



(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt : **93402420.9**

(51) Int. Cl.⁵ : **F25J 3/04**

(22) Date de dépôt : **04.10.93**

(30) Priorité : **30.10.92 FR 9213026**

(43) Date de publication de la demande :
04.05.94 Bulletin 94/18

(84) Etats contractants désignés :
DE FR GB IT

(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 : **Darredeau, Bernard**
14 rue des Pavillons
F-78500 Sartrouville (FR)

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

Inventeur : **Garnier, Catherine**
60 rue du Faubourg Saint Antoine
F-75012 Paris (FR)

Inventeur : **Venet, François**
1075 Camino Verde Circle
Walnut Creek, California 94596 (US)

(74) Mandataire : **Robson, Fiona Susan et al**
L'Air Liquide, Service Brevets et Marques, 75,
quai d'Orsay
F-75321 Paris Cédex 07 (FR)

(54) **Procédé et installation de production d'azote gazeux à débit variable.**

(57) Dans ce procédé du type HPN à bascule azote liquide/liquide riche, la liaison entre la tête de la colonne (4) et le stockage d'azote liquide (7) est réalisée, pour les deux sens d'écoulement de l'azote liquide, par une conduite unique (12) équipée d'un organe réducteur de pression (13). Le sens et le débit de l'écoulement de l'azote liquide sont commandés par les variations de la pression de la colonne, les stockages d'azote liquide et de liquide riche étant maintenus à des pressions constantes.

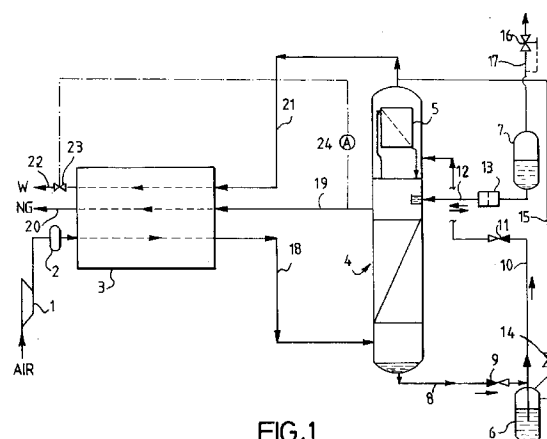


FIG.1

La présente invention est relative à un procédé de production d'azote gazeux à débit variable et à teneur sensiblement constante, du type dans lequel :

- on refroidit jusqu'au voisinage de son point de rosée de l'air comprimé épuré en eau et en CO₂, et on l'introduit en cuve d'une colonne de rectification qui produit en tête l'azote gazeux de production et en cuve un liquide, dit liquide riche, constitué d'air enrichi en oxygène;
- on liquéfie une partie de l'azote de tête de la colonne par vaporisation dans un condenseur de tête de la colonne de liquide riche détendu à une basse pression;
- lorsque la demande en azote gazeux est supérieure à la demande nominale, on envoie de l'azote liquide en tête de colonne à partir d'un stockage d'azote liquide, et on stocke du liquide riche dans un stockage de liquide riche relié d'une part à la cuve de la colonne et d'autre part audit condenseur de tête; et
- lorsque la demande en azote gazeux est inférieure à la demande nominale, on envoie de l'azote liquide de la tête de colonne au stockage d'azote liquide et on réduit le niveau du liquide riche du stockage de liquide riche.

Dans les procédés de ce type, dits "procédé HPN à bascule azote liquide/liquide riche", la colonne et la ligne d'échange thermique sont dimensionnées pour une production nominale d'azote gazeux. Pour les petites installations, le maintien en froid est généralement assuré, dans la marche nominale, par "biberonnage" d'azote liquide du stockage d'azote liquide vers la tête de la colonne. Pour les grosses installations, au contraire, le maintien en froid est généralement assuré par détente de gaz résiduaire (liquide riche vaporisé) dans une turbine.

Par exemple, pour produire 100 Nm³/h d'azote gazeux à 1 vpm (partie par million en phase vapeur) d'oxygène, il faut comprimer 240 Nm³/h d'air envoyé, après épuration et refroidissement dans la ligne d'échange, en cuve de colonne, et biberonner environ 5 Nm³/h d'azote liquide.

