



11) Numéro de publication:

0 606 027 A1

## (12)

## **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(21) Numéro de dépôt: 93402907.5

(51) Int. Cl.5: **F25J** 3/04

22 Date de dépôt: 01.12.93

Priorité: 05.01.93 FR 9300035

Date de publication de la demande: 13.07.94 Bulletin 94/28

Etats contractants désignés:
DE ES FR GB IT

① Demandeur: L'AIR LIOUIDE, SOCIETE
ANONYME POUR L'ETUDE ET
L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES
CLAUDE
75, Ouai d'Orsay

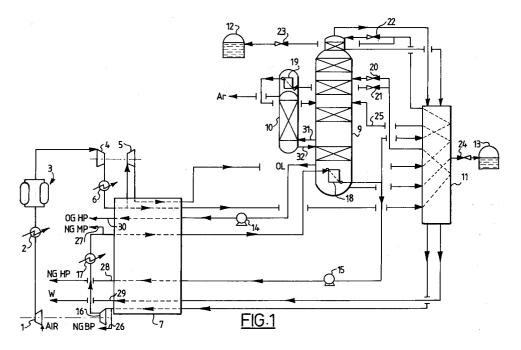
F-75321 Paris Cédex 07(FR)

Inventeur: Rieth, Norbert 88 rue Raymond Losserand F-75014 Paris(FR)

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

- Procédé et installation de production d'au moins un produit gazeux sous pression et d'au moins un liquide par distillation d'air.
- Dans ce procédé, on utilise une simple colonne de distillation (9) munie d'un cycle frigorifique à azote. De l'oxygène liquide et/ou de l'azote liquide, en provenance de la cuve de la colonne, sont portés par pompe (14, 15) à une haute pression de produc-

tion, et sont vaporisés par condensation d'air surpressé. Simultanément, de l'oxygène liquide et/ou de l'azote liquide sont produits. L'installation peut comporter une colonne de production d'argon impur (10) couplée à la simple colonne



20

25

35

La présente invention est relative à un procédé de production d'oxygène et/ou d'azote gazeux sous pression et d'au moins un produit liquide au moyen d'une installation comprenant une simple colonne de distillation d'air munie d'un cycle frigorifique à azote.

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

L'invention a pour but de mettre à profit les propriétés avantageuses des simples colonnes de distillation à cycle frigorifique à azote (investissement réduit, consommation d'énergie modérée, découplage entre la pureté des produits et les rendements d'extraction) pour produire de manière particulièrement souple et économique de l'oxygène et/ou de l'azote sous pression, sous forme gazeuse, ainsi qu'au moins un produit liquide.

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

- on comprime l'air à traiter jusqu'à une première pression au moins égale à la pression de la simple colonne;
- on surpresse une partie au moins de l'air jusqu'à une haute pression nettement supérieure à la pression de la simple colonne;
- on condense une fraction de cet air par vaporisation d'oxygène et/ou d'azote liquide soutirés en cuve de colonne et portés par pompage à la pression de vaporisation correspondante, et on récupère l'oxygène et/ou l'azote gazeux sous pression résultants, en tant que produits;
- on sous-refroidit l'air ainsi condensé, on le détend au voisinage de la pression de la colonne, et on en introduit au moins une partie à un niveau intermédiaire de la colonne;
- on détend à la pression de la colonne, avec production de travail extérieur, l'air non utilisé pour vaporiser l'oxygène et/ou l'azote liquide; et
- on soutire de l'installation au moins un produit liquide, que l'on récupère en tant que produit.

Suivant d'autres caractéristiques :

- on soutire en cuve de la simple colonne de l'azote liquide à la haute pression du cycle, sortant du vaporiseur de cuve de la colonne;
- on utilise une partie de l'air condensé et détendu pour refroidir le condenseur de tête d'une colonne de production d'argon impur couplée à la simple colonne, et on renvoie dans cette dernière l'air gazeux issu de ce condenseur;
- ladite détente avec production de travail extérieur comprend la détente dans une première turbine de l'air non surpressé, et la détente dans une seconde turbine d'une fraction de

l'air surpressé;

- la seconde turbine a une température d'aspiration inférieure à celle de la première turbine:
- on détend en outre au voisinage de la pression de la simple colonne, avec production de travail extérieur, une partie de l'azote à la haute pression du cycle;
- la pression de la simple colonne est nettement supérieure à la pression atmosphérique.

