 et contient en cuve un vaporiseur-condenseur 8 et, au-dessus de celui-ci, un second vaporiseur-condenseur 9.

L'air à distiller arrive sous la moyenne pression via une conduite 10 et pénètre dans la ligne d'échange 4. La majeure partie de cet air est refroidie jusqu'au voisinage de son point de rosée et sort au bout froid de la ligne d'échange, le reste étant sorti de la ligne d'échange à une température intermédiaire, détendu à la basse pression dans la turbine 7 pour assurer le maintien en froid de l'installation, et insufflé à un niveau intermédiaire dans la colonne BP 3.

Une fraction de l'air entièrement refroidi est introduit, via une conduite 11, à la base de la colonne MP 2, et le reste est condensé dans le vaporiseur-condenseur 6; une partie du liquide obtenu est introduit via une conduite 12 en un point intermédiaire de la colonne 2, et le reste est, après sous-refroidissement en 5 et détente dans une vanne de détente 13, introduit en un point intermédiaire de la colonne BP 3.

Le "liquide riche" (air enrichi en oxygène) recueilli en cuve de la colonne MP est, après sous-refroidissement en 5 et détente dans une vanne de détente 14, introduit en un point intermédiaire de la colonne BP. De même, du "liquide pauvre" (azote impur) soutiré en un point intermédiaire de la colonne MP est, après sous-refroidissement en 5 et détente dans une vanne de détente 15, introduit au sommet de la colonne BP.

L'azote à peu près pur produit en tête de la colonne MP est pour partie évacué de l'installation en tant que produit, après réchauffement dans la ligne d'échange, via une conduite 16, et, pour le reste, envoyé sous forme gazeuse via une conduite 17, sous la moyenne pression, dans le vaporiseur-condenseur supérieur 9. Après condensation, cet azote est renvoyé en reflux en tête de la colonne MP via une conduite 18.

De plus, de l'azote impur gazeux, soutiré en un point intermédiaire de la colonne 2 et, dans cet exemple, au même niveau que le liquide pauvre, est en-

voyé via une conduite 19, sous la moyenne pression, dans le vaporiseur-condenseur inférieur 8. Le liquide ainsi obtenu est renvoyé en reflux dans la colonne MP, à peu près au même niveau, via une conduite 20.

Les courants de fluides sortant de la double colonne sont :

- au sommet de la colonne MP, de l'azote moyenne pression, dont il a été question plus haut;
- au sommet de la colonne BP, de l'azote impur, constituant le gaz résiduaire de l'installation. Cet azote impur, après réchauffement dans le sous-refroidisseur 5 et dans la ligne d'échange 4, est évacué via une conduite 21; et
- en cuve de la colonne BP, de l'oxygène impur liquide. Ce liquide est soutiré via une conduite 22, comprimé par une pompe 23 à la pression de production (7,4 bars absolus dans cet exemple), puis vaporisé dans le vaporiseur-condenseur 6 en condensant la fraction d'air moyenne pression qui traverse ce dernier, puis réchauffé sous forme gazeuse dans la ligne d'échange et évacué de l'installation via une conduite de production 24.

En variante, la pompe 23 pourrait être supprimée, l'oxygène impur étant alors vaporisé en 6 sous la basse pression.

La description ci-dessus montre que, pour un écart de température donné dans le vaporiseur-condenseur 8, la température du liquide de cuve de la colonne BP est déterminée par celle du gaz condensé dans ce vaporiseur-condenseur. Comme il s'agit d'un gaz intermédiaire de la colonne MP, plus chaud que l'azote de tête de cette colonne, la température du liquide de cuve, qui est l'oxygène impur, est relativement élevée. Par suite, pour une pureté désirée de cet oxygène impur, la pression de la colonne BP, c'est-à-dire la basse pression, peut être augmentée. Finalement, on obtient de l'oxygène impur et de l'azote impur sous une pression accrue, ce qui permet de réaliser des économies sur leur valorisation, par exemple sur l'énergie nécessaire pour comprimer l'azote impur à la pression voulue dans une turbine à gaz (non représentée) couplée à l'installation, par exemple de la manière décrite dans le US-A-4 224 045 précité.

Dans ce contexte, le vaporiseur-condenseur supérieur 9 sert à fournir le reflux nécessaire en tête de la colonne MP.