Pour une demande accrue en azote, l'excédent de production est pris sur l'azote gazeux envoyé au condenseur, de sorte que le débit d'azote liquéfié est moindre. Le reflux de la colonne est donc réduit, et le nombre de plateaux théoriques devient insuffisant pour assurer la teneur désirée en tête. IL faut donc envoyer de l'azote liquide en tête de colonne pour rétablir le reflux qui satisfait à la teneur désirée. Pour rétablir le bilan thermique, déséquilibré du fait qu'on envoie du liquide froid dans la colonne, on envoie du liquide riche en quantité équivalente dans le stockage de liquide riche.

Pour une demande réduite en azote, l'excès d'azote est liquéfié dans le condenseur, de sorte que le reflux augmente et que la teneur de tête est meilleure que celle désirée. On ajuste donc le reflux à la teneur désirée de l'azote de tête en envoyant l'excédent de liquide au stockage d'azote liquide. Le bilan thermique est rétabli en envoyant une quantité équivalente de liquide riche du stockage de liquide riche se vaporiser dans le condenseur de tête de la colonne.

Il faut donc pouvoir faire circuler tant l'azote liquide que le liquide riche dans les deux sens à partir des stockages correspondants et vers ces stockages. Dans la technique classique, la pression de la colonne est maintenue constante en permanence. En stockant le liquide riche à une pression intermédiaire entre la pression de la colonne et la basse pression, aucune pompe n'est nécessaire pour la circulation du liquide riche de la cuve de la colonne au stockage et de celui-ci au condenseur de tête.

En revanche, il est nécessaire de disposer deux conduites entre la tête de colonne et le stockage d'azote liquide, et d'équiper une de ces conduites d'une pompe, qu'il faut doubler par sécurité.

L'invention a pour but de simplifier le procédé connu de manière à éliminer toute pompe de circulation d'azote liquide.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé du type précité, caractérisé en ce qu'on fait passer l'azote liquide de la colonne au stockage d'azote liquide et vice-versa via une conduite unique équipée d'un organe réducteur de pression et on maintient à des valeurs constantes la pression des stockages d'azote liquide et de liquide riche.

Suivant un mode de mise en oeuvre, on surveille la pureté de l'azote de production, et on corrige éventuellement cette pureté par action sur un organe de détente du liquide riche vaporisé dans le condenseur de tête.

L'invention a également pour objet une installation destinée à la mise en oeuvre d'un tel procédé. Cette installation, du type comprenant :

- des moyens de compression d'air;
- des moyens d'épuration en eau et en CO₂ de l'air comprimé;
- une colonne de rectification équipée d'un condenseur de tête et produisant en tête l'azote gazeux de production et en cuve un liquide, dit liquide riche, constitué d'air enrichi en oxygène;
- une ligne d'échange thermique pour refroidir l'air épuré jusqu'au voisinage de son point de rosée et réchauffer des produits sortant de la colonne;
- un stockage de liquide riche, une première conduite équipée d'une vanne de détente et reliant la cuve

de la colonne à ce stockage, et une deuxième conduite équipée d'une vanne de détente et reliant le stockage de liquide riche au condenseur de tête; et

- un stockage d'azote liquide, et des moyens pour envoyer de l'azote liquide de la tête de colonne à ce stockage et vice et versa;

5 est caractérisée en ce que la tête de colonne est reliée au stockage d'azote liquide par une conduite de liaison unique équipée d'un organe réducteur de pression et en ce que l'installation comporte des moyens pour maintenir chacun des deux stockages à une pression constante.

Suivant d'autres caractéristiques :

- l'organe réducteur de pression est symétrique par rapport aux deux sens d'écoulement dans la conduite de liaison et est notamment un orifice calibré, une vanne manuelle en position fixe ou un venturi;
- l'installation comprend un organe réglable de détente du liquide riche vaporisé dans le condenseur de tête, et un analyseur de la pureté de l'azote de production commandant cet organe de détente;
- l'organe réducteur de pression est dissymétrique par rapport aux deux sens d'écoulement de la conduite de liaison, et est notamment un convergent suivi d'une vanne manuelle en position fixe.

15 Un exemple de mise en oeuvre de l'invention va maintenant être décrit en regard du dessin annexé, sur lequel :

- la Figure 1 représente schématiquement une installation de production d'azote gazeux conforme à l'invention; et
- la Figure 2 est un diagramme illustrant le fonctionnement de cette installation.

