



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(21) Numéro de dépôt : **95400752.2**

(51) Int. Cl.⁶ : **F25J 3/04, F25J 3/02**

(22) Date de dépôt : **04.04.95**

(30) Priorité : **12.04.94 FR 9404298**

(43) Date de publication de la demande :
18.10.95 Bulletin 95/42

(84) Etats contractants désignés :
DE FR GB IT

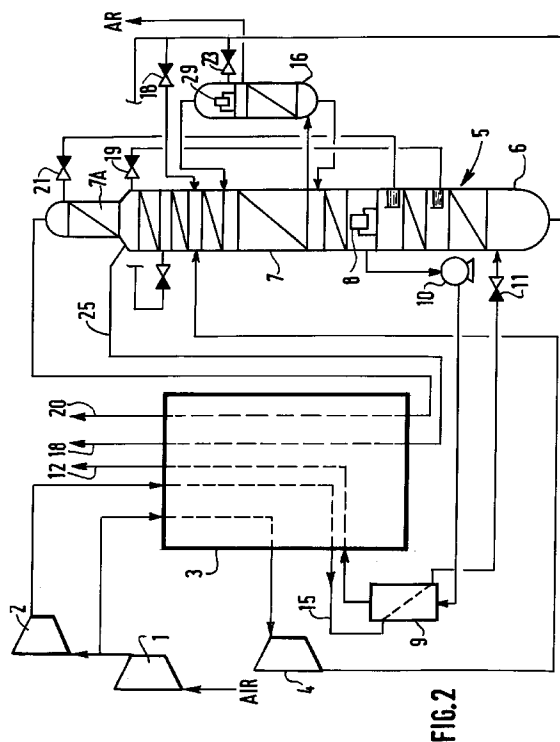
(71) Demandeur : **L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE**
75, Quai d'Orsay
F-75321 Paris Cédex 07 (FR)

(72) Inventeur : **Koeberle, Yves**
43 bis Boulevard Foch
F-94170 Le Perreux Sur Marne (FR)
Inventeur : **Frayssé, Philippe**
15 rue des Richardes
F-92260 Fontenay Aux Roses (FR)

(74) Mandataire : **Mercey, 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 pour la production de l'oxygène par distillation de l'air.**

(57) Dans un procédé de production d'oxygène sous pression, on fait passer de l'oxygène liquide d'une double colonne (5) dans un échangeur (9) où il se vaporise par échange de chaleur avec de l'air d'alimentation qui s'y condense partiellement. La partie restante de l'air d'alimentation détendue par une turbine (4) sert à maintenir le système en froid.



La présente invention est relative à un procédé et une installation pour la production de l'oxygène par distillation d'air et plus particulièrement à un procédé et une installation pour la production de l'oxygène sous pression.

EP-A-422.974 décrit un procédé de production d'oxygène sous pression par distillation cryogénique d'air dans une double colonne. L'oxygène liquide est soutiré de la cuve de la colonne basse pression 7, comme illustré à la figure 1, et se vaporise dans l'échangeur auxiliaire 9 par échange de chaleur avec une fraction de l'air d'alimentation. La partie restante de l'air d'alimentation est divisée en deux débits, dont l'un va directement à la colonne moyenne pression 6, via la conduite 14, et dont l'autre est détendu dans une turbine 4 avant d'être envoyé à la colonne basse pression 7.

Un premier objet de cette invention est de réduire les coûts de l'énergie utilisée par un procédé de production d'oxygène sous pression par rapport à ceux des procédés connus.

Un deuxième objet de cette invention est d'améliorer les rendements d'argon dans le cas où l'installation comprend également une colonne argon alimentée par la colonne basse pression.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de production d'oxygène gazeux sous pression par distillation cryogénique d'air dans une double colonne comprenant une colonne moyenne pression et une colonne basse pression, dans lequel on divise du liquide riche provenant de la colonne moyenne pression en une première et une deuxième fractions liquides que l'on envoie à des niveaux différents dans la colonne basse pression, caractérisé en ce que les niveaux différents sont au dessous d'un niveau de soutirage d'azote impur de la colonne basse pression.