Si les températures des deux gaz alimentant les deux vaporiseurs-condenseurs sont nettement différentes l'une de l'autre, il est nécessaire de prévoir un certain nombre de plateaux de distillation 25 entre ces vaporiseurs-condenseurs. Dans le cas contraire, ces plateaux peuvent être supprimés, ce qui simplifie la constructions de la colonne BP, les deux vaporiseurs-condenseurs pouvant même être intégrés en un seul échangeur de chaleur. C'est pourquoi les pla-

teaux 25 ont été représentés en trait interrompu.

L'installation représentée à la Figure 2 ne diffère de la Figure 1 que par les points suivants.

L'oxygène impur est soutiré sous forme gazeuse de la colonne BP 3, et est simplement réchauffé dans la ligne d'échange 4 avant son évacuation via la conduite 24. Ceci est particulièrement intéressant lorsque l'oxygène impur est désiré sous la basse pression. En conséquence, le vaporiseur-condenseur 6 est supprimé.

De plus, une fraction de l'air moyenne pression refroidi au voisinage de son point de rosée est envoyée, via une conduite 26, dans le vaporiseur-condenseur inférieur 8 à la place du gaz intermédiaire de la Figure 1. Ce gaz intermédiaire, quant à lui, alimente un vaporiseur-condenseur intermédiaire 27 situé entre les vaporiseurs-condenseurs inférieur 8 et supérieur 9. Comme précédemment, il peut y avoir ou non des plateaux entre les paires de vaporiseurs-condenseurs. L'air liquéfié issu du vaporiseur-condenseur 8 est envoyé pour partie, via une conduite 28, dans la colonne MP et pour partie, après sous-refroidissement en 5 et détente dans la vanne de détente 13, dans la colonne BP.

Par rapport à la solution de la Figure 1, on obtient une température plus élevée en cuve de la colonne BP, ce qui est favorable à l'augmentation de la basse pression. En revanche, on doit vaporiser un liquide plus riche en oxygène que l'oxygène impur à produire, ce qui tend à réduire la basse pression.

Ce dernier inconvénient est supprimé dans l'installation de la Figure 3, qui permet de produire l'oxygène impur sous une pression élevée, et qui diffère de la précédente par les points suivants.

D'une part, l'oxygène impur est soutiré sous forme liquide de la cuve de la colonne BP, puis est amené par une pompe 23 à la pression de production désirée, puis vaporisé et réchauffé sous cette pression dans la ligne d'échange 4 avant d'être évacué de l'installation via la conduite 24.

D'autre part, pour compenser la perte de reflux dans la colonne MP résultant du soutirage d'oxygène liquide en cuve de la colonne BP, il est prévu un cycle azote, dit cycle de soutien de rectification, qui est utilisé en même temps pour assurer la vaporisation de l'oxygène impur : une partie de l'azote produit en tête de la colonne 3 (laquelle, dans ce cas, possède en tête un "minaret" 30 qui est alimenté à son sommet par de l'azote liquide pur provenant du vaporiseur-condenseur supérieur 9 et qui, par suite, produit de l'azote pur sous la basse pression) est, après réchauffement dans la ligne d'échange, comprimée par un compresseur 31 à la moyenne pression. Cet azote moyenne pression, réuni à un courant d'azote moyenne pression prélevé sur la conduite 16, est comprimé de nouveau par un compresseur 33 à une pression de vaporisation de l'oxygène impur comprimé par la pompe 23, liquéfié dans la ligne d'échange, puis,

après détente dans une vanne de détente 34, introduit en reflux en tête de la colonne MP.

L'installation de la Figure 4 comporte également une colonne BP 3 à minaret 30. Toutefois, contrairement au cas précédent, c'est de l'air haute pression, surpressé à une pression de vaporisation de l'oxygène impur par un surpresseur 35, qui assure la vaporisation de l'oxygène impur dans la ligne d'échange 4. Dans cet exemple, cet air est, après liquéfaction et détente dans une vanne de détente 36 et dans la vanne de détente 13, réparti entre les deux colonnes 2 et 3. par conséquent, le compresseur 33 et la vanne de détente 34 de la Figure 3 sont supprimés.

