

⑤¹ Int. Cl.⁵: **F25J 3/04**, **F17C 6/00**

(72) Inventeur : Darredeau, Bernard
14 rue des Pavillons
F-78500 Sartrouville (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)

(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)

57) Un faible débit d'un gaz d'allègement est injecté dans une conduite (6, 9, 11, 12) de remontée de liquide, en aval de la vanne de détente (7, 10, 13) équipant cette conduite.

Application aux doubles colonnes de distillation d'air du type à garnissages.



La présente invention est relative à un procédé de transfert d'un liquide, via une conduite montante équipée d'une vanne de détente, d'une première colonne de distillation fonctionnant à une première pression, typiquement relativement élevée, à un équipement, notamment à une seconde colonne de distillation, fonctionnant à une deuxième pression, typiquement relativement basse, inférieure à la première pression.

Elle s'applique en particulier à la remontée de liquides à partir de la colonne moyenne pression d'une double colonne de distillation d'air, en direction de la colonne basse pression, surmontant cette colonne moyenne pression, de la double colonne, et/ou du condenseur de tête d'une colonne de séparation oxygène/argon couplée à la colonne basse pression.

Les appareils de séparation des gaz de l'air par distillation cryogénique utilisent le plus souvent le schéma classique de la double colonne. Les liquides produits en cuve (liquide riche en oxygène), en partie intermédiaire (liquide pauvre) et au sommet (azote liquide) de la colonne moyenne pression (ou colonne MP), sont envoyés en un point intermédiaire ou au sommet de la colonne basse pression (ou colonne BP). Le plus souvent, pour des raisons économiques, la colonne basse pression est placée au-dessus de la colonne moyenne pression. Il faut donc envoyer des liquides en un point situé plus haut que le point où ils sont prélevés. De façon classique, la différence de pression entre la colonne moyenne pression et la colonne basse pression est supérieure à la pression hydrostatique de la colonne de liquide comprise entre le point de prélèvement dans la colonne MP et le point d'arrivée de la colonne BP.

L'évolution récente de la technologie des colonnes de distillation d'air a vu apparaître d'une part des colonnes à garnissages, à faible perte de charge, d'autre part, des vaporiseurs-condenseurs à faible écart de température entre les deux fluides mis en relation d'échange thermique (azote gazeux et oxygène liquide). Ces deux perfectionnements vont dans le sens d'une réduction de la pression de marche de la colonne moyenne pression, en vue de réduire la dépense d'énergie, et également d'une augmentation de la hauteur des colonnes, l'optimum économique se déplaçant vers une distillation plus poussée.

En revanche, une conséquence défavorable de cette évolution réside dans une difficulté accrue de remonter les liquides par simple effet hydrostatique. En effet, dans certains cas, la pression disponible dans la colonne MP n'est plus suffisante pour faire remonter les liquides vers la colonne BP, particulièrement quand l'appareil doit pouvoir fonctionner également en marche réduite, c'est-à-dire avec une pression de la colonne MP plus basse qu'au régime nominal.

L'état de l'art permet de résoudre ce problème en utilisant des pompes qui refoulent les liquides à des pressions suffisantes. Les inconvénients en sont évi-

dents : coût énergétique, coût d'investissement, fiabilité dégradée de l'appareil, plus grande complexité d'exploitation, etc.

L'invention a pour but de permettre, de façon simple et efficace, un transfert sûr des liquides, sans utilisation d'une pompe.

A cet effet, le procédé suivant l'invention est caractérisé en ce qu'on injecte dans la conduite montante, en aval de la vanne de détente, un gaz d'allègement disponible à une pression supérieure à la pression créée par une colonne dudit liquide entre le point d'injection du gaz et le point d'introduction du liquide dans ledit équipement.