Afin d'améliorer le reflux de la colonne basse pression, on divise le liquide riche de la colonne moyenne pression en une première et une deuxième fractions et on envoie les première et deuxième fractions à des niveaux différents dans la colonne basse pression après sous-refroidissement préalable. Ceci permet notamment d'améliorer sensiblement l'extraction d'argon dans le cas où l'installation comprend également une colonne argon.

Les deux fractions peuvent être envoyées dans la colonne basse pression à des températures différentes, ce afin d'améliorer encore les reflux dans la colonne basse pression et l'extraction d'argon dans le cas où l'installation comprend également une colonne argon.

De préférence, une partie de l'air d'alimentation est détendue avant d'être envoyée à la double colonne, la partie restante de l'air d'alimentation étant partiellement condensée dans l'échangeur auxiliaire.

Quand l'air ne se condense que partiellement dans l'échangeur auxiliaire, l'échange de chaleur avec l'oxygène sous pression s'effectue à une tem-

pérature moyenne plus chaude que s'il se condensait totalement.

Pour un même écart de température dans l'échangeur auxiliaire, on peut donc réduire la pression de l'air. En utilisant un vaporiseur à film comme échangeur auxiliaire, tel que décrit en EP-A-130.122, l'écart de température peut être réduit à une valeur moyenne de 0,6°C.

L'invention a également pour objet une installation de production d'oxygène gazeux sous pression par distillation cryogénique d'air comprenant une double colonne, constituée par au moins une colonne moyenne pression surmontée d'une colonne d'une colonne basse pression, des moyens pour soutirer de l'azote impur de la colonne basse pression, et des moyens pour soutirer du liquide riche de la cuve de la colonne moyenne pression et l'envoyer à deux niveaux différents de la colonne basse pression, situés en dessous du niveau de soutirage de l'azote impur.

L'inconvénient principal des oxytonnes à pompe résulte de la surpression de l'air à sa pression de condensation. Si l'oxygène doit être pompé à des pressions conséquentes telles qu'il soit nécessaire de supprimer l'air à une pression supérieure à celle de la colonne moyenne pression, cette invention ne présente pas d'intérêt puisque l'on dépense globalement plus d'énergie de compression avec cette situation, étant donné que le débit d'air surpressé est approximativement trois fois supérieur à celui du système selon EP-A-422.974, si tout l'air non turbiné passe à l'échangeur auxiliaire.

Si le reflux de tête de la colonne basse pression est faible, lorsqu'on veut séparer l'argon selon une méthode classique de distillation dans une colonne en parallèle avec la colonne basse pression, ceci conduit à un mauvais rendement en argon.

Cette réduction du reflux de tête peut être due à plusieurs facteurs :

Si de l'air est condensé dans un vaporiseur d'oxygène ne participe pas à la distillation dans la colonne moyenne pression et donc ne participe pas au chauffage dans le vaporiseur principal en cuve de la colonne basse pression. Ainsi, la quantité d'azote liquide pour le reflux de tête de la colonne basse pression est réduite.

Il en est de même si l'air turbiné est envoyé uniquement dans la colonne basse pression, réduisant encore plus le reflux de tête de la colonne basse pression.

Pour pallier ces défauts, on proposait dans EP-A-422.974 d'envoyer une partie de l'air condensé dans la colonne moyenne pression, quelques plateaux au-dessus de la cuve pour qu'elle puisse participer, au moins faiblement, à la distillation dans cette colonne.

