

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 713 069 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
22.05.1996 Bulletin 1996/21

(51) Int. Cl.⁶: **F25J 3/04**

(21) Numéro de dépôt: **96200235.8**

(22) Date de dépôt: **09.12.1992**

(84) Etats contractants désignés:
BE DE ES FR GB IT NL SE

(30) Priorité: **18.12.1991 FR 9115705**

(62) Numéro de dépôt de la demande initiale en
application de l'article 76 CBE: **92403330.1**

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

(72) Inventeurs:
• **Girault, Jean-Louis
B-99131 Liège (BE)**

• **Mazières, Phillippe
FR-93370 Montfermeil (FR)**
• **Tranier, Jean-Pierre
FR-94800 Villejuif (FR)**

(74) Mandataire: **Mercey, Fiona Susan et al
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)**

Remarques:

Cette demande a été déposée le 02 - 02 - 1996
comme demande divisionnaire de la demande
mentionnée sous le code INID 62.

(54) **Procédé et installation de séparation d'air**

(57) Dans un procédé de séparation d'air, un débit d'oxygène liquide 24 est soutiré de la colonne basse pression 3 et vaporisé dans un échangeur 4. L'air à distiller et un débit d'azote BP comprimé se refroidissent dans l'échangeur 4 contre le débit d'oxygène liquide. Le débit d'azote refroidi est envoyé soit directement à la colonne MP 2, soit à un condenseur 8 de la colonne BP où il se condense.

EP 0 713 069 A1

Description

La présente invention est relative à un procédé de séparation d'air par distillation dans une installation de distillation d'air à double colonne, la double colonne comprenant une colonne moyenne pression et une colonne basse pression.

EP-A-0.042.676 divulgue un procédé dans lequel :

- on refroidit un débit d'air et on l'envoie à la colonne moyenne pression ;
- on sépare l'air par distillation dans la colonne moyenne pression pour produire un fluide enrichi en oxygène et un fluide enrichi en azote ;
- on envoie lesdits fluides à la colonne basse pression ;
- on soutire un liquide riche en oxygène de la colonne basse pression et on le vaporise; et
- on soutire un gaz enrichi en azote de la colonne basse pression.

Dans le procédé de EP-A-0.042.676, de l'azote est soutiré de la colonne moyenne pression, réchauffé à la température ambiante, comprimé à une pression élevée, liquéfié et renvoyé à la colonne moyenne pression.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé caractérisé en ce que :

- on comprime le gaz enrichi en azote soutiré de la colonne basse pression, on le refroidit et on envoie le fluide refroidi à la colonne moyenne pression ;
- on vaporise le liquide riche en oxygène par échange de chaleur avec le débit d'air.

L'invention a également pour objet un appareil de production de produit gazeux comprenant un compresseur d'air, un échangeur de chaleur, une colonne moyenne pression, une colonne basse pression, des moyens pour envoyer de l'air à la colonne moyenne pression via l'échangeur de chaleur, des moyens pour soutirer un liquide de la cuve de la colonne basse pression et pour envoyer le liquide à l'échangeur de chaleur, caractérisé en ce qu'il comprend un premier compresseur d'azote, des moyens pour envoyer un fluide enrichi en azote de la colonne basse pression au premier compresseur d'azote, du premier compresseur d'azote au moyen de refroidissement du moyen de refroidissement directement ou indirectement à la colonne moyenne pression.

Suivant d'autres caractéristiques, l'appareil comprend des moyens pour :

- pressuriser le liquide avant de l'envoyer à l'échangeur de chaleur ;
- comprimer un gaz de tête de la colonne moyenne pression et des moyens pour envoyer le gaz de tête comprimé à l'échangeur de chaleur ;
- envoyer le fluide comprimé enrichi en azote à un condenseur de cuve de la colonne basse pression.

Des exemples de mise en oeuvre de l'invention vont maintenant être décrits en regard des dessins annexés sur lesquels les figures 3 et 4 représentent schématiquement deux modes de réalisation de l'installation de distillation d'air conforme à l'invention et les figures 1 et 2 représentent d'autres modes de réalisation d'une installation de distillation d'air.