Suivant d'autres caractéristiques :

- le gaz d'allègement est disponible à la pression de ladite première colonne de distillation et est injecté dans le liquide dans la colonne montante, au-dessus du point de soutirage de ce liquide ;
- on utilise comme gaz d'allègement un gaz soutiré en un point de la première colonne et choisi de façon à ne pas modifier substantiellement la composition du liquide transféré ;
- pour le transfert du liquide de la cuve de la colonne moyenne pression d'une double colonne de distillation d'air à un point intermédiaire de la colonne basse pression, surmontant cette colonne moyenne pression, de la double colonne, et/ou au condenseur de tête d'une colonne de séparation oxygène/argon couplée à la colonne basse pression, on utilise un faible débit d'air entrant comme gaz d'allègement.

Suivant un second aspect, l'invention a pour objet un procédé de transfert d'un liquide, via une conduite montante équipée d'une vanne de détente, d'une première colonne de distillation fonctionnant à une première pression à un équipement, notamment une seconde colonne de distillation, fonctionnant à une deuxième pression, inférieure à la première pression, caractérisé en ce qu'on sous-refroidit le liquide avant sa détente, à l'exception d'une fraction minoritaire de ce liquide, de manière à produire une quantité contrôlée de gaz de flash servant de gaz d'allègement du liquide.

L'invention a également pour objet une installation de distillation destinée à la mise en oeuvre d'un tel procédé. Suivant un premier aspect, cette installation, du type comprenant une première colonne de distillation fonctionnant à une première pression, un équipement, notamment une seconde colonne de distillation, fonctionnant à une deuxième pression, inférieure à la première pression, et une conduite montante équipée d'une vanne de détente et reliant un point de soutirage de liquide de la première colonne à un point d'introduction de liquide dans ledit équipement, est caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens d'injection dans la conduite montante, en aval de la vanne de détente, d'un gaz d'allègement disponible à

une pression supérieure à la pression créée par une colonne dudit liquide entre le point d'injection du gaz et le point d'introduction du liquide dans ledit équipement.

Suivant un second aspect, l'installation suivant l'invention, du type comprenant une première colonne de distillation fonctionnant à une pression relativement élevée, un équipement, notamment une seconde colonne de distillation, fonctionnant à une pression relativement basse, et une conduite montante équipée d'une vanne de détente et reliant un point de soutirage de liquide de la première colonne à un point d'introduction de liquide dudit équipement, est caractérisée en ce que la conduite montante traverse un sous-refroidisseur en amont de la vanne de détente et est pourvue d'un bypass de ce sous-refroidisseur.

Des exemples de mise en oeuvre de l'invention vont maintenant être décrits en regard du dessin annexé, sur lequel :

- la figure 1 représente schématiquement une installation de distillation d'air conforme à l'invention ; et
- les figures 2 et 3 illustrent deux variantes de l'invention.

L'installation de distillation d'air représentée à la figure 1 comprend essentiellement une double colonne de distillation 1. Celle-ci comprend une colonne moyenne pression 2 surmontée d'une colonne basse pression 3. Un vaporiseur-condenseur 4 met en relation d'échange thermique la vapeur de tête de la colonne 2, constituée d'azote pratiquement pur, et le liquide de cuve de la colonne 3, constitué d'oxygène à une pureté déterminée.

En fonctionnement, de l'air à une pression typiquement de 5×10^5 à 6×10^5 Pa est introduit en cuve de la colonne 2 via une conduite d'alimentation 5. Du "liquide riche" (air enrichi en oxygène) est soutiré en cuve de cette colonne 2 via une conduite 6 équipée d'une vanne de détente 7, sous-refroidi dans un sous-refroidisseur 8 en amont de cette vanne de détente, détendu dans cette dernière à une pression légèrement supérieure à la pression atmosphérique, et introduit en un point intermédiaire de la colonne BP 3. Entre le sous-refroidisseur 8 et la vanne de détente 7 est piquée une conduite montante 9 équipée d'une vanne de détente 6 et conduisant au condenseur de tête d'une colonne de séparation oxygène/argon (non représentée) couplée à la colonne BP 3 de façon classique.