Or, dans la présente invention, pour compenser les pertes de reflux, due par exemple, au fait que la phase liquide de l'air condensé dans le vaporiseur ex-

térieur se retrouve dans le liquide riche en cuve de la colonne moyenne pression, ce liquide riche est divisé en deux fractions :

- une première fraction est envoyée dans la colonne basse pression à un premier niveau, habituellement au niveau de l'insufflation d'air dans le cas où il y a une turbine d'insufflation ;
- une deuxième fraction est envoyée dans la colonne basse pression à un niveau intermédiaire entre le premier niveau et le niveau de soutirage d'azote impur.

Il est clair que cette disposition des niveaux d'injection peut présenter un intérêt pour des procédés de distribution cryogénique autres que celui décrit dans la présente demande.

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

- la figure 1 représente schématiquement un mode de réalisation de l'installation selon l'art antérieur ; et
- les figures 2 et 3 représentent schématiquement deux modes de réalisation de l'installation conforme à l'invention.

L'installation représentée à la figure 1 comprend essentiellement un compresseur d'air principal 1 à débit variable, par exemple du type centrifuge à aubes mobiles, un surpresseur d'air à aubes mobiles 2, une ligne d'échange thermique 3, une turbine 4 de maintien en froid, un appareil 5 de distillation d'air constitué par une double colonne comprenant elle-même une colonne moyenne pression 6 surmontée d'une colonne basse pression 7 et un minaret 7A, un vaporiseur-condenseur 8, un échangeur de chaleur auxiliaire 9 et une pompe 10. Cette installation est destinée à produire un débit variable d'oxygène gazeux via une conduite 12, sous une pression supérieure à la pression atmosphérique.

Le débit nominal d'air à traiter, comprimé à 6 bar par le compresseur 1, refroidi à la température ambiante et épuré, est divisé en deux fractions. La première fraction est surpressée par le surpresseur 2 et la deuxième fraction passe directement à la ligne d'échange 3 où elle est divisée en deux flux ayant chacun un débit constant :

- un premier flux est refroidi dans des passages de la ligne d'échange; une partie est sortie de cette ligne d'échange après un refroidissement partiel, détendue vers 1 bar dans la turbine 4 et insufflée dans la colonne basse pression 7 au voisinage de son point de rosée ; un second flux poursuit son refroidissement jusqu'au voisinage de son point de rosée sous 6 bar, puis est injecté au bas de la colonne moyenne pression 6 via une conduite 14.

La première fraction surpressée est refroidie jusqu'au voisinage de son point de rosée dans des passages de la ligne d'échange puis condensée dans l'échangeur auxiliaire 9 et est divisée en un premier

débit constant détendu sous 6 bar envoyé dans la colonne moyenne pression via une conduite 16, et un second débit constant détendu vers 1 bar dans une vanne de détente 13 puis injecté dans la colonne basse pression 7.

Le vaporiseur-condenseur 8 vaporise un débit constant d'oxygène liquide en cuve de la colonne basse pression par condensation d'un débit à peu près égal d'azote de tête de la colonne moyenne pression. Du "liquide riche" (air enrichi en oxygène) prélevé en cuve de la colonne moyenne pression et détendu vers 1 bar dans une vanne de détente 18 est injecté à un niveau intermédiaire de la colonne basse pression, et du "liquide pauvre" (azote à peu près pur) prélevé en tête de la colonne moyenne pression et détendu vers 1 bar dans une vanne de détente 19 est injecté au sommet de la colonne basse pression.

De l'azote liquide est injecté au sommet du minaret 7A à travers la vanne de détente 21. De l'azote pur est soutiré du sommet du minaret 7A et envoyé à la ligne d'échange 3 pour y être réchauffé avant de ressortir par la conduite 20. L'azote impur sort par la conduite 25 du sommet de la colonne basse pression 7 et est envoyé à l'extérieur par la conduite 18.

L'oxygène liquide soutiré de la cuve de la colonne basse pression 7 est pompé à la pression de production avant d'être vaporisé dans l'échangeur auxiliaire 9 (constitué par un vaporiseur du type "à film") par échange de chaleur avec l'air qui s'y condense partiellement. L'oxygène vaporisé sort, après réchauffement dans la ligne d'échange 3, par la conduite 12.