L'invention a également pour objet un installation destinée à la mise en oeuvre d'un tel procédé. Cette installation est caractérisée en ce qu'elle comprend :

- un compresseur principal compressant l'air à traiter jusqu'à une première pression au moins égale à la pression de la simple colonne.
- des moyens pour surpresser une partie au moins de l'air jusqu'à une haute pression nettement supérieure à la pression de la simple colonne;
- au moins une pompe soutirant de l'oxygène liquide et/ou de l'azote liquide de la cuve de la colonne et refoulant dans un échangeur de chaleur adapté pour vaporiser ces liquides en condensant de l'air surpressé;
- des moyens (30, 28) pour récupérer l'oxygène et/ou l'azote gazeux sous pression résultants, en tant que produits;
- des moyens pour sous-refroidir l'air surpressé condensé et pour en introduire au moins une partie à un niveau intermédiaire de la colonne; et
- au moins une turbine pour détendre au voisinage de la pression de la colonne l'air non utilisé pour vaporiser l'oxygène et/ou l'azote liquide; et
- des moyens pour soutirer au moins un produit liquide de l'installation et le récupérer en tant que produit.

Le compresseur principal et le compresseur du cycle azote de cette installation peuvent notamment être constitués par une machine unique.

Des exemples de réalisation de l'invention vont maintenant être décrits en regard des dessins annexés, sur lesquels les Figures 1 et 2 représentent schématiquement, respectivement, un premier et un second modes de réalisation de l'installation conforme à l'invention.

L'installation représentée à la Figure 1 est destinée à produire de l'oxygène gazeux sous pression, de l'azote gazeux sous pression, de l'oxygène liquide, de l'azote liquide et de l'argon. Elle comprend essentiellement : un compresseur principal d'air 1 muni d'un réfrigérant 2 à air atmosphérique ou à eau; un appareil 3 d'épuration par adsorption;

50

25

35

40

50

55

un ensemble soufflante 4-turbine 5 ayant les deux roues calées sur le même arbre, la soufflante étant également munie d'un réfrigérant 6 à air ou à eau; une ligne d'échange thermique 7; une simple colonne de distillation d'air 9; une colonne 10 de production d'argon impur couplée à la précédente; un sous-refroidisseur 11; des stockages 12 d'azote liquide et 13 d'oxygène liquide sous la pression atmosphérique; des pompes 14 d'oxygène liquide et 15 d'azote liquide; et un compresseur 16 d'azote de cycle frigorifique muni d'un réfrigérant 17 à air ou à eau. La simple colonne 9 comporte un vaporiseur de cuve 18, tandis que la colonne 10 comporte un condenseur de tête 19. L'installation comprend également des vannes de détente 20 à 24.

3

Pour réduire l'investissement, les compresseurs 1 d'air et 16 d'azote de cycle sont combinés en une machine tournante unique.

En fonctionnement, l'air entrant est comprimé entre 5 et 10 bars en 1, refroidi au voisinage de la température de la température ambiante en 2, épuré en eau et en anhydrique carbonique en 3, et surpressé en totalité en 4 jusqu'à une haute pression de l'ordre de 6,5 à 13 bars.

Après pré-refroidissement au voisinage de la température ambiante en 6, l'air surpressé pénètre au bout chaud de la ligne d'échange thermique 7 et est refroidi jusqu'à une température intermédiaire, où 60 à 80% de son débit sont sortis de la ligne d'échange, turbinés en 5, ce qui les détend sensiblement à la pression de la colonne 9, dite basse pression, comprise entre 1,3 et 2 bars, puis réintroduits dans la ligne d'échange, refroidis jusqu'au bout froid de celle-ci, refroidis de nouveau en 11, et introduits à un niveau intermédiaire dans la colonne 9 via une conduite 25.