Du "liquide pauvre" (azote impur) est soutiré en un point intermédiaire de la colonne 2 via une conduite 11 équipée d'une vanne de détente (non représentée) et, après sous-refroidissement et détente, est introduit en un point intermédiaire de la colonne 3. De l'azote liquide pratiquement pur est soutiré en tête de la colonne 3 via une conduite 12 équipée d'une vanne de détente 13, sous-refroidi dans un sous-refroidisseur 14 en amont de cette vanne de détente,

détendu dans cette dernière et introduit au sommet de la colonne 3.

On a également représenté sur la figure 1 des conduites 15 de production d'oxygène gazeux partant de la cuve de la colonne 3, 16 de production d'azote pur, partant du sommet de cette colonne 3, 17 d'insufflation d'air en un point intermédiaire de la colonne 3, et 18 d'évacuation de gaz résiduaire (azote impur) de la partie supérieure de cette colonne.

On voit que trois liquides différents doivent être remontés de la colonne inférieure 2 à la colonne supérieure 3 et qu'un liquide doit être remonté en tête de la colonne de séparation oxygène/argon. Si ces colonnes sont du type à garnissages, en particulier structurés, et/ou possèdent de nombreux plateaux théoriques, et/ou si le vaporiseur/condenseur 4 est d'un type à faible écart de température, il peut arriver que la différence de pression entre les deux colonnes 2 et 3 soit à peine suffisante pour assurer ces remontées de liquide.

Pour garantir une bonne remontée des liquides, de façon régulière et contrôlée, dans tous les modes de fonctionnement de l'installation, une conduite d'air 19 est piquée sur la conduite d'alimentation 5 et se divise en deux branches 20, 21. Chacune de ces branches est équipée d'une vanne de détente 22, 23 et rejoint respectivement les conduites 6 et 9 juste en aval de leurs vannes de détente 7 et 10. De même, une conduite 24 de gaz équipée d'une vanne de détente 25 part du sommet de la colonne 2 et rejoint la conduite 12 juste en aval de la vanne de détente 13. Une autre conduite de gaz 26, équipée d'une vanne de détente (non représentée), part d'un emplacement de la colonne 2 voisin du point de soutirage du liquide pauvre (conduite 11) et rejoint cette conduite 11 juste en aval de la vanne de détente de celle-ci.

En fonctionnement, un faible débit d'air véhiculé, à la pression d'alimentation de la colonne 2, par la conduite 19, 20, est détendu dans la vanne de détente 22 et injecté dans le liquide riche qui vient d'être détendu dans la vanne de détente 7. Les bulles d'air allègent le liquide riche et réduisent la pression nécessaire pour le faire remonter jusque dans la colonne 2.

Dans le même but, un faible débit d'air véhiculé par la conduite 19, 21 est détendu dans la vanne de détente 23 et injecté dans le liquide riche qui vient d'être détendu dans la vanne de détente 10. Le débit d'air total dévié par la conduite 19 est faible, typiquement inférieur à 1 % du débit d'air entrant dans l'installation.

De même, de l'azote pratiquement pur véhiculé par la conduite 24 est détendu dans la vanne de détente 25 et injecté dans l'azote liquide qui vient d'être détendu dans la vanne de détente 13, et de l'azote impur véhiculé par la conduite 26 est, après détente, injecté dans le liquide pauvre véhiculé par la conduite 11 et détendu.

Il est à noter que, du fait de la pureté de l'azote

liquide véhiculé par la conduite 12, le gaz d'allègement correspondant (dans la conduite 24) doit être de l'azote pratiquement pur. En revanche, les compositions du liquide riche et du liquide pauvre ne sont pas critiques, de sorte que les gaz d'allègement correspondants peuvent avoir des compositions quelque peu différentes de ces liquides, pourvu qu'ils ne les polluent pas, d'autant plus que le débit de ces gaz est très faible.