Pour produire de l'argon, une fraction riche en argon est soutirée de la partie inférieure de la colonne basse pression 7 et est envoyée à la colonne d'argon 16 pour y être distillée. Cette fraction comprend essentiellement de l'argon et de l'oxygène. Le liquide de cuve résultant de la distillation dans la colonne 16 est renvoyée en partie inférieure de la colonne basse pression 7. Le condenseur de tête 29 de la colonne argon 16 est refroidi par du liquide riche provenant de la cuve de la colonne moyenne pression 6, détendu par la vanne 23, vaporisé et envoyé à la colonne basse pression.

La partie restante du liquide riche de la cuve de la colonne moyenne pression 6 est détendu par la vanne 18 à une pression légèrement au-dessus de la pression atmosphérique et envoyée dans la colonne basse pression 7 par la vanne 18, sensiblement au même niveau que le niveau d'injection de l'air détendu par la turbine 4 (l'air d'insufflation).

L'installation représentée à la figure 2 diffère de l'art antérieur par le fait que tout l'air qui n'est pas surpressé par le surpresseur 2 est envoyé à la turbine 4 pour être détendu et envoyé à la colonne basse pression 7. L'air surpressé et partiellement condensé dans l'échangeur 9 auxiliaire est entièrement injecté en cuve de la colonne moyenne pression 6.

Pour améliorer le rendement en argon, la partie

restante de liquide riche non vaporisée en 29 est divisée en deux fractions : une première fraction est injectée, comme représenté sur la figure 1, après détente par la vanne 18 dans la colonne basse pression 7 au niveau de l'insufflation d'air et la deuxième fraction de liquide riche est envoyée à la colonne basse pression 7, après détente à la pression de celle-ci par la vanne 17, à un niveau intermédiaire entre le niveau d'injection de la première fraction de liquide riche à travers la vanne 18 et le niveau de soutirage d'azote à travers la conduite 25.

Dans le cas où l'oxygène liquide est pressurisé à une pression dite concomitante à la pression de la colonne moyenne pression (c'est-à-dire à environ 2 bar), le système de la figure 2 peut être simplifié.

La variante de la figure 3 ne comporte qu'un seul compresseur d'air 1, tout l'air comprimé étant envoyé soit à la turbine 4, soit à l'échangeur 9. L'air partiellement condensé dans l'échangeur 9 passe entièrement à la cuve de la colonne moyenne pression 6. La dénivellation entre le niveau d'oxygène liquide de la cuve de la colonne BP et son entrée dans le vaporisateur 9 fixe, dans ce cas, la pression de vaporisation de l'oxygène ; la pompe 10 de la figure 2 est donc supprimée.

Si besoin est, on peut sous-refroidir les fractions de liquide riche pour que la température de la fraction injectée au niveau de l'insufflation d'air soit moins élevée que celle de la fraction injectée au niveau intermédiaire.

Cette disposition de l'échangeur 9 permet un gain d'environ 6 % sur la compression de l'air et donc sur l'énergie spécifique de l'oxygène produit.

