



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(21) Numéro de dépôt : **93402665.9**

(51) Int. Cl.⁵ : **F25J 3/04**

(22) Date de dépôt : **29.10.93**

(30) Priorité : **30.12.92 FR 9215925**

(43) Date de publication de la demande :
06.07.94 Bulletin 94/27

(84) Etats contractants désignés :
DE GB IT 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 : **Guillard, Alain**
11 rue Lauriston
F-75016 Paris (FR)
Inventeur : **Rieth, Norbert**
88 rue Raymond Losserand
F-75014 Paris (FR)

(74) Mandataire : **Le Moenner, Gabriel et al**
Société l'Air Liquide
Chef du Service Brevets et Marques
75, Quai d'Orsay
F-75321 Paris Cédex 07 (FR)

(54) **Procédé et installation de production d'oxygène gazeux sous pression.**

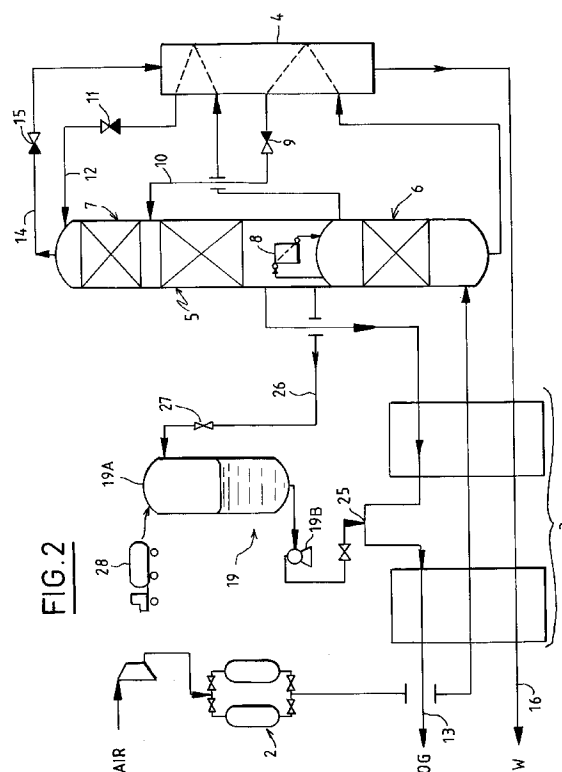
(57) Suivant ce procédé, qui utilise une double colonne (5) de distillation d'air :

— on fait fonctionner la colonne basse pression (7) sous une pression nettement supérieure à la pression atmosphérique, notamment de l'ordre de 2 à 5 bars, et on fait fonctionner la colonne moyenne pression (6) sous une pression correspondante, notamment de l'ordre de 8 à 16 bars ;

— on récupère directement l'oxygène gazeux de production en cuve de la colonne basse pression, et

— on maintient en froid l'installation, au moins en partie, par détente libre d'au moins un produit gazeux sortant de la colonne basse pression.

Application à la production d'oxygène gazeux sous une pression de quelques bars.



La présente invention est relative à un procédé de production d'oxygène gazeux sous pression au moyen d'une double colonne de distillation.

Les pressions dont il est question dans le présent mémoire sont des pressions absolues.

La production d'oxygène gazeux sous pression s'effectue généralement soit par compression d'oxygène gazeux soutiré de la colonne basse pression sous une pression voisine de la pression atmosphérique, soit par vaporisation d'oxygène liquide amené par pompe à la pression de production. Les installations correspondantes sont complexes, car elles nécessitent des machines tournantes spéciales tel qu'un compresseur d'oxygène ou une ou plusieurs turbines de détente.

L'invention a pour but de fournir un procédé permettant de produire de façon particulièrement économique de l'oxygène gazeux sous une pression modérée.