La fraction non turbinée de l'air surpressé poursuit son refroidissement et est liquéfiée dans la partie froide de la ligne d'échange. Elle est ensuite sous-refroidie en 11. Une partie de cet air est détendue à la pression de la colonne 9 en 20 et introduite à un niveau intermédiaire de celle-ci, tandis que le reste de cet air est détendu en 21 et alimente le condenseur de tête 19 de la colonne 10, pour y être vaporisé, puis est renvoyé dans la colonne 9 à l'état gazeux.

Le cycle frigorifique à azote de l'installation est alimenté par de l'azote pratiquement pur produit en tête de la colonne 9, partiellement réchauffé en 11 et réchauffé à la température ambiante en 7. Une fraction de cet azote basse pression peut être récupérée en tant que produit via une conduite 26, et le reste est comprimé à une moyenne pression, qui est la haute pression du cycle, par le compresseur 16, puis ramené au voisinage de la température ambiante en 17. Une partie de l'azote moyenne pression peut être récupérée en tant que produit via une conduite 27, et le reste est refroidi jusqu'au

bout froid de la ligne d'échange jusqu'au voisinage de son point de rosée, puis est condensé dans le vaporiseur 18 de la colonne 9.

Une partie de l'azote condensé est pompée en 15 à une haute pression de production de l'ordre de 7 à 40 bars, et l'azote liquide sous cette haute pression est vaporisé dans la ligne d'échange thermique par condensation de l'air surpressé, réchauffé à la température ambiante, puis récupéré en tant que produit via une conduite 28. Le reste de l'azote condensé est sous-refroidi en 11, puis, pour partie, détendu en 22 et introduit en reflux au sommet de la colonne 9, et, pour le reste, détendu à la pression atmosphérique en 23 et introduit dans le stockage d'azote liquide 12. En variante, pour limiter le flash dans le stockage 12, ce dernier peut être alimenté à partir d'azote liquide prélevé en tête de la colonne.

Un débit d'azote gazeux impur, constituant le gaz résiduaire de l'installation, est soutiré de la colonne à un niveau compris entre les injections d'azote liquide et d'air liquide, réchauffé en 11 puis en 7 jusqu'à la température ambiante, et évacué via une conduite 29.

De l'oxygène liquide est par ailleurs soutiré de la cuve de la colonne 9, pompé en 14 à la haute pression de production désirée, de l'ordre de 2 à 40 bars, vaporisé dans la partie froide de la ligne d'échange thermique par condensation d'air surpressé, réchauffé à la température ambiante, et récupéré en tant que produit via une conduite 30.

De l'oxygène liquide est en outre soutiré de la cuve de la colonne 9 et, après sous-refroidissement en 11 et détente à la pression atmosphérique en 24, envoyé dans le stockage d'oxygène liquide 13.

La cuve de la colonne 10 est couplée à un niveau intermédiaire de la colonne 9 par deux conduites d'alimentation 31 et de retour 32, et cette colonne 10 produit de l'argon impur via une conduite 33.

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

D'une part, l'installation ne comporte pas de colonne auxiliaire 10, de sorte que la totalité de l'air liquéfié dans la ligne d'échange thermique est, après sous-refroidissement en 11 puis détente en 20, injecté dans la simple colonne 9.

D'autre part, le circuit d'air entrant comporte deux soufflantes 4 et 4A en série, avec leurs réfrigérants à air ou à eau respectifs 6 et 6A, et deux turbines de détente d'air 5 et 5A, couplées respectivement aux deux soufflantes.