L'installation représentée à la figure 1 est destinée à produire de l'oxygène à une pureté de l'ordre de 85 % sous une pression de l'ordre de $7,4 \times 10^5$ Pa abs. Elle comprend essentiellement une double colonne 1 de distillation d'air constituée d'une colonne moyenne pression (ou "colonne MP") 2 fonctionnant sous $15,7 \times 10^5$ Pa abs. et d'une colonne basse pression (ou "colonne BP") 3 fonctionnant sous $6,3 \times 10^5$ Pa abs, une ligne d'échange thermique principale 4, un sous-refroidisseur 5, un vaporiseur-condenseur auxiliaire 6 et une turbine 7 d'insufflation d'air dans la colonne basse pression. La colonne 3 est superposée à la colonne 2 et contient en cuve un vaporiseur-condenseur 8 et, au-dessus de celui-ci, un second vaporiseur-condenseur 9.

L'air à distiller arrive sous la moyenne pression via une conduite 10 et pénètre dans la ligne d'échange 4. La majeure partie de cet air est refroidie jusqu'au voisinage de son point de rosée et sort au bout froid de la ligne d'échange à une température intermédiaire, détendu à la basse pression dans la turbine 7 pour assurer le maintien en froid de l'installation, et insufflé à un niveau intermédiaire dans la colonne BP 3.

Une fraction de l'air entièrement refroidi est introduit, via une conduite 11, à la base de la colonne MP 2, et le reste est condensé dans le vaporiseur-condenseur 6 ; une partie du liquide obtenu est introduite via une conduite 12 en un point intermédiaire de la colonne 2, et le reste est, après sous-refroidissement en 5 et détente dans une vanne de détente 13, introduit en un point intermédiaire de la colonne BP 3.

Le "liquide riche" (air enrichi en oxygène) recueilli en cuve de la colonne MP est, après sous-refroidissement en 5 et détente dans une vanne de détente 14, introduit en un point intermédiaire de la colonne BP. De même, du "liquide pauvre" (azote impur) soutiré en un point intermédiaire de la colonne MP est, après sous-refroidissement en 5 et détente dans une vanne de détente 15, introduit au sommet de la colonne BP.

L'azote à peu près pur produit en tête de la colonne MP est pour partie évacué de l'installation en tant que produit, après réchauffement dans la ligne d'échange, via une conduite 16 et, pour le reste, envoyé sous forme gazeuse via une conduite 17, sous la moyenne pression, dans le vaporiseur-condenseur supérieur 9. Après condensation, cet azote est renvoyé en reflux en tête de la colonne MP via une conduite 18.

De plus, de l'azote impur gazeux, soutiré en un point intermédiaire de la colonne 2 et, dans cet exemple, au même niveau que le liquide pauvre, est envoyé via une conduite 19, sous la moyenne pression, dans le vaporiseur-condenseur inférieur 8. Le liquide ainsi obtenu est

renvoyé en reflux dans la colonne MP, à peu près au même niveau, via une conduite 20.

Les courants de fluides sortant de la double colonne sont :

- au sommet de la colonne MP, de l'azote moyenne pression, dont il a été question plus haut ;
- au sommet de la colonne BP, de l'azote impur, constituant le gaz résiduaire de l'installation. Cet azote impur, après réchauffement dans le sous-refroidisseur 5 et dans la ligne d'échange 4, est évacué via une conduite 21 ; et
- en cuve de la colonne BP, de l'oxygène impur liquide. Ce liquide est soutiré via une conduite 22, comprimé par une pompe 23 à la pression de production ($7,4 \times 10^5$ Pa abs dans cet exemple), puis vaporisé dans le vaporiseur-condenseur 6 en condensant la fraction d'air moyenne pression qui traverse ce dernier, puis réchauffé sous forme gazeuse dans la ligne d'échange et évacué de l'installation via une conduite de production 24.

En variante, la pompe 23 pourrait être supprimée, l'oxygène impur étant alors vaporisé en 6 sous la basse pression.