20 L'installation représentée sur la Figure 1 est destinée à produire de l'azote gazeux sous une pression de l'ordre de 8 bars absolus, nettement supérieure à la pression d'utilisation. Elle comprend essentiellement un compresseur d'air 1, un adsorbeur 2, une ligne d'échange thermique 3, une colonne de rectification 4 équipée d'un condenseur de tête 5, un stockage de liquide riche 6 et un stockage d'azote liquide 7.

25 Une première conduite 8 équipée d'une vanne de détente 9 relie la cuve de la colonne au stockage 6. Une deuxième conduite 10 équipée d'une vanne de détente 11 relie le fond du stockage 6 au condenseur 5.

Par ailleurs, une conduite de liaison unique 12 équipée d'un organe réducteur de pression 13 relie le fond du stockage 7 à une goulotte de recueil d'azote liquide prévue en tête de la colonne 4. L'organe 13 est symétrique par rapport aux deux sens d'écoulement possibles dans la conduite 12; il peut être constitué par un orifice calibré, par une vanne manuelle en position fixe ou par un convergent-divergent ou venturi.

30 Le stockage 6 est maintenu à une pression constante comprise entre celle de la colonne 4 et celle du condenseur 5 par une vanne pilotée 14 montée dans une conduite 15, laquelle part du sommet du stockage 6. De même, le stockage 7 est maintenu à une pression constante par une vanne de mise à l'air 16 montée dans une conduite 17.

35 En fonctionnement nominal, l'air comprimé en 1 aux environs de 8 bars absolus est épuré en eau et en CO₂ en 2 et refroidi en 3 jusqu'au voisinage de son point de rosée, puis introduit via une conduite 18 en cuve de la colonne, où il est séparé en azote à la pureté désirée, dont une partie est soutirée en tête de colonne via une conduite 19 pour être réchauffée dans la ligne d'échange thermique puis récupérée via une conduite 20 en tant que produit, et en "liquide riche" (air enrichi en oxygène) qui se rassemble en cuve. L'azote non soutiré est condensé dans le condenseur 5 pour assurer le reflux de la colonne. Le refroidissement de ce condenseur est obtenu en y envoyant du liquide riche prélevé dans le stockage 6 via la conduite 10 et détendu dans la vanne de détente 11. Le liquide riche vaporisé constitue le gaz résiduaire W de l'installation et est évacué du condenseur 5 via une conduite 21 pour être réchauffé dans la ligne d'échange thermique puis évacué de l'installation via une conduite 22 équipée d'une vanne 23 à ouverture réglable.

45 Pendant ce fonctionnement nominal, un faible débit d'azote liquide est envoyé en permanence en tête de colonne, à partir du stockage 7, via la conduite 12, pour assurer le maintien en froid de l'installation. Ce "biberonnage" s'obtient par un choix judicieux de la section de passage de l'organe 13 et de la pression de consigne de la vanne 16. En effet, le débit d'azote liquide dans la conduite 17 est

$$Q = k.s. \sqrt{P_1 - P_2},$$

50 avec k = constante caractéristique de l'organe 13 et du liquide
S = section de passage de l'organe 13
P1 et P2 = pressions en amont et en aval de l'organe 13.

De plus, les débits de liquide riche traversant les vannes 9 et 11 sont régulés respectivement pour maintenir des niveaux constants en cuve de la colonne et dans le condenseur 5.

55 Lorsque la demande en azote gazeux devient supérieure à la valeur nominale, un débit supplémentaire de gaz est soutiré en tête de colonne. Le débit d'azote à condenser diminue d'autant, et donc également le débit de liquide riche vaporisé dans le condenseur 5.

Par ailleurs, l'accroissement de la demande en azote dans les conduites 19 et 20 réduit la pression de la

colonne, de sorte qu'un débit additionnel d'azote liquide passe du stockage 7 à la tête de colonne, via la conduite 12 et l'organe déprimogène 13.

Au total, ceci se traduit par une élévation du niveau du liquide riche dans le stockage 6.

Si le débit d'azote liquide ne suffit pas pour compenser le déficit d'azote condensé en 5, le reflux de la colonne ne permet pas de maintenir la pureté de l'azote produit à la valeur désirée. Cette baisse de pureté est détectée par un analyseur 24 branché sur la conduite 19, lequel augmente l'ouverture de la vanne 23 pour accroître le débit de liquide riche vaporisé et donc le débit d'azote condensé dans le condenseur 5.