De plus, l'azote issu du compresseur 31, comprimé à une pression supérieure à la moyenne pression, alimente sous forme gazeuse, après refroidissement dans la ligne d'échange, le vaporiseur-condenseur inférieur 8, et l'azote liquide résultant est, après détente dans une vanne de détente 37, réuni à l'azote liquide moyenne pression issu du vaporiseur-condenseur supérieur 9. Ceci présente l'avantage de permettre un réglage de la température de cuve de la colonne BP, et donc de la pression de cette colonne, par réglage de la pression de l'azote alimentant le vaporiseur-condenseur 8. Cette pression d'azote peut être choisie entre la moyenne pression et la pression pour laquelle l'azote se condense au bout froid de la ligne d'échange.

Revendications

1 - Procédé de production d'oxygène impur par distillation d'air dans une installation de distillation d'air à double colonne (1), la double colonne comprenant une colonne moyenne pression (2) et une colonne basse pression (3), caractérisé en ce que :

- on fait fonctionner la colonne moyenne pression (2) sous une pression supérieure à 6 bars et de préférence au moins égale à 9 bars absolus environ;
- on condense dans le condenseur de cuve (8) de la colonne basse pression (3) un premier gaz de vaporisation moins volatil que l'azote de tête de la colonne moyenne pression (2); et
- on condense de l'azote de tête de la colonne moyenne pression, que l'on envoie ensuite en reflux en tête de la colonne moyenne pression, à un niveau de la colonne basse pression (3) situé au-dessus dudit condenseur de cuve (8).

2 - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ledit premier gaz de vaporisation est un gaz soutiré à un niveau intermédiaire de la colonne moyenne pression (2).

3 - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ledit premier gaz de vaporisation est de l'air moyenne pression.

4 - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé

sé en ce que ledit premier gaz de vaporisation est de l'azote à peu près pur ou impur comprimé à une pression supérieure à celle de la colonne moyenne pression (2).

5 - Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'on condense un deuxième gaz de vaporisation, plus volatil que ledit premier gaz de vaporisation mais moins volatil que l'azote de tête de la colonne moyenne pression (2), à un niveau intermédiaire entre ceux desdites condensations.

6 - Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'on soutire l'oxygène impur sous forme liquide de la cuve de la colonne basse pression (3), on l'amène sous forme liquide à la pression de production désirée, et on le vaporise sous cette pression par condensation d'un troisième gaz de vaporisation.

7 - Procédé suivant la revendication 6, caractérisé en ce que le troisième gaz de vaporisation est de l'azote à peu près pur ou impur produit par la double colonne et comprimé (en 33) à une pression de vaporisation de l'oxygène impur sous la pression de production.

8 - Procédé suivant la revendication 6, caractérisé en ce que le troisième gaz de vaporisation est de l'air alimentant la double colonne (1), comprimé (en 35) à une pression de vaporisation de l'oxygène impur sous la pression de production.

9 - Installation de distillation d'air à double colonne (1), la double colonne comprenant une colonne moyenne pression (2) et une colonne basse pression (3), caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens (10) pour fournir à la colonne moyenne pression (2) de l'air à distiller sous au moins 9 bars absolus environ, et en ce que la colonne basse pression (3) comprend au moins deux vaporiseurs-condenseurs superposés (8, 9; 8, 9, 27), dont un vaporiseur-condenseur (2) de cuve (8), des moyens pour alimenter ce vaporiseur-condenseur de cuve (8) avec un premier gaz de vaporisation moins volatil que l'azote de tête de la colonne moyenne pression (2), des moyens pour alimenter le deuxième vaporiseur-condenseur (9) avec de l'azote de tête de la colonne moyenne pression, et des moyens (18) pour envoyer l'azote ainsi condensé en reflux en tête de la colonne moyenne pression.

10 - Installation suivant la revendication 9, caractérisée en ce que la colonne basse pression (3) comprend deux vaporiseurs-condenseurs (9, 27) au-dessus du vaporiseur-condenseur de cuve (8), dont un vaporiseur-condenseur (9) alimenté avec ledit azote de tête et un vaporiseur-condenseur intermédiaire (27) alimenté avec un gaz moins volatil que cet azote de tête et plus volatil que ledit premier gaz de vaporisation.

11 - Installation suivant la revendication 9 ou 10, caractérisée en ce qu'au moins deux vaporiseurs-

condenseurs (8, 9; 9, 27) de la colonne basse pression (3) sont immédiatement superposés l'un à l'autre, sans moyens de distillation intermédiaires (25).