En pratique, les vannes de détente principales 7, 10 et 13 sont placées aussi bas que possible pour garantir leur alimentation par du liquide franc, et l'on introduit des bulles de gaz juste en aval de ces vannes de détente pour assister la propulsion vers le haut des liquides en question. Plus précisément, la pression des gaz d'allègement doit être suffisante pour vaincre la hauteur de liquide qui surmonte le point d'injection du gaz, et cette pression est obtenue, dans l'exemple représenté, grâce au fait que chaque gaz, qui est disponible à la pression de la colonne 3, est injecté au-dessus du point de soutirage du liquide associé.

Les figures 2 et 3 illustrent, dans le cas de la remontée de l'azote liquide via la conduite 12, deux variantes d'obtention du gaz d'allègement. Dans ces deux variantes, la conduite 24 et la vanne de détente 25 sont supprimées.

Dans la variante de la figure 2, un débit minoritaire contrôlé d'azote liquide véhiculé par la conduite 12 by-passe le sous-refroidisseur 14 via une conduite de by-pass 2A équipée, de préférence à son point le plus bas, d'une vanne de détente 25A et aboutissant en aval de la vanne de détente 13.

Le liquide ainsi dérivé, n'étant pas sous-refroidi, produit en se détendant, une quantité de gaz de flash relativement importante et réglable, qui sert de gaz d'allègement.

Dans la variante de la figure 3, la vanne de détente 25A est supprimée, et il est prévu, dans la conduite 12, une vanne trois voies 27 ayant une entrée reliée à la conduite 12 en amont du sous-refroidisseur 14, une sortie reliée à l'entrée de ce sous-refroidisseur et une autre sortie reliée à la conduite de by-pass 24A.

De plus, cette conduite 24A aboutit en amont de la vanne de détente 13.

Ainsi, un débit minoritaire contrôlé d'azote liquide n'est pas sous-refroidi, de sorte qu'une quantité réglable de gaz de flash est produite lors de la détente dans la vanne de détente 13 et sert de gaz d'allègement.

Bien entendu, les variantes selon les figures 2 et 3 s'appliquent également à la remontée des autres liquides.

On comprend que les variantes des figures 2 et 3, quoique basées sur la même idée que celle de la figure 1, sont moins efficaces en ce sens qu'elles permettent bien d'alléger les liquides montants en limitant à un minimum la production des gaz de flash, le-

quel est défavorable à la distillation, mais qu'elles ne permettent pas le redémarrage de l'installation en cas d'engorgement accidentel des conduites montantes.