Dans le cas d'une installation de plus grande taille maintenue en froid non plus par biberonnage mais par détente du liquide riche vaporisé dans une turbine, l'analyseur 24 agirait sur l'inclinaison des aubages de cette turbine pour maintenir la pureté de l'azote produit.

Inversement, pour des raisons analogues, lorsque la demande en azote gazeux devient inférieure à la valeur nominale, l'augmentation de pression dans la colonne a pour effet de réduire le débit d'azote liquide de biberonnage, ou, si la baisse de la demande est suffisante, de faire passer de l'azote liquide de la tête de la colonne jusque dans le stockage 7, via la conduite 12 et l'organe 13. Il en résulte une baisse du niveau du liquide riche dans le stockage 6.

Dans ce mode de fonctionnement, de nouveau, l'analyseur peut intervenir sur l'ouverture de la vanne 23 (ou sur les aubages de la turbine) pour maintenir à la valeur désirée la pureté de l'azote produit.

La Figure 2 représente la courbe C de variation de la pression de la colonne (en ordonnées) en fonction de la demande en azote gazeux, et plus précisément du rapport (débit d'azote moins débit nominal d'azote)/(débit nominal d'azote) en %. La forme en S de la courbe peut s'expliquer en tenant compte du fait que, en cas de forte demande en azote, la réduction de pression expliquée plus haut favorise la distillation, alors que, inversement, en cas de faible demande en azote, l'augmentation de pression expliquée plus haut rend plus difficile la distillation.

En variante, on peut adopter une régulation simplifiée permettant d'obtenir en permanence une pureté d'azote supérieure ou égale à la valeur désirée.

Pour cela, l'analyseur 24 est supprimé; on utilise un orifice calibré 23 ou une vanne à ouverture fixe (ou une turbine à aubages fixes), et une colonne ayant un nombre de plateaux plus élevé, suffisant pour donner une marge de sécurité sur la distillation.

La détente du liquide riche vaporisé dans cet orifice 23 étant sonique, le débit de ce gaz est proportionnel à la pression dans la condenseur 5, laquelle est liée à la pression de la colonne par le fonctionnement du condenseur.

On peut ainsi, au moyen d'un orifice calibré 13 dissymétrique, obtenir deux droites de fonctionnement D1, D2, respectivement pour des demandes en azote inférieures et supérieures au débit nominal, situées entièrement au-dessous de la courbe C, comme indiqué en trait mixte à la Figure 2. Ceci garantit l'obtention d'une pureté d'azote au moins égale à la valeur désirée, puisqu'une réduction de pression de la colonne favorise la distillation.

Un tel orifice 13 dissymétrique peut en particulier être constitué par un convergent de section décroissant vers la colonne, suivi d'une vanne de laminage manuelle.

Dans ce cas, l'orifice 23 est de préférence constitué par une vanne manuelle en position fixe.

Dans tous les cas, on prévoit dans la conduite 20 une vanne de sécurité (non représentée) qui se ferme en cas de dégradation de la pureté de l'azote produit.

Afin d'éliminer l'influence (toujours faible) des variations de la hauteur de liquide dans le stockage 7, la régulation de pression dans celui-ci peut être réalisée à partir de la pression de cuve de ce stockage.

L'organe de réduction de pression 13 est éventuellement un organe déprimogène.

Revendications

1 - Procédé de production d'azote gazeux à débit variable et à teneur sensiblement constante, du type dans lequel :

- on refroidit jusqu'au voisinage de son point de rosée de l'air comprimé épuré en eau et en CO₂, et on l'introduit en cuve d'une colonne de rectification (4) qui produit en tête l'azote gazeux de production et en cuve un liquide, dit liquide riche, constitué d'air enrichi en oxygène;
- on liquéfie une partie de l'azote de tête de la colonne par vaporisation dans un condenseur de tête (5) de la colonne de liquide riche détendu à une basse pression ;
- lorsque la demande en azote gazeux est supérieure à la demande nominale, on envoie de l'azote liquide en tête de colonne à partir d'un stockage d'azote liquide (7), et on stocke du liquide riche dans un stockage de liquide riche (6) relié d'une part à la cuve de la colonne et d'autre part audit condenseur de tête;

et

- lorsque la demande en azote gazeux est inférieure à la demande nominale, on envoie de l'azote liquide de la tête de colonne au stockage d'azote liquide (7) et on réduit le niveau du liquide riche dans le stockage de liquide riche (6),

5 caractérisé en ce qu'on fait passer l'azote liquide de la colonne (4) au stockage d'azote liquide (7) et vice-versa via une conduite unique (12) équipée d'un organe réducteur de pression (13), et on maintient à des valeurs constantes la pression des stockages d'azote liquide (7) et de liquide riche (6).