12 - Installation suivant l'une quelconque des revendications 9 à 11, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens (22) de soutirage d'oxygène impur sous forme liquide de la cuve de la colonne basse pression (3), des moyens (23) de compression de cet oxygène impur liquide à une pression de production, ainsi qu'un cycle à azote de soutien de rectification comprenant des moyens (33, 34) pour comprimer, liquéfier, détendre et introduire dans la colonne moyenne pression (2) une fraction de l'azote à peu près pur ou impur produit par la double colonne (1).

13 - Installation suivant la revendication 12, caractérisée en ce que lesdits moyens de compression (33) sont adaptés pour comprimer ladite fraction d'azote à une pression de vaporisation de l'oxygène impur sous ladite pression de production.

14 - Installation suivant l'une quelconque des revendications 9 à 13, caractérisée en ce qu'elle comprend un surpresseur d'air (35) adapté pour amener une fraction de l'air à distiller à une pression de vaporisation de l'oxygène impur sous ladite pression de production.

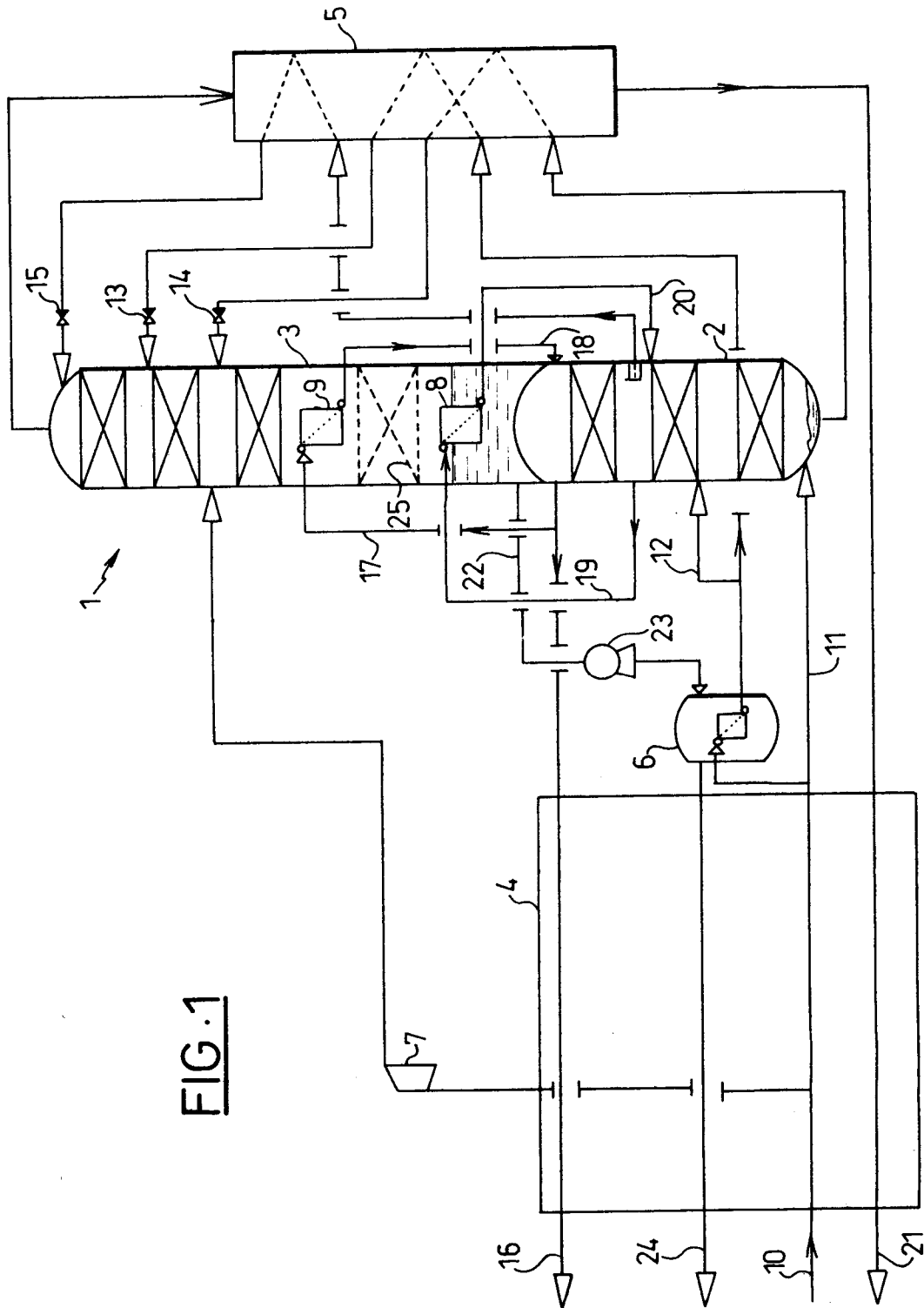