A cet effet, le procédé suivant l'invention est caractérisé en ce que :

- on fait fonctionner la colonne basse pression sous une pression nettement supérieure à la pression atmosphérique et légèrement supérieure à la pression de production d'oxygène, cette basse pression étant notamment de l'ordre de 2 à 5 bars, et on fait fonctionner la colonne moyenne pression sous une pression correspondante, notamment de l'ordre de 8 à 16 bars;
- on récupère directement l'oxygène gazeux de production en cuve de la colonne basse pression, et
- on maintient en froid l'installation, au moins en partie, par détente libre d'au moins un produit gazeux sortant de la colonne basse pression.

Suivant d'autres caractéristiques :

- on détend par détente libre un gaz résiduaire soutiré de la tête de la colonne basse pression;
- on injecte dans la colonne basse pression un débit d'azote liquide provenant d'une source extérieure à la double colonne;
- on injecte dans la colonne basse pression un débit d'oxygène liquide provenant d'une source extérieure à la double colonne;
- on injecte dans l'oxygène gazeux, en un point intermédiaire de la ligne d'échange thermique associée à la double colonne, un débit d'oxygène liquide provenant d'une source extérieure à la double colonne, et on envoie dans ladite source de l'oxygène liquide de purge soutiré de la cuve de la colonne basse pression;
- on prérefroidit l'air à traiter, avant son épuration par adsorption, au moyen d'un groupe frigorifique.

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

seur d'air; un appareil d'épuration de l'air comprimé; une double colonne de distillation de l'air épuré, comprenant elle-même une colonne moyenne pression et une colonne basse pression couplées par un vaporiseur-condenseur; une ligne d'échange thermique pour refroidir l'air épuré par échange de chaleur indirect avec les produits provenant de la double colonne; et des moyens de maintien en froid de l'installation, est caractérisée en ce que la colonne basse pression fonctionne sous une pression nettement supérieure à la pression atmosphérique et légèrement supérieure à la pression de production d'oxygène, cette basse pression étant notamment de l'ordre de 2 à 5 bars, en ce qu'une conduite de production d'oxygène est directement reliée à la cuve de la colonne basse pression pour en soutirer de l'oxygène gazeux, et en ce que les moyens de maintien en froid comprennent une vanne de détente libre d'au moins un produit gazeux sortant de la colonne basse pression.

Dans une telle installation, la double colonne peut en particulier être isolée sous vide, notamment par une enveloppe sous vide qui ne contient que la double colonne et des tronçons de conduite, le reste des parties froides de l'installation, à l'exception éventuellement des sources d'azote liquide et/ou d'oxygène liquide et des conduites qui en partent, étant isolées par une boîte froide à la pression atmosphérique contenant un isolant solide, notamment particulaire.

Des exemples de mise en oeuvre de l'invention vont maintenant être décrits en regard des dessins annexés, sur lesquels :

- la Figure 1 représente schématiquement une installation de production d'oxygène conforme à l'invention; et
- la Figure 2 représente schématiquement une variante.

L'installation représentée à la Figure 1 comprend essentiellement un compresseur d'air 1, un appareil 2 d'épuration par adsorption, une ligne d'échange thermique 3, un sous-refroidisseur 4 et une double colonne de distillation 5. Cette dernière est essentiellement constituée d'une colonne moyenne pression 6 surmontée d'une colonne basse pression 7, et d'un vaporiseur-condenseur 8 qui met en relation d'échange thermique indirect la vapeur de tête (azote pratiquement pur) de la colonne 6 et le liquide de cuve (oxygène à la pureté désirée) de la colonne 7.