2 - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'on surveille (en 24) la pureté de l'azote de production, et on corrige éventuellement cette pureté par action sur un organe (23) de détente du liquide riche vaporisé dans le condenseur de tête (5).

10 3 - Installation de production d'azote gazeux à débit variable et à teneur sensiblement constante, du type comprenant :

- des moyens (1) de compression d'air;
- des moyens (2) d'épuration en eau et en CO₂ de l'air comprimé;
- 15 - une colonne de rectification (4) équipée d'un condenseur de tête (5) et produisant en tête l'azote gazeux de production et en cuve un liquide, dit liquide riche, constitué d'air enrichi en oxygène;
- une ligne d'échange thermique (3) pour refroidir l'air épuré jusqu'au voisinage de son point de rosée et réchauffer des produits sortant de la colonne;
- un stockage de liquide riche (6) , une première conduite (8) équipée d'une vanne de détente (9) et reliant la cuve de la colonne à ce stockage, et une deuxième conduite (10) équipée d'une vanne de détente (11) et reliant le stockage de liquide riche au condenseur de tête; et
- 20 - un stockage d'azote liquide (7), et des moyens pour envoyer de l'azote liquide de la tête de colonne à ce stockage et vice et versa;

caractérisée en ce que la tête de colonne est reliée au stockage d'azote liquide (7) par une conduite de liaison unique (12) équipée d'un organe réducteur de pression (13), et en ce que l'installation comporte des moyens (14, 16) pour maintenir chacun des deux stockages (6, 7) à une pression constante.

4 - Installation suivant la revendication 3, caractérisée en ce que l'organe réducteur de pression 13 est symétrique par rapport aux deux sens d'écoulement dans la conduite de liaison (12), et est notamment un orifice calibré, une vanne manuelle en position fixe ou un venturi.

30 5 - Installation suivant la revendication 4, caractérisé en ce qu'elle comprend un organe (23) réglable de détente du liquide riche vaporisé dans le condenseur de tête (5), et un analyseur (24) de la pureté de l'azote de production commandant cet organe de détente.

6 - Installation suivant la revendication 4, caractérisé en ce que l'organe réducteur de pression 13 est dissymétrique par rapport aux deux sens d'écoulement de la conduite de liaison, et est notamment un convergent suivi d'une vanne manuelle en position fixe.