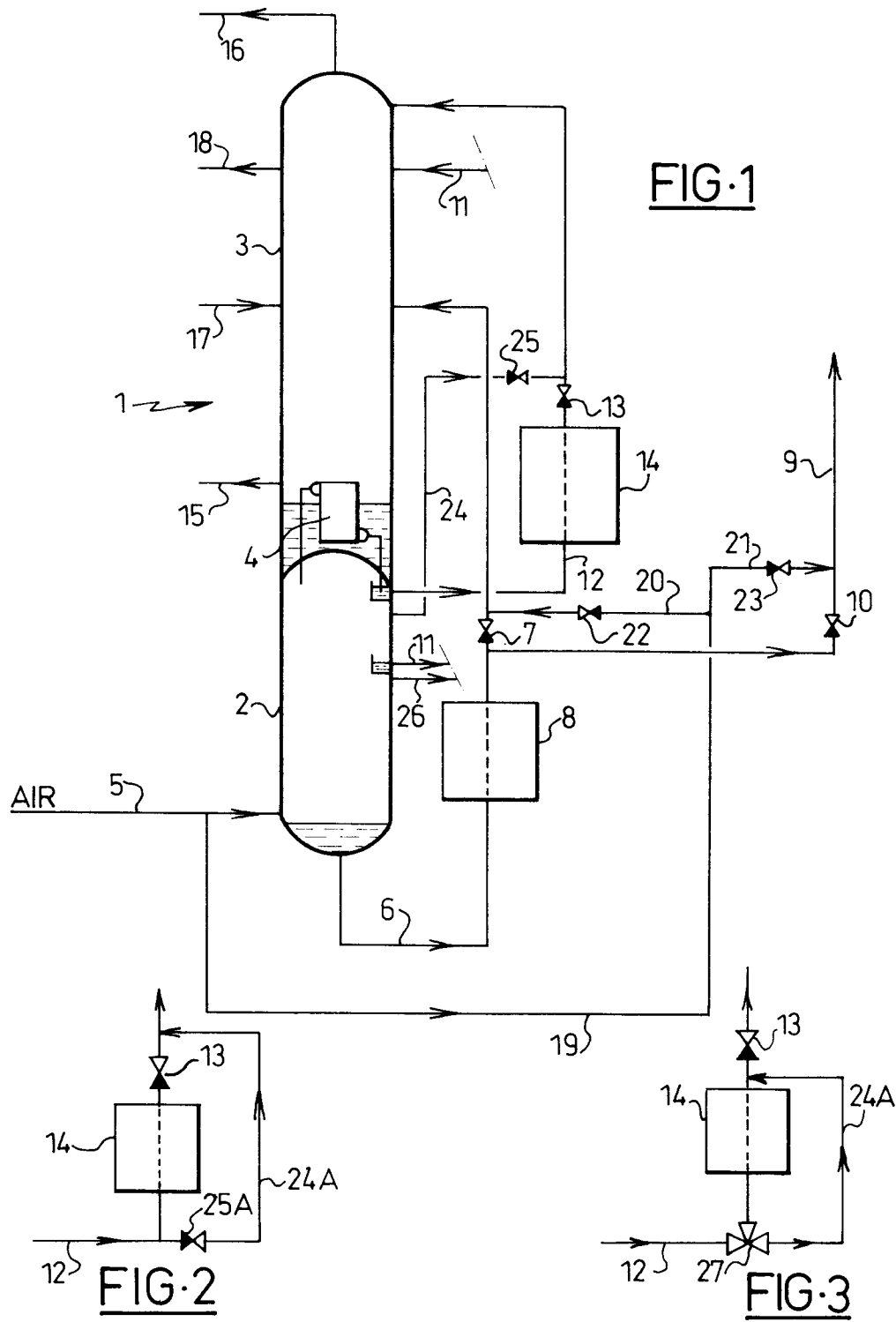
Revendications

1. Procédé de transfert d'un liquide, via une conduite montante (6, 9, 11, 12) équipée d'une vanne de détente (7, 10, 13), d'une première colonne de distillation (2), fonctionnant à une première pression, à un équipement (3), notamment une seconde colonne de distillation, fonctionnant à une pression inférieure à la première pression, caractérisé en ce qu'on injecte dans la conduite montante, en aval de la vanne de détente, un gaz d'allègement disponible à une pression supérieure à la pression créée par une colonne du liquide entre le point d'injection du gaz et le point d'introduction du liquide dans ledit équipement (3).
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le gaz d'allègement est disponible à la pression de ladite première colonne de distillation (2) et est injecté dans le liquide dans la conduite montante au-dessus du point de soutirage de ce liquide.
3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'on utilise comme gaz d'allègement un gaz soutiré en un point de la première colonne (2) et choisi de façon à ne pas modifier substantiellement la composition du liquide transféré.
4. Procédé selon la revendication 2, pour le transfert du liquide de cuve d'une colonne moyenne pression (2) d'une double colonne de distillation d'air (1) à un point intermédiaire d'une colonne basse pression (3) surmontant cette colonne moyenne pression, et/ou au condenseur de tête d'une colonne de séparation oxygène/argon couplée à la colonne basse pression (3), caractérisé en ce qu'on utilise, comme gaz d'allègement, un faible débit d'air d'alimentation de la double colonne (1).
5. Procédé de transfert d'un liquide, via une conduite montante (6, 9, 11, 12) équipée d'une vanne de détente (7, 10, 13), d'une première colonne de distillation (2), fonctionnant à une première pression, à un équipement (3), notamment à une seconde colonne de distillation, fonctionnant à une deuxième pression inférieure à la première pression, caractérisé en ce qu'on sous-refroidit le liquide avant sa détente, à l'exception d'une fraction minoritaire de ce liquide, de manière à produire une quantité contrôlée de gaz de flash ser-

vant de gaz d'allègement du liquide.