En fonctionnement, l'air à distiller est comprimé en 1 à une pression, dite moyenne pression, de l'ordre de 8 à 16 bars, épuré en 2, refroidi au voisinage de son point de rosée en 3 et introduit en cuve de la colonne 6. Le "liquide riche" (air enrichi en oxygène) recueilli en cuve de cette colonne est sous-refroidi en 4, détendu dans une vanne de détente 9 à une pression, dite basse pression, qui est sensiblement la pression de produc-

tion, de l'ordre de 2 à 5 bars, et introduit à un niveau intermédiaire de la colonne 7 via une conduite 10. Du "liquide pauvre" (azote pratiquement pur) recueilli en tête de la colonne 6 est sous-refroidi en 4, détendu dans une vanne de détente 11 à la basse pression, et introduit en tête de la colonne 7 via une conduite 12. L'oxygène de production est soutiré sous forme gazeuse de la cuve de la colonne 7, réchauffé dans la ligne d'échange 3 et récupéré directement en tant que produit via une conduite de production 13.

Pour assurer le maintien en froid de l'installation, le gaz résiduaire W (azote impur), soutiré au sommet de la colonne 7 via une conduite 14, est détendu en détente libre à une pression légèrement supérieure à la pression atmosphérique dans une vanne de détente 15, réchauffé dans le sous-refroidisseur 4 puis dans la ligne d'échange 3, et évacué via une conduite 16. Ce gaz peut servir à régénérer les adsorbants de l'appareil 2.

Si le froid produit par cette détente libre est insuffisant, on peut le compléter par l'un au moins des moyens suivants, représentés en trait mixte sur le dessin.

- Une source 17 d'azote liquide sous la basse pression, reliée à la tête de la colonne 7 via une conduite 18 et munie de moyens de régulation de débit. Comme représenté, il peut s'agir notamment d'un stockage 17A d'azote liquide sous la pression atmosphérique muni à sa sortie d'une pompe 17B.
- Une source 19 d'oxygène liquide sous la basse pression, reliée à la cuve de la colonne 7 via une conduite 20 et munie de moyens de régulation de débit. Comme représenté, il peut s'agir de nouveau d'un stockage 19A d'oxygène liquide sous la pression atmosphérique muni à sa sortie d'une pompe 19B.
- Un groupe frigorifique 21, par exemple à l'ammoniac, monté entre le compresseur 1 et l'appareil d'épuration 2 et prérefroidissant l'air comprimé jusqu'à une température de l'ordre de 0 à +° 5°C par exemple.

L'installation représentée est isolée thermiquement de la manière suivante.

D'une part, la double colonne 5 est disposée dans une enveloppe sous vide 22, qui en assure une isolation à haute performance. Cette enveloppe ne contient, outre la double colonne, que les tronçons de conduite qui y aboutissent ou en partent, ces conduites traversant l'enveloppe au moyen de raccords appropriés 23. En pratique, il est avantageux de rassembler tous les raccords 23 dans une même région de l'enveloppe.

D'autre part, à l'exception des sources de liquides cryogéniques 17 et 19 et des conduites qui en partent, qui possèdent leur propre isolation, généralement sous vide, toutes les autres parties froides de l'installation sont isolées au moyen d'une boîte froide

24 sous la pression atmosphérique contenant un matériau isolant solide particulaire, qui est de préférence de la perlite.

Ce mode d'isolation est très avantageux d'une part, l'enveloppe sous vide peut avoir un diamètre étroitement adapté au diamètre extérieur de la double colonne, laquelle peut être de diamètre constant sur toute sa hauteur, ce qui permet de réaliser un ensemble double colonne 5-enveloppe 22 commodément transportable.

De plus, tous les accessoires froids tels que 9, 11, 15 sont facilement accessibles puisqu'ils sont constamment à la pression atmosphérique.

Du point de vue énergétique, cette solution est également très avantageuse, bien qu'elle soit beaucoup moins coûteuse qu'une isolation sous vide renfermant l'ensemble de l'installation. En effet, dans une installation de distillation d'air, 75 à 85% des pertes thermiques sont supportées par la double colonne et, dans la ligne d'échange thermique, les pertes sont concentrées dans la partie la plus froide. Au total, les performances d'isolation de l'ensemble 22-24 sont de l'ordre de 90% de celles qui seraient obtenues avec une isolation sous vide de l'ensemble de l'installation.