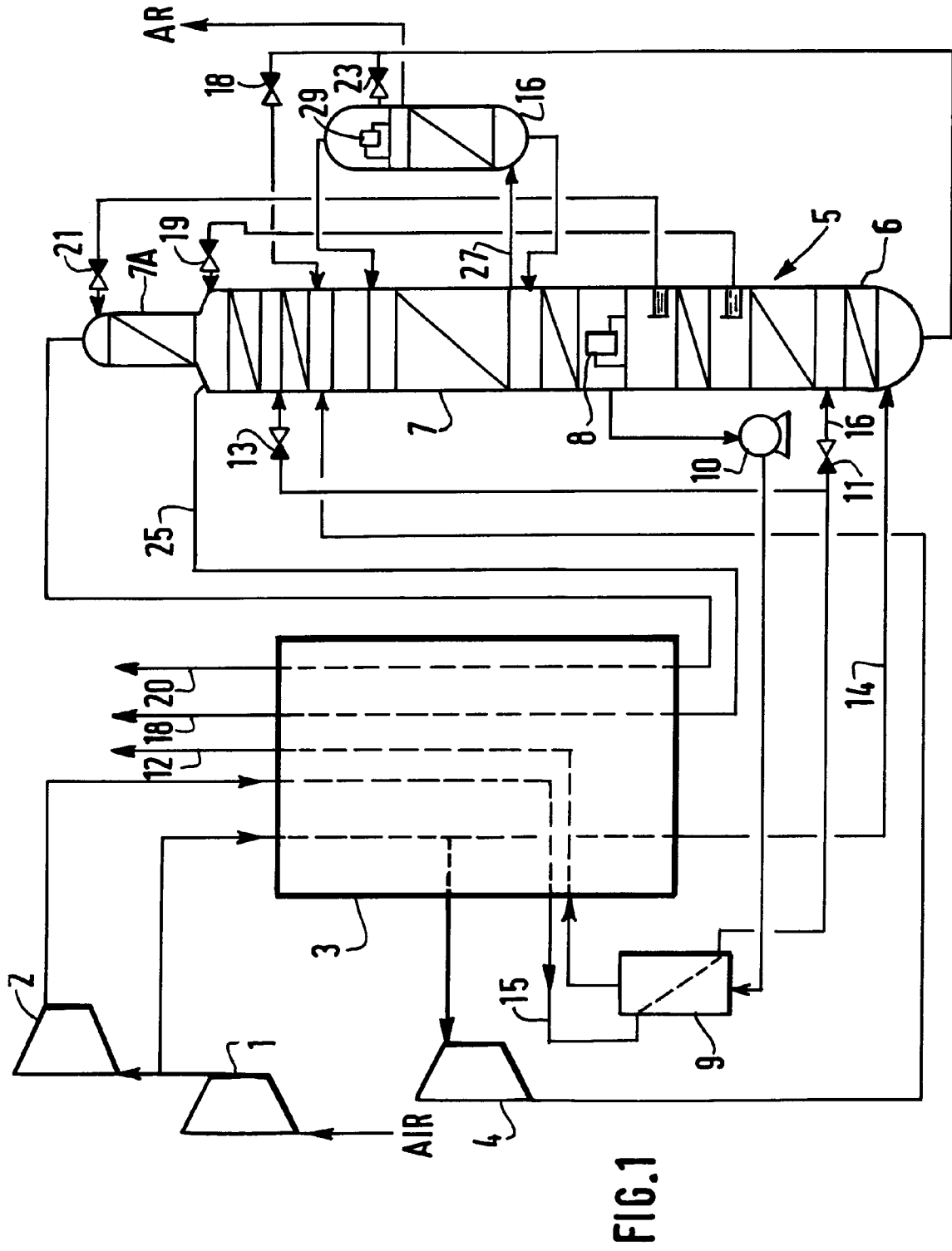
Cette disposition des niveaux d'injection du liquide riche permet d'obtenir un gain de production d'argon d'environ 5 %, en comparaison avec celle de EP-A422.974. Le rendement obtenu avec le procédé de la présente invention est d'environ 80 %.

Revendications

1. Procédé de production d'oxygène gazeux sous pression par distillation cryogénique d'air dans une double colonne (5) comprenant une colonne moyenne pression (6) et une colonne basse pression (7), dans lequel on divise du liquide riche provenant de la colonne moyenne pression en une première et une deuxième fractions liquides que l'on envoie à des niveaux différents dans la colonne basse pression (7), caractérisé en ce que les niveaux différents sont au dessous d'un niveau de soutirage d'azote impur de la colonne basse pression (7).
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel on soutire un fluide enrichi en argon de la colonne basse pression (7) et on le distille dans une co-

lonne (16).