Dans cette variante, 30 à 40% du débit d'air entrant sont introduits au bout chaud de la ligne d'échange thermique 7 sans surpression, refroidis jusqu'à une première température intermédiaire T1, sortis de la ligne d'échange, turbinés en 5 sensi-

15

20

25

30

35

40

45

50

55

blement jusqu'à la pression de la colonne 9, réintroduits dans la ligne d'échange, et refroidis jusqu'au bout froid de celle-ci, d'où ils sortent via une conduite 31.

Les 60 à 70% restant de l'air entrant sont surpressés en 4 puis en 4A, jusqu'à une pression de l'ordre de 6,5 à 13 bars, puis introduits au bout chaud de la ligne d'échange. Ils sont refroidis jusqu'à une seconde température intermédiaire T2 inférieure à T1, température à laquelle 60 à 70% de ce débit sont sortis de la ligne d'échange et turbinés en 5A, d'où ils sortent sensiblement à la pression de la colonne 9 via une conduite 32.

Les conduites 31, 32 se rejoignent en une conduite 33. L'air véhiculé par cette dernière est de nouveau refroidi en 11 puis injecté dans la colonne, comme précédemment, via la conduite 25.

L'air surpressé non turbiné en 5A poursuit son refroidissement dans la partie froide de la ligne d'échange, où il est liquéfié par vaporisation d'oxygène liquide et d'azote liquide haute pression comme précédemment.

Enfin, un débit d'azote gazeux haute pression du cycle à azote est sorti de la ligne d'échange à une température intermédiaire, détendu à la basse pression du cycle, qui est sensiblement la pression de la colonne 9, dans une turbine 34 munie d'un frein 35, et réinjecté dans la conduite d'azote basse pression du cycle au bout froid de la ligne d'échange.

La présence des deux turbines d'air 5 et 5A améliore les performances de l'installation, tandis que la turbine d'azote 34 permet d'augmenter sa production de liquide (oxygène liquide et/ou azote liquide).

## Revendications

- 1. Procédé de production d'oxygène et/ou d'azote gazeux sous pression et d'au moins un produit liquide au moyen d'une installation comprenant une simple colonne (9) de distillation d'air munie d'un cycle frigorifique à azote, caractérisé en ce que :
  - on comprime l'air à traiter (en 1) jusqu'à une première pression au moins égale à la pression de la simple colonne;
  - on surpresse (en 4; 4, 4A) une partie au moins de l'air jusqu'à une haute pression nettement supérieure à la pression de la simple colonne;
  - on condense (en 7) une fraction de cet air par vaporisation d'oxygène et/ou d'azote liquide soutirés en cuve de colonne et portés par pompage (en 14, 15) à la pression de vaporisation correspondante, et on récupère (en 30, 28) l'oxygène et/ou l'azote gazeux sous pression

- résultants, en tant que produits;
- on sous-refroidit (en 11) l'air ainsi condensé, on le détend au voisinage de la pression de la colonne (en 20, 21), et on en introduit au moins une partie à un niveau intermédiaire de la colonne;
- on détend à la pression de la colonne, avec production de travail extérieur (5, 5A), l'air non utilisé pour vaporiser l'oxygène et/ou l'azote liquide; et
- on soutire de l'installation au moins un produit liquide, que l'on récupère en tant que produit.
- 2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'on soutire en cuve de la simple colonne (9) de l'azote liquide à la haute pression du cycle, sortant du vaporiseur de cuve (18) de la colonne.
- 3. Procédé suivant la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on utilise une partie de l'air condensé et détendu (en 21) pour refroidir le condenseur de tête (19) d'une colonne de production d'argon impur (10) couplée à la simple colonne (9), et on renvoie dans cette dernière l'air gazeux issu de ce condenseur.
- 4. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que ladite détente avec production de travail extérieur comprend la détente dans une première turbine (5) de l'air non surpressé, et la détente dans une seconde turbine (5A) d'une fraction de l'air surpressé.
- 5. Procédé suivant la revendication 4, caractérisé en ce que la seconde turbine (5A) a une température d'aspiration inférieure à celle de la première turbine (5).
- 6. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'on détend en outre au voisinage de la pression de la simple colonne (9), avec production de travail extérieur (en 34), une partie de l'azote à la haute pression du cycle.
- 7. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la pression de la simple colonne (9) est nettement supérieure à la pression atmosphérique.
- 8. Installation de production d'oxygène et/ou d'azote gazeux sous pression et d'au moins un produit liquide au moyen d'une simple colonne (9) de distillation d'air munie d'un cycle frigorifique à azote, caractérisée en ce qu'elle com-