En variante, la double colonne peut comporter un "minaret", c'est-à-dire un tronçon supérieur de la colonne basse pression 7 permettant de produire à son sommet de l'azote gazeux sous la basse pression. Dans ce cas, cet azote gazeux peut également être détendu dans une vanne de détente jusqu'au voisinage de la pression atmosphérique pour produire du froid, avant d'être réchauffé en 4 puis en 3 puis d'être récupéré en tant que second produit de l'installation.

La simplicité de l'installation suivant l'invention rend celle-ci particulièrement intéressante pour la production de quantités modérées, par exemple de l'ordre de quelques dizaines de tonnes par jour, d'oxygène gazeux sous une pression de quelques bars.

Dans la variante représentée à la Figure 2 sans son isolation thermique, la tenue en froid de l'installation s'effectue par détente libre du gaz résiduaire W en 15, complétée par un apport d'oxygène liquide provenant d'une source 19 constituée comme précédemment d'un stockage 19A à la pression atmosphérique et d'une pompe 19B.

Toutefois, dans cette variante, l'oxygène liquide d'appoint, pompé en 19B à une pression quelque peu supérieure à la basse pression, est injecté, en un point intermédiaire 25 de la ligne d'échange thermique 3, dans l'oxygène gazeux en cours de réchauffement.

De plus, une conduite 26 de purge d'oxygène liquide, munie d'une vanne 27, part de la cuve de la colonne 7 et débouche dans le stockage 19A pour l'alimenter en partie, le complément d'oxygène liquide étant apporté par des camions-citernes 28.

La purge, destinée à évacuer les hydrocarbures

de la colonne 7, correspond à environ 0,2% du débit d'air traité et s'effectue de préférence en discontinu, généralement automatiquement; elle est indépendante du "biberonnage" de l'installation par l'oxygène liquide.

Le point d'injection 25 est choisi de manière que l'oxygène liquide se vaporise à une température suffisamment élevée pour que les hydrocarbures ne présentent plus de danger d'explosion ou d'inflammabilité lors de la vaporisation de l'oxygène. Cette température peut ainsi être de l'ordre de -100°C.

Revendications

1 - Procédé de production d'oxygène gazeux sous pression au moyen d'une double colonne de distillation (5), caractérisé en ce que :

- on fait fonctionner la colonne basse pression (7) sous une pression nettement supérieure à la pression atmosphérique et légèrement supérieure à la pression de production d'oxygène, cette basse pression étant notamment de l'ordre de 2 à 5 bars, et on fait fonctionner la colonne moyenne pression (6) sous une pression correspondante, notamment de l'ordre de 8 à 16 bars;
- on récupère directement l'oxygène gazeux de production en cuve de la colonne basse pression, et
- on maintient en froid l'installation, au moins en partie, par détente libre d'au moins un produit gazeux sortant de la colonne basse pression.

2 - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on détend par détente libre un gaz résiduaire (W) soutiré de la tête de la colonne basse pression (7).

3 - Procédé suivant la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on injecte (en 18) dans la colonne basse pression (7) un débit d'azote liquide provenant d'une source (17) extérieure à la double colonne (5).

4 - Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on injecte (en 20) dans la colonne basse pression (7) un débit d'oxygène liquide provenant d'une source (19) extérieure à la double colonne (5).

5 - Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on injecte dans l'oxygène gazeux (en 25), en un point intermédiaire de la ligne d'échange thermique (3) associée à la double colonne (5), un débit d'oxygène liquide provenant d'une source extérieure à la double colonne, et en ce qu'on envoie dans ladite source (19) de l'oxygène liquide de purge soutiré (en 26) de la cuve de la colonne basse pression (7).

6 - Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'on prérefroidit l'air à traiter, avant son épuration par adsorption (en

2), au moyen d'un groupe frigorifique (21).