6. Installation de distillation, du type comprenant une première colonne de distillation (2) fonctionnant à une première pression, un équipement (3), notamment une seconde colonne de distillation, fonctionnant à une deuxième pression, inférieure à la première pression, et une conduite montante (6, 9, 11, 12) équipée d'une vanne de détente (7, 10, 13) et reliant un point de soutirage de liquide de la première colonne (2) à un point d'introduction de liquide dans ledit équipement (3), situé au-dessus du point de soutirage, caractérisée en ce qu'elle comprend des moyens d'injection (19 à 26) dans la conduite montante, en aval de la vanne de détente, d'un gaz d'allègement disponible à une pression supérieure à la pression créée par une colonne dudit liquide entre le point d'injection du gaz et le point d'introduction du liquide dans ledit équipement. 5 10 15 20
7. Installation selon la revendication 6, caractérisée en ce que le gaz d'allègement est prélevé dans la première colonne (2) ou à l'entrée de celle-ci, et en ce que lesdits moyens d'injection (19 à 26) débouchent dans la conduite montante (6, 9, 11, 12) à un niveau au-dessus du point de départ de cette conduite. 25 30
8. Installation selon la revendication 7, caractérisée en ce que lesdits moyens d'injection comprennent une conduite de gaz (11, 24) équipée d'une vanne de détente (25) et partant d'un point de la première colonne (2) voisin du point de soutirage dudit liquide. 35
9. Installation selon la revendication 7, dans laquelle la première colonne (2) est la colonne moyenne pression (2) d'une double colonne de distillation d'air (1) et ledit équipement est la colonne basse pression (3), surmontant cette colonne moyenne pression, de la double colonne, et/ou le condenseur de tête d'une colonne de séparation oxygène/argon couplée à la colonne basse pression (3), caractérisée en ce que lesdits moyens d'injection comprennent une conduite (19 à 21) équipée d'une vanne de détente (22, 23) et partant de la conduite (5) d'arrivée de l'air à distiller ou de la cuve de la colonne moyenne pression (2). 40 45 50
10. Installation de distillation, du type comprenant une première colonne de distillation (2) fonctionnant à une pression relativement élevée, un équipement (3), notamment une seconde colonne de distillation, fonctionnant à une pression relativement basse, et une conduite montante (6, 9, 11, 12) équipée d'une vanne de détente (7, 10, 13) et reliant un point de soutirage de liquide de la pre-

mière colonne (2) à un point d'introduction de liquide dans ledit équipement (3), caractérisée en ce que la conduite montante (6, 12) traverse un sous-refroidisseur (8, 14) en amont de la vanne de détente (7, 13) et est pourvue d'un by-pass (24A) de ce sous-refroidisseur.





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 93 40 0745

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	FR-A-2 320 512 (LINDE AG) * page 1, ligne 1 - ligne 3 * * page 2, ligne 20 - ligne 36 * * page 4, ligne 5 - ligne 20 * * figure 2 *	1,6	F25J3/04 F17C6/00
A	US-A-3 059 440 (JOHN J. LOPORTO) * colonne 1, alinéa 1 * * colonne 2, alinéa 3 * * colonne 4, ligne 11 - ligne 51 * * figure 2 (répères 89,87,97 et 95,93,99,101 et 91) *	1,6	
A	NUCLEAR INSTRUMENTS AND METHODS vol. 66, 1968, AMSTERDAM pages 304 - 308 C.M. FLECK & W. NIEDERSTÄTTER 'A CRYOSTAT FOR Ge(Li)-DETECTORS WITH INTERNAL LIQUID CIRCULATION AND A SWIVELLING COLD FINGER' * résumé * * page 304, colonne 1, alinéa 1 - alinéa 2 * * page 305, colonne 2, alinéa 2 - alinéa 4 * * figure 1 *		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5) F25J F17C F25B
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 30 JUILLET 1993	Examinateur 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)