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2 dans lequel on soutire un liquide enrichi en oxygène d'une partie inférieure de la colonne basse pression (7).
4. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel les deux fractions sont refroidies à des températures différentes avant d'être envoyées dans la colonne basse pression (7).
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel, une partie de l'air d'alimentation est insufflée à un niveau intermédiaire de la colonne basse pression (7) et les niveaux d'injection de liquide riche ne sont pas au-dessous de ce niveau intermédiaire.
6. Installation de production d'oxygène gazeux sous pression par distillation cryogénique d'air comprenant une double colonne (5), constituée par au moins une colonne moyenne pression (6) surmontée d'une colonne basse pression (7), des moyens (12) pour soutirer de l'azote impur de la colonne basse pression (25), et des moyens pour soutirer du liquide riche de la cuve de la colonne moyenne pression (6) et l'envoyer à deux niveaux différents de la colonne basse pression (7), situés en dessous du niveau de soutirage de l'azote impur.
7. Installation selon la revendication 6, comprenant une colonne de distillation d'argon (16).
8. Installation selon l'une des revendications 6 et 7, comprenant des moyens (12) pour soutirer un liquide enrichi en oxygène de la partie inférieure de la colonne basse pression (7).
9. Installation selon l'une des revendications 6 à 8, comprenant des moyens pour envoyer le liquide riche dans la colonne basse pression (7) à deux températures différentes.
10. Installation selon l'une des revendications 6 à 9, comprenant des moyens (4) pour envoyer de l'air à un niveau intermédiaire de la colonne basse pression (7) et des moyens pour envoyer les deux fractions de liquide riche à des niveaux dans le voisinage de ou au-dessus du niveau intermédiaire.