4

20

25

30

40

50

55

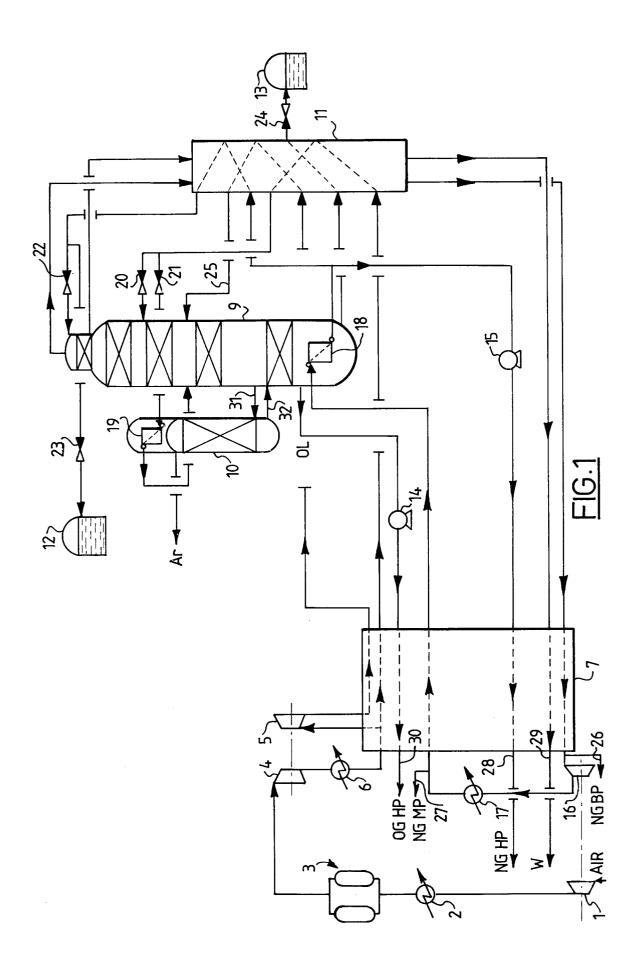
7

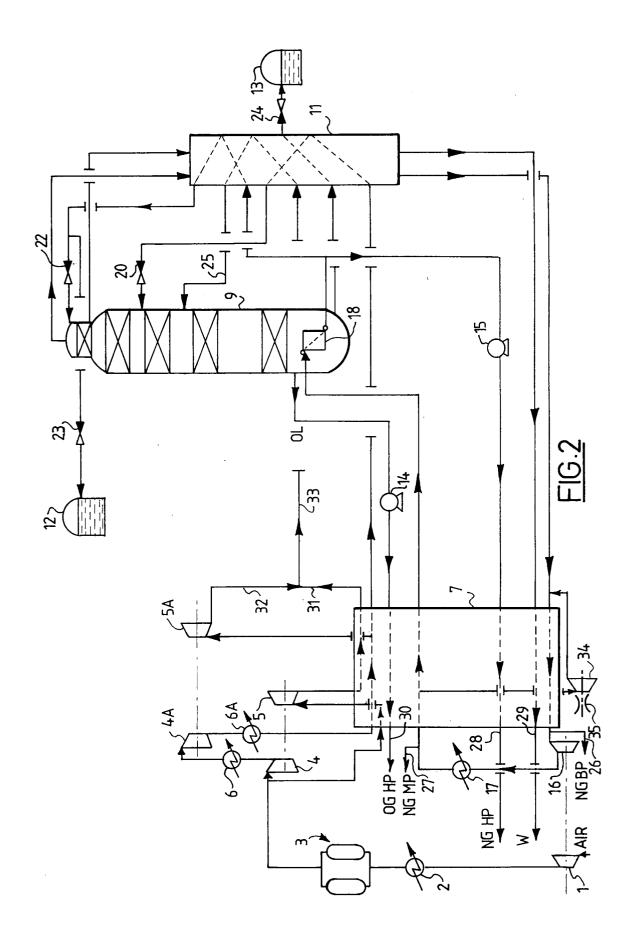
prend:

- un compresseur principal (1) compressant l'air à traiter jusqu'à une première pression au moins égale à la pression de la simple colonne;
- des moyens (4; 4, 4A) pour surpresser une partie au moins de l'air jusqu'à une haute pression nettement supérieure à la pression de la simple colonne;
- au moins une pompe (14, 15) soutirant de l'oxygène liquide et/ou de l'azote liquide de la cuve de la colonne et refoulant dans un échangeur de chaleur (7) adapté pour vaporiser ces liquides en condensant de l'air surpressé;
- des moyens (30, 28) pour récupérer l'oxygène et/ou l'azote gazeux sous pression résultants, en tant que produits;
- des moyens (11) pour sous-refroidir l'air surpressé condensé et pour en introduire au moins une partie à un niveau intermédiaire de la colonne;
- au moins une turbine (5; 5, 5A) pour détendre au voisinage de la pression de la colonne l'air non utilisé pour vaporiser l'oxygène et/ou l'azote liquide; et
- des moyens (12, 13) pour soutirer au moins un produit liquide de l'installation et le récupérer en tant que produit.
- 9. Installation suivant la revendication 8, caractérisée en ce qu'elle comprend en outre une colonne (10) de production d'argon impur couplée à la simple colonne (9) et équipée d'un condenseur de tête (19), des moyens pour alimenter ce condenseur avec une partie de l'air surpressé sous-refroidi, et des moyens pour renvoyer dans la simple colonne l'air gazeux issu de ce condenseur.
- 10. Installation suivant la revendication 8 ou 9, caractérisée en ce qu'elle comprend une première turbine (5) de détente d'au moins une fraction de l'air non surpressé, et une seconde turbine (5A) de détente d'une fraction de l'air surpressé.
- 11. Installation suivant la revendication 10, caractérisée en ce que la seconde turbine (5A) a une température d'aspiration inférieure à celle de la première turbine (5).
- 12. Installation suivant l'une quelconque des revendications 8 à 11, caractérisée en ce qu'elle comprend en outre une troisième turbine (34) de détente au voisinage de la pression de la simple colonne (9) d'une partie de l'azote à la haute pression du cycle.

13. Installation suivant l'une quelconque des revendications 8 à 12, caractérisée en ce que le compresseur principal (1) et le compresseur (16) du cycle frigorifique à azote sont constitués par une machine unique.

5







## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE Numero de la demande

EP 93 40 2907

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS  Citation du document avec indication, en cas de besoin, Revendi			Revendication	lication CLASSEMENT DE LA
atégorie	des parties per		concernée	DEMANDE (Int.Cl.5)
<b>A</b>	GB-A-2 252 616 (THE * résumé * * figure 4 * * page 12, alinéa 3	BOC GROUP) - page 13, alinéa 1	1,8	F25J3/04
A	EP-A-0 413 631 (L'A * résumé * * colonne 4, ligne 30 * * colonne 7, ligne * figures 1,6 *	31 - colonne 5, lign	1,8	
A	EP-A-O 286 314 (THE * résumé * * colonne 5, ligne 54 * * colonne 10, ligne * figure 1 *	49 - colonne 9, ligno	1,8,9 e	
				DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.5)
				F25J
-	résent rapport a été établi pour tou			
		Date d'achèvement de la recherchè	940	Examinateur m T
LA HAYE  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-ècrite P: document intercalaire		E : document o date de dé n avec un D : cité dans l L : cité pour d	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	