7 - Installation de production d'oxygène gazeux sous pression, du type comprenant : un compresseur d'air (1); un appareil (2) d'épuration de l'air comprimé; une double colonne (5) de distillation de l'air épuré, comprenant elle-même une colonne moyenne pression (6) et une colonne basse pression (7) couplées par un vaporiseur-condenseur (8); une ligne d'échange thermique (3) pour refroidir l'air épuré par échange de chaleur indirect avec les produits provenant de la double colonne; et des moyens (15, 17-18, 19-20, 21) de maintien en froid de l'installation, caractérisée en ce que la colonne basse pression (7) fonctionne sous une pression nettement supérieure à la pression atmosphérique et légèrement supérieure à la pression de production d'oxygène, cette basse pression étant notamment de l'ordre de 2 à 5 bars, en ce qu'une conduite (13) de production d'oxygène est directement reliée à la cuve de la colonne basse pression pour en soutirer de l'oxygène gazeux, et en ce que les moyens de maintien en froid comprennent une vanne (15) de détente libre d'au moins un produit gazeux sortant de la colonne basse pression (7).

8 - Installation suivant la revendication 7, caractérisée en ce que la vanne de détente (15) est montée dans une conduite (14) d'évacuation de gaz résiduaire (W) partant de la tête de la colonne basse pression (7).

9 - Installation suivant la revendication 7 ou 8, caractérisée en ce que les moyens de maintien en froid comprennent une source (17) d'azote liquide sous la basse pression reliée à la tête de la colonne basse pression (7) pour y injecter un débit déterminé d'azote liquide.

10 - Installation suivant l'une quelconque des revendications 7 à 9, caractérisée en ce que les moyens de maintien en froid comprennent une source (19) d'oxygène liquide sous la basse pression reliée à la cuve de la colonne basse pression (7) pour y injecter un débit déterminé d'oxygène liquide.

11 - Installation suivant l'une quelconque des revendications 7 à 9, caractérisée en ce que les moyens de maintien en froid comprennent une source (19) d'oxygène liquide sous la basse pression reliée, en un point intermédiaire de la ligne d'échange thermique (3), aux passages de réchauffement d'oxygène gazeux, et en ce qu'une conduite de purge (26) relie la cuve de la colonne basse pression (7) à la source d'oxygène liquide (19).

12 - Installation suivant l'une quelconque des revendications 7 à 11, caractérisée en ce qu'elle comporte un groupe frigorifique (21) de prérefroidissement de l'air comprimé, monté entre le compresseur (1) et l'appareil d'épuration (2).

13 - Installation suivant l'une quelconque des revendications 7 à 12, caractérisée en ce que la double colonne (5) est isolée sous vide, notamment par une enveloppe sous vide (22) qui ne contient que la dou-

ble colonne et des tronçons de conduite, le reste des parties froides de l'installation, à l'exception éventuellement des sources (17, 19) d'azote liquide et/ou d'oxygène liquide et des conduites (18, 20) qui en partent, étant isolées par une boîte froide (24) à la pression atmosphérique contenant un isolant solide, notamment particulaire.