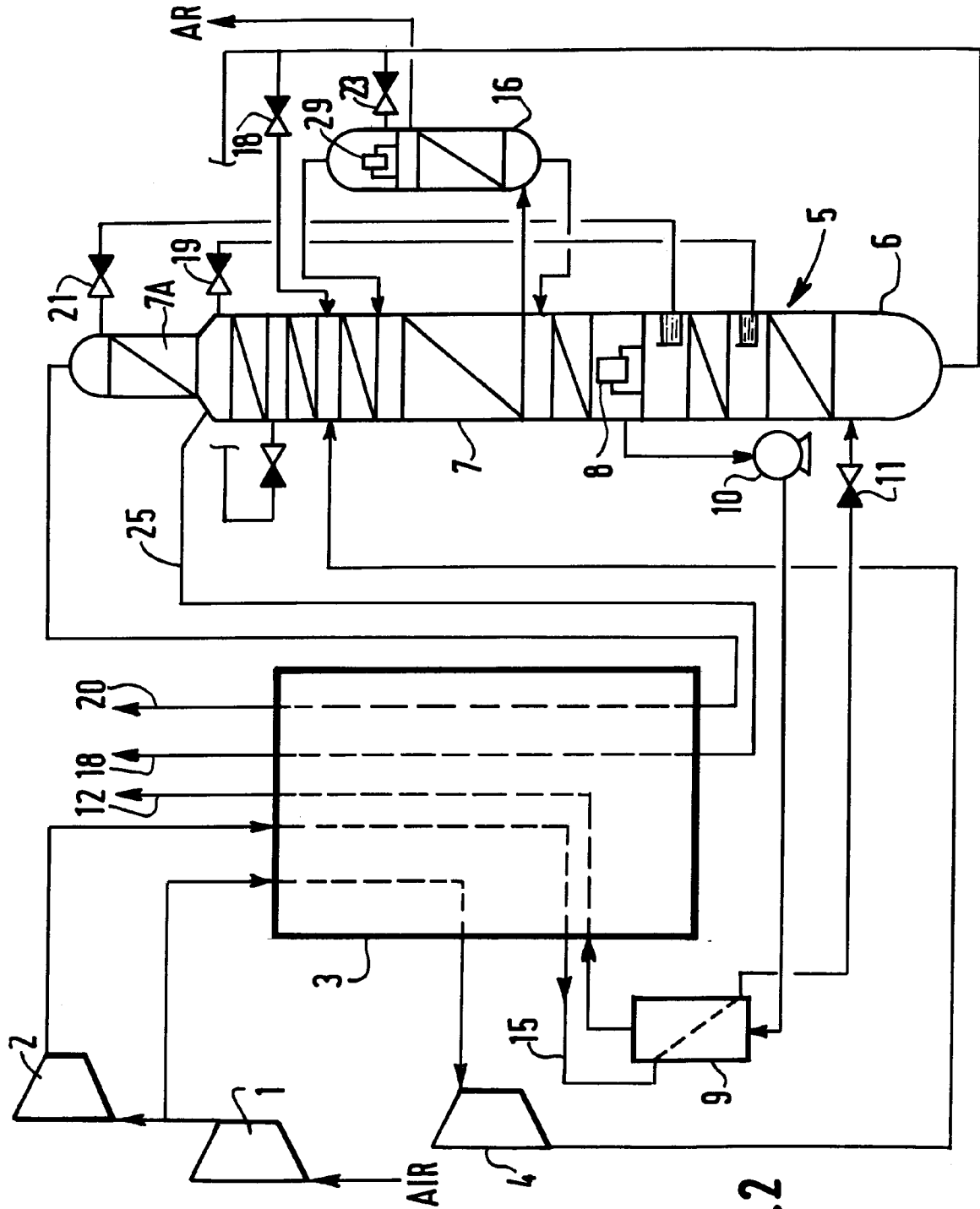


FIG. 2

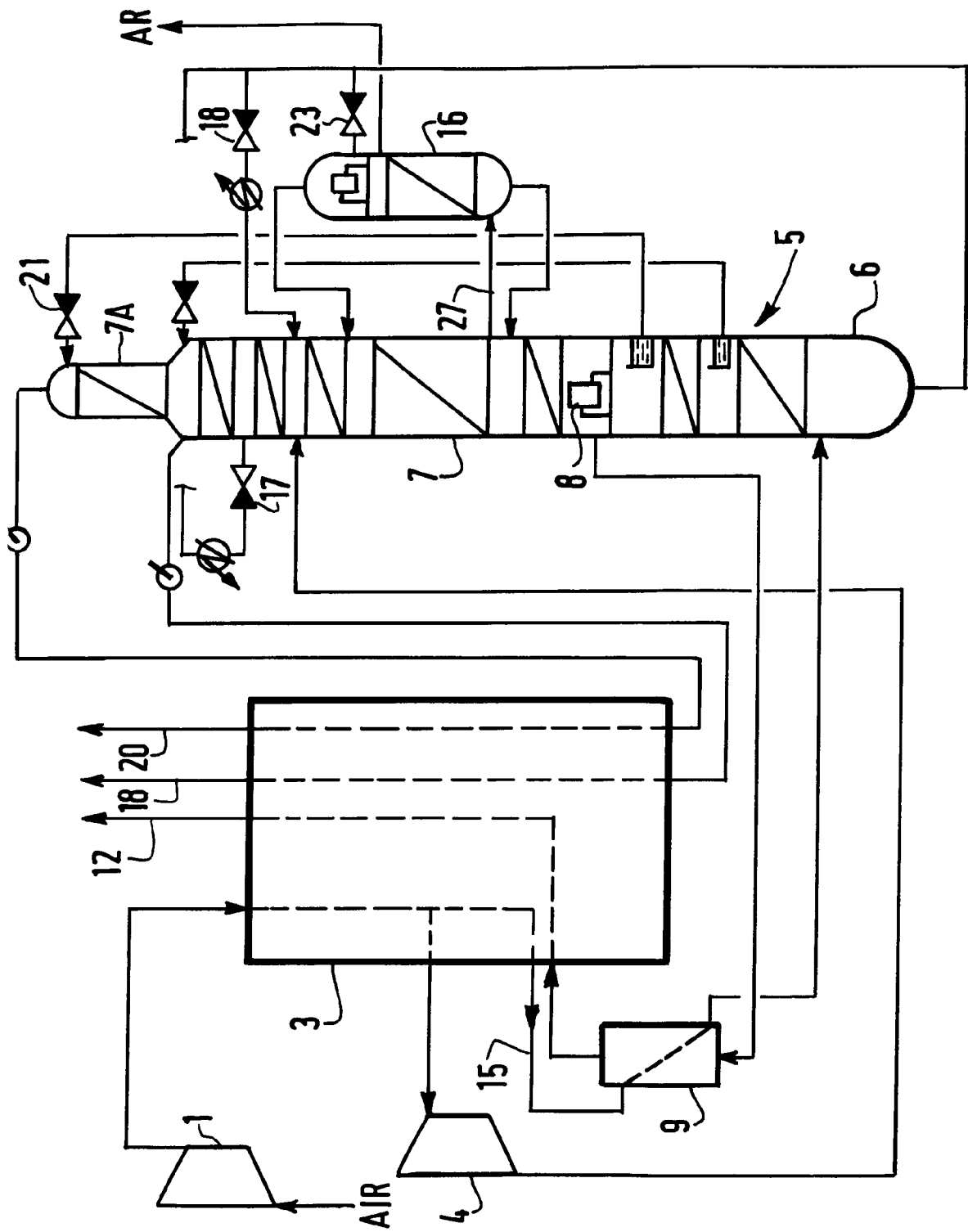


FIG. 3



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 95 40 0752

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.6)
X	EP-A-0 454 327 (THE BOC GROUP PLC) * abrégé * * colonne 7, ligne 29 - colonne 11, ligne 12 * * figure 1 *	1,2,5-10	F25J3/04 F25J3/02
A	---	3	
X	EP-A-0 580 348 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS, INC.) * colonne 5, ligne 49 - colonne 7, ligne 54 * * figure 1 *	1-4,6-9	
A	---	5,10	
A	EP-A-0 357 299 (THE BOC GROUP PLC) * colonne 8, ligne 18 - colonne 12, ligne 24 * * figure 2 *	1,3-6, 8-10	
A	---	2,6,7	
A	US-A-3 214 925 (GESELLSCHAFT FÜR LINDE'S EISMASCHINEN AKTIENGESELLSCHAFT) * colonne 1, alinéa 1 * * colonne 2, ligne 63 - colonne 3, ligne 45 * * figure 1 *	1,3,5,6, 8,10	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6) F25J
A	WO-A-88 01037 (D.C.ERICKSON) * page 6, ligne 13 - page 7, ligne 25 * * figure 1 *	1-10	
A	---	3-7,9,10	
A	US-A-5 228 296 (PRAXAIR TECHNOLOGY, INC.) * colonne 3, ligne 44 - colonne 5, ligne 53 * * figures 1,2 *	1-3,5-8	
	---	-/--	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 11 Juillet 1995	Examinateur Stevnsborg, N
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 (P/MC02)



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 95 40 0752

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.6)
A	FR-A-1 253 717 (UNION CARBIDE CORPORATION) * page 4, colonne de gauche, alinéa 2 - colonne de droite, alinéa 4 * * page 6, colonne de droite, alinéa 3 - page 7, colonne de gauche, alinéa 3 * * figure 3 * -----	1-4,6-9	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 11 Juillet 1995	Examineur Stevnsborg, N
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 01.82 (P04C02)