FIG. 1

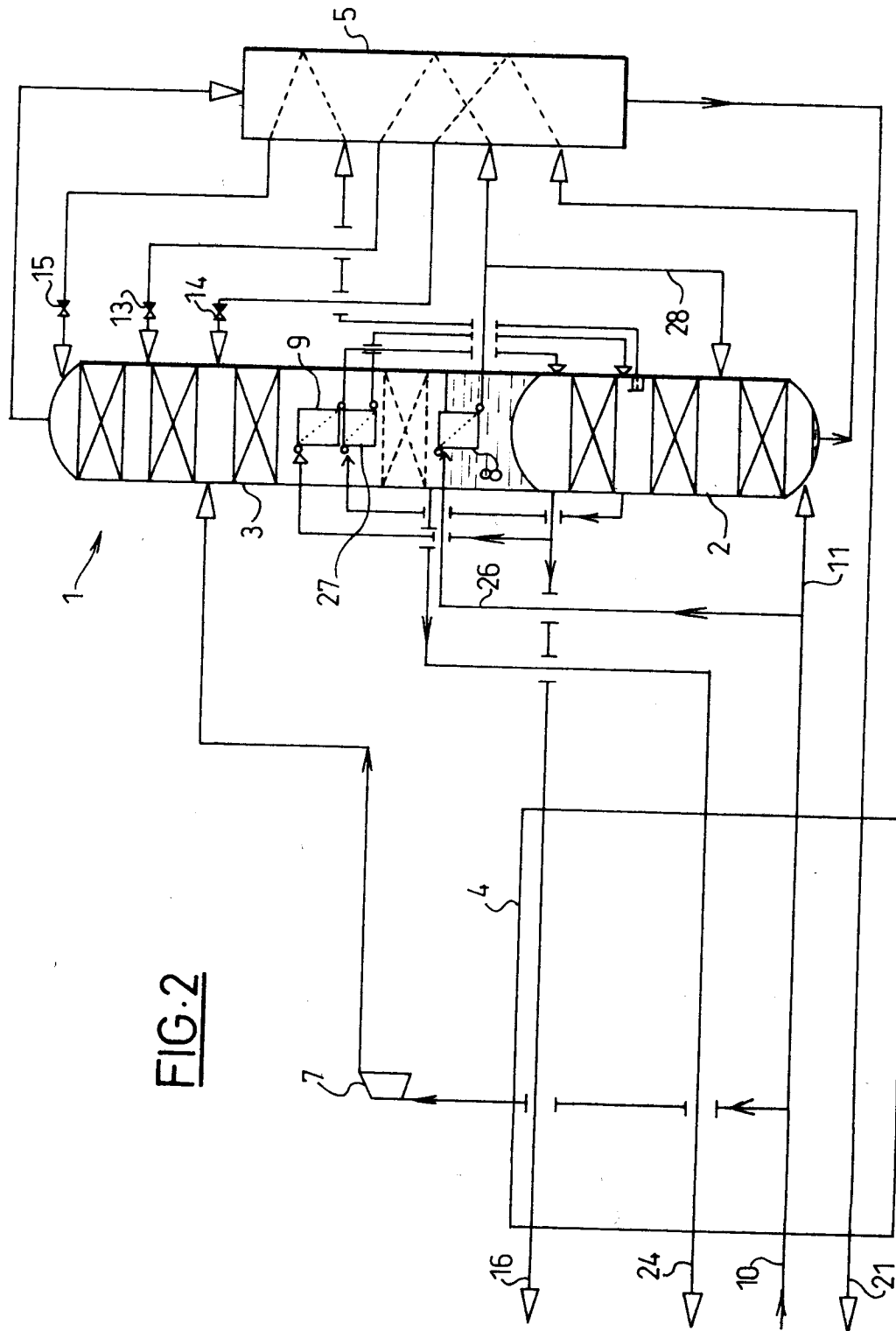


FIG. 2

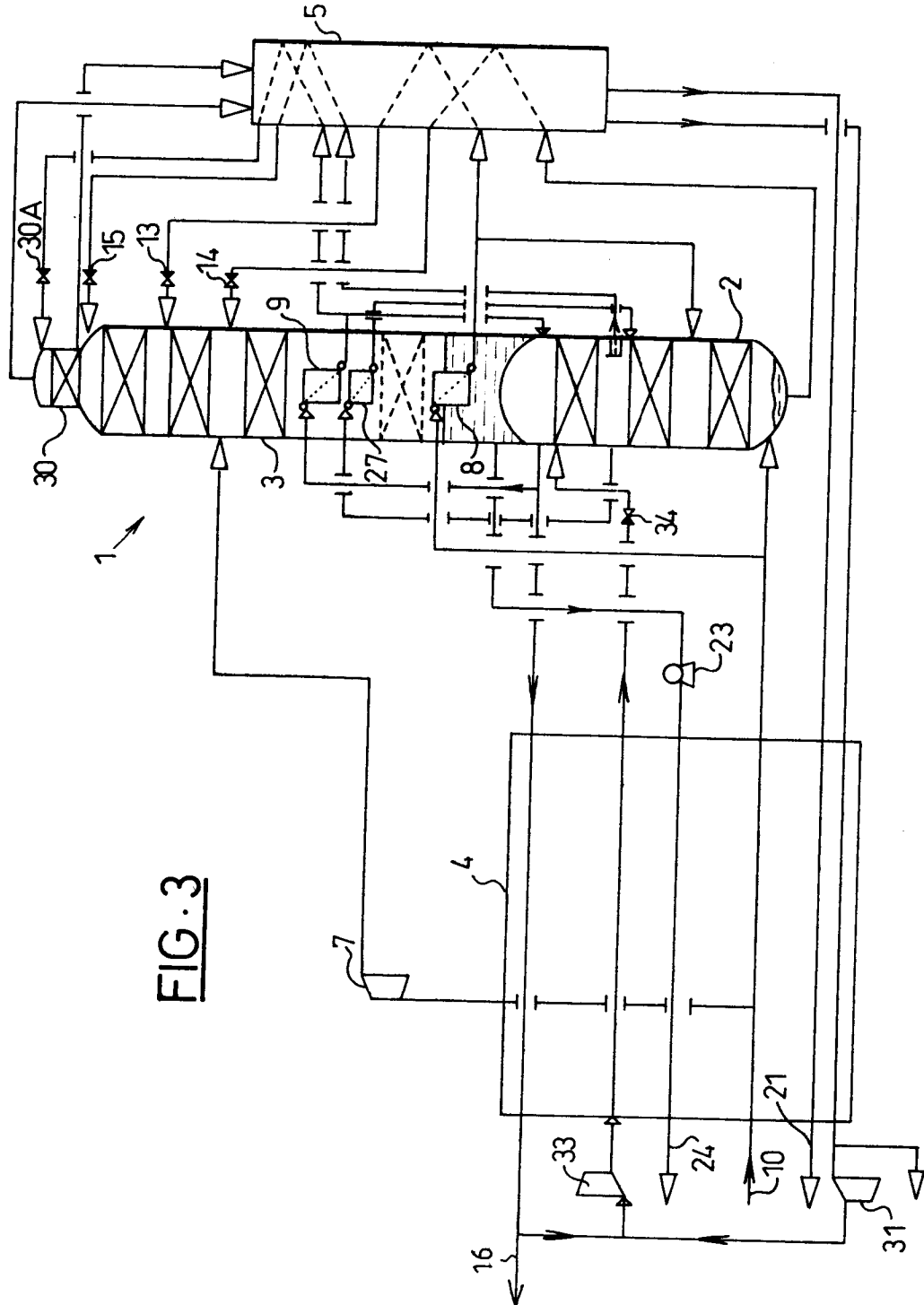


FIG. 3

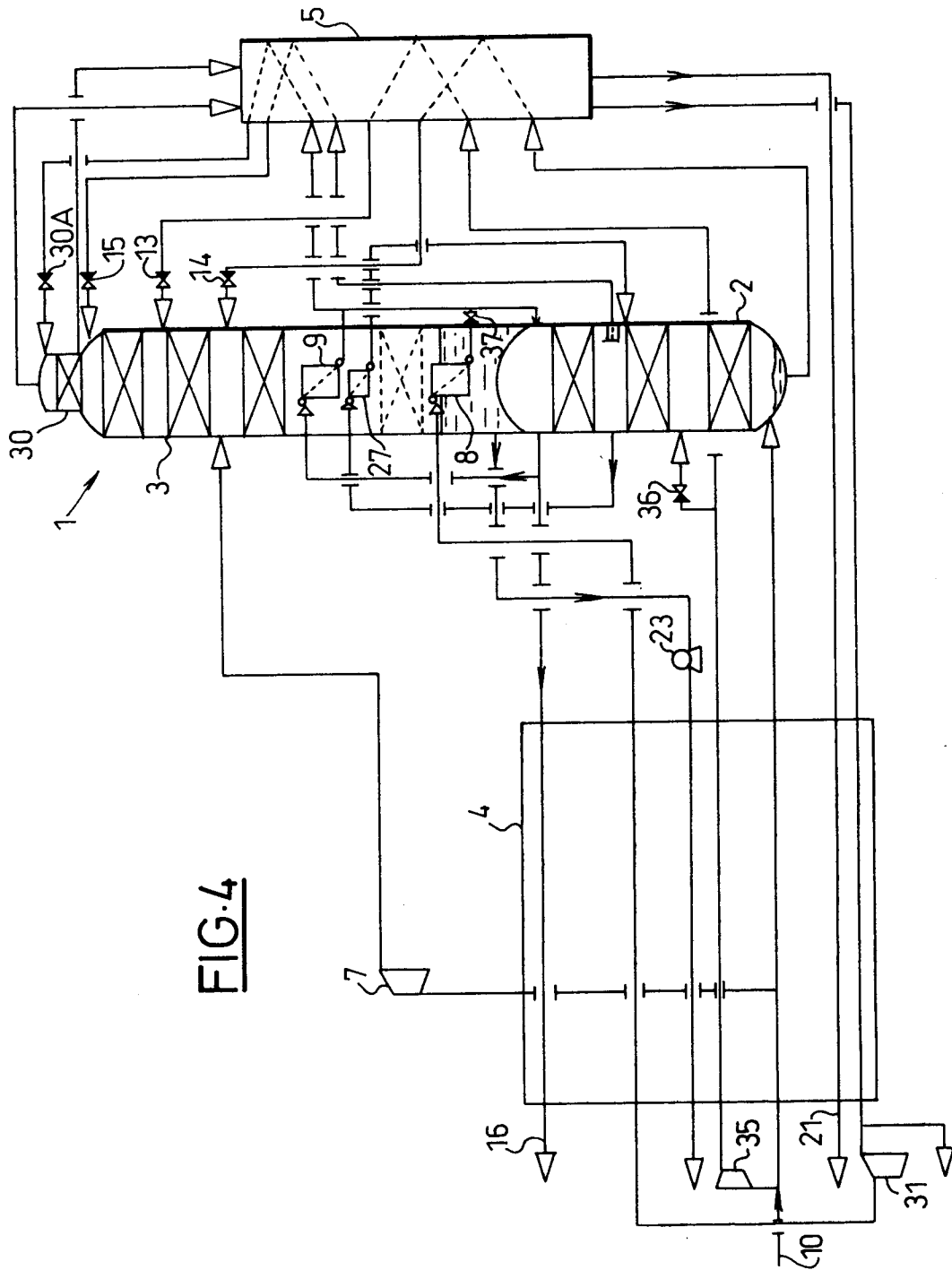


FIG. 4



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 92 40 3330

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
A	US-A-4 448 595 (UNION CARBIDE CORPORATION) * abrégé * * figure 1 * * colonne 4, ligne 11 - colonne 5, ligne 51 *	1,3,9	F25J3/04
A	US-A-5 069 699 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS) * abrégé * * figure 4 * * colonne 9, ligne 64 - colonne 10, ligne 24 * * colonne 10, ligne 44 - colonne 11, ligne 2 *	1,3,9-11,14	
A	US-A-4 704 147 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS) * abrégé * * figure * * colonne 2, ligne 63 - colonne 4, ligne 12 *	1,6,8,9,12	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			F25J
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 25 MARS 1993	Examineur SIEM T.D.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		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	
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			

EPO FORM 1503 03.82 (P0402)