5

10

15

20

25

30

35

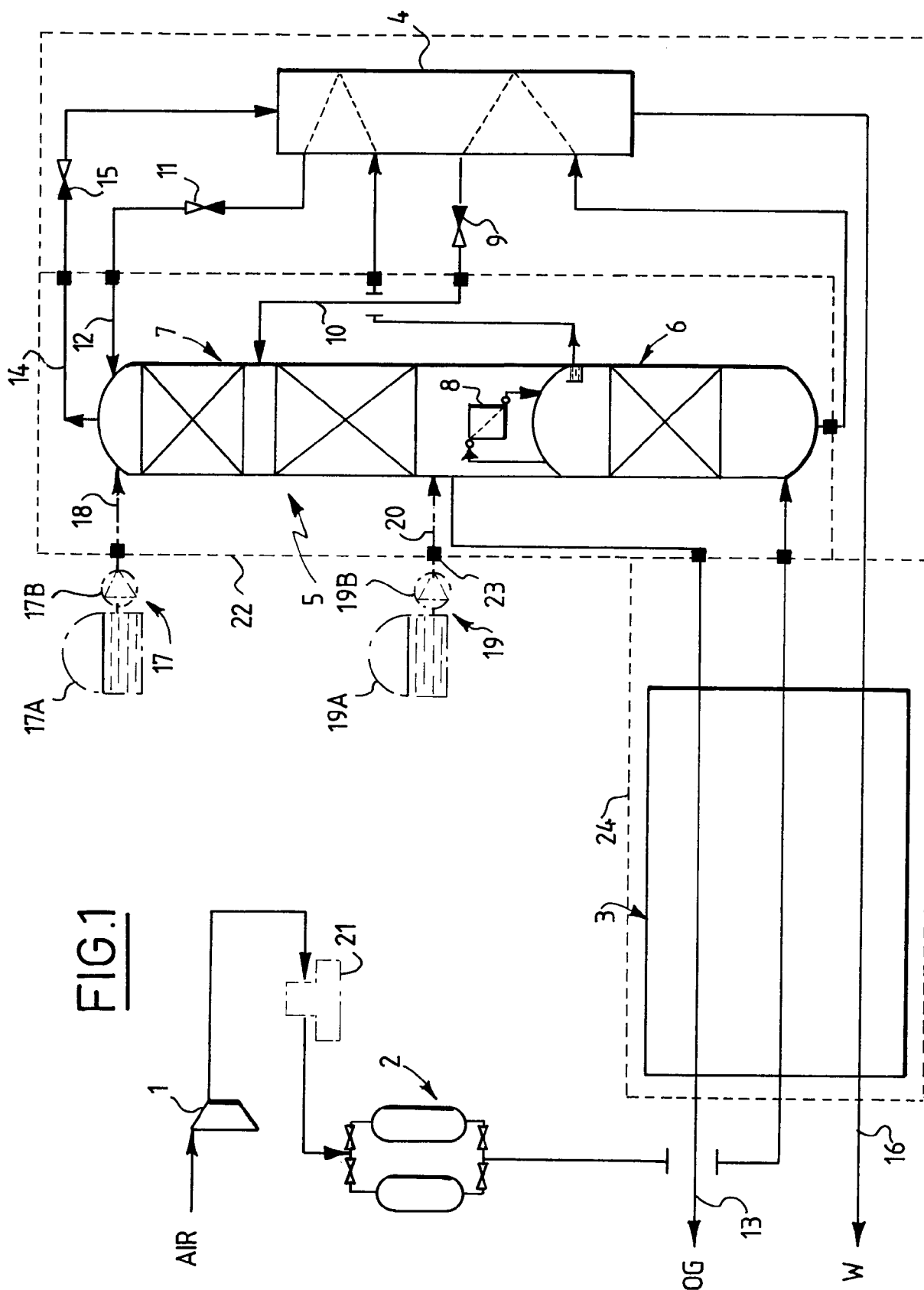
40

45

50

55

5



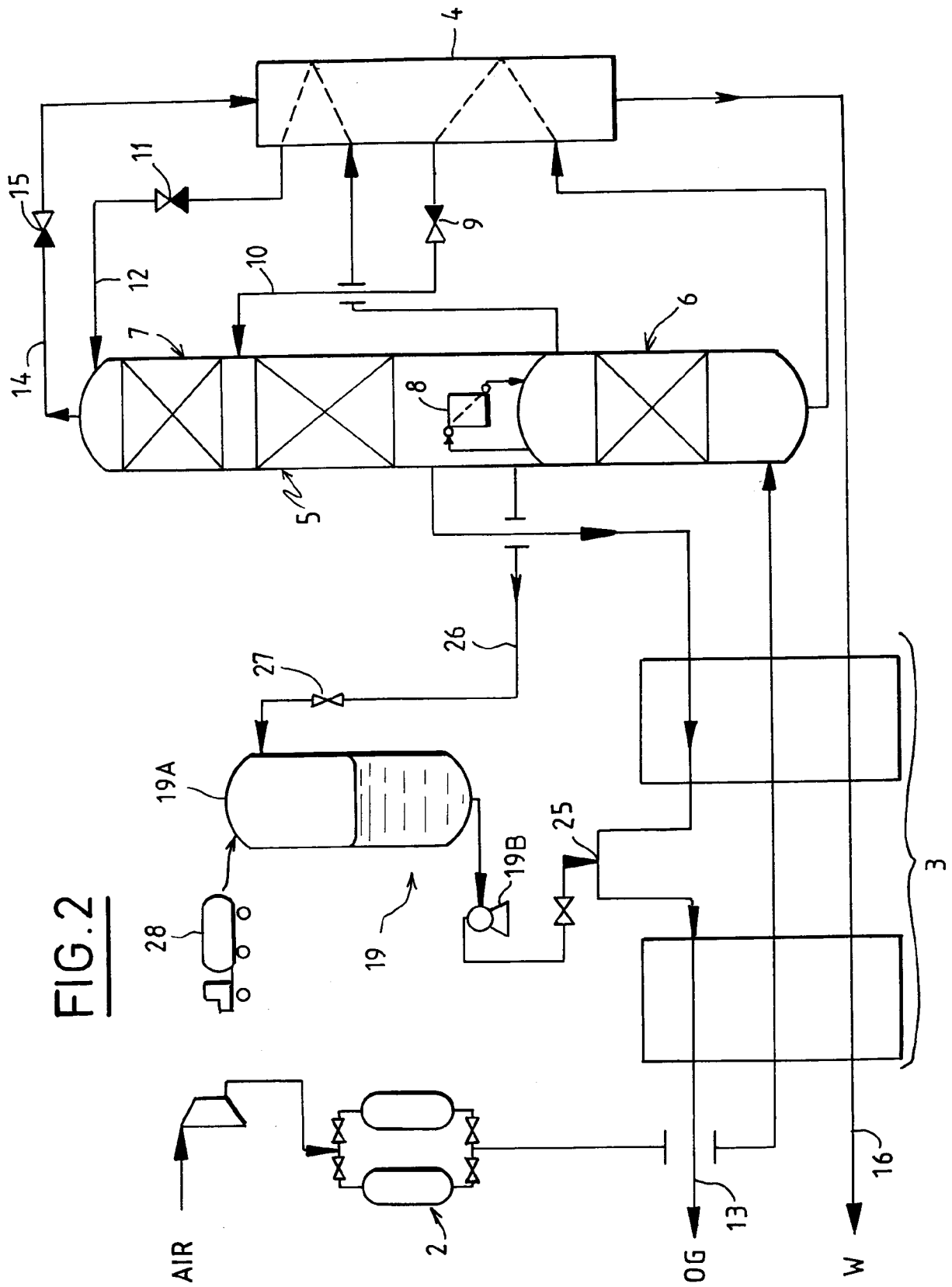


FIG. 2



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 93 40 2665

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-0 102 190 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS) * page 2, ligne 1 - ligne 19 * * page 3, ligne 11 - page 6, ligne 35 * * figure 1 * ---	1,3,4,7,9,10	F25J3/04
A	FR-A-2 578 532 (L'AIR LIQUIDE) * résumé * * page 1, ligne 1 - ligne 11 * * page 2, ligne 32 - page 3, ligne 32 * * figure 1 * ---	1,3,7,9	
A	US-A-3 316 725 (AIR REDUCTION COMPANY) * colonne 1, ligne 10 - ligne 19 * * colonne 1, ligne 61 - colonne 2, ligne 69 * * figure * -----	1,6,7,12	
			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 11 Mars 1994	Examinateur Siem, T
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 A : 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 01.82 (P04C02)