40

45

50

55

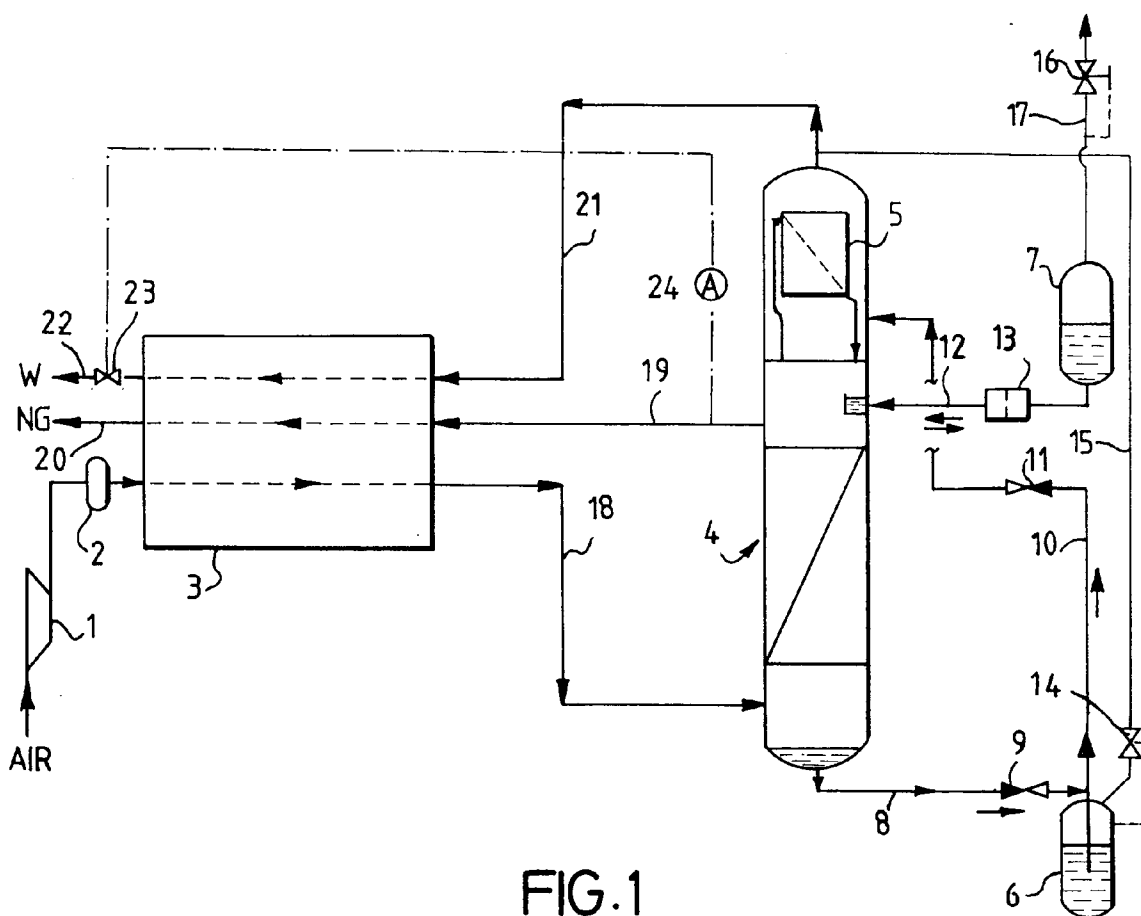


FIG.1

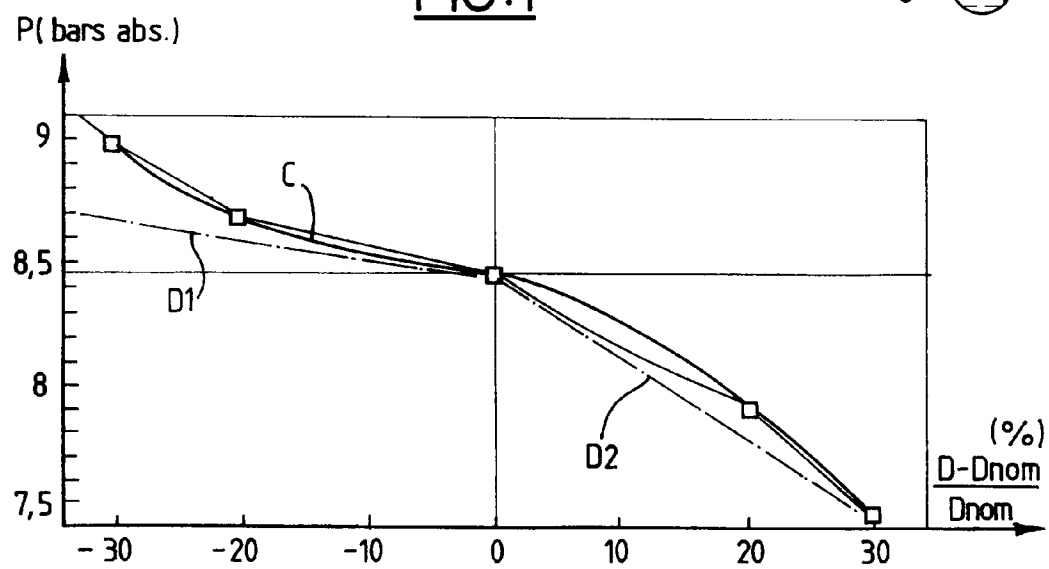


FIG. 2



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 93 40 2420

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	EP-A-0 107 418 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS)		F25J3/04
A	EP-A-0 191 862 (DAIDOUSANSO)		
A	FR-A-2 341 110 (LINDE)		
			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 22 Décembre 1993	Examineur Meertens, J
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			

EPO FORM 1503 03.92 (P04C02)