La description ci-dessus montre que, pour un écart de température donné dans le vaporiseur-condenseur 8, la température du liquide de cuve de la colonne BP est déterminée par celle du gaz condensé dans ce vaporiseur-condenseur. Comme il s'agit d'un gaz intermédiaire de la colonne MP, plus chaud que l'azote de tête de cette colonne, la température du liquide de cuve, qui est l'oxygène impur, est relativement élevée. Par suite, pour une pureté désirée de cet oxygène impur, la pression de la colonne BP, c'est-à-dire la basse pression, peut être augmentée. Finalement, on obtient de l'oxygène impur et de l'azote impur sous une pression accrue, ce qui permet de réaliser des économies sur leur valorisation, par exemple sur l'énergie nécessaire pour comprimer l'azote impur à la pression voulue dans une turbine à gaz (non représentée) coupée à l'installation, par exemple de la manière décrite dans le brevet US-A-4.224.045 précité.

Dans ce contexte, le vaporiseur-condenseur supérieur 9 sert à fournir le reflux nécessaire en tête de la colonne MP.

Si les températures des deux gaz alimentant les deux vaporiseurs-condenseurs sont nettement différentes l'une de l'autre, il est nécessaire de prévoir un certain nombre de plateaux de distillation 25 entre ces vaporiseurs-condenseurs. Dans le cas contraire, ces plateaux peuvent être supprimés, ce qui simplifie la construction de la colonne BP, les deux vaporiseurs-condenseurs pouvant même être intégrés en un seul échangeur de chaleur. C'est pourquoi les plateaux 25 ont été représentés en trait interrompu.

L'installation représentée à la figure 2 ne diffère de la figure 1 que par les points suivants :

L'oxygène impur est soutiré sous forme gazeuse de la colonne BP 3, et est simplement réchauffé dans la ligne d'échange 4 avant son évacuation via la conduite 24. Ceci est particulièrement intéressant lorsque l'oxygène impur est désiré sous la basse pression. En conséquence, le vaporiseur-condenseur 6 est supprimé.

De plus, une fraction de l'air moyenne pression, refroidi au voisinage de son point de rosée est envoyée, via une conduite 26, dans le vaporiseur-condenseur inférieur 8 à la place du gaz intermédiaire de la figure 1. Ce gaz intermédiaire, quant à lui, alimente un vaporiseur-condenseur intermédiaire 27 situé entre les vaporiseurs-condenseurs inférieur 8 et supérieur 9. Comme précédemment, il peut y avoir ou non des plateaux entre les paires de vaporiseurs-condenseurs. L'air liquéfié issu du vaporiseur-condenseur 8 est envoyé pour partie, via une conduite 28, dans la colonne MP et pour partie, après sous-refroidissement en 5 et détente dans la vanne de détente 13, dans la colonne BP.

Par rapport à la solution de la figure 1, on obtient une température plus élevée en cuve de la colonne BP, ce qui est favorable à l'augmentation de la basse pression. En revanche, on doit vaporiser un liquide plus riche en oxygène que l'oxygène impur à produire, ce qui tend à réduire la basse pression.

Ce dernier inconvénient est supprimé dans l'installation de la figure 3 qui permet de produire l'oxygène impur sous une pression élevée, et qui diffère de la précédente par les points suivants :

D'une part, l'oxygène impur est soutiré sous forme liquide de la cuve de la colonne BP, puis est amené par une pompe 23 à la pression de production désirée, puis vaporisé et réchauffé sous cette pression dans la ligne d'échange 4 avant d'être évacué de l'installation via la conduite 24.

D'autre part, pour compenser la perte de reflux dans la colonne MP résultant du soutirage d'oxygène liquide en cuve de la colonne BP, il est prévu un cycle azote, dit cycle de soutien de rectification, qui est utilisé en même temps pour assurer la vaporisation de l'oxygène impur : une partie de l'azote produit en tête de la colonne 3 (laquelle, dans ce cas, possède en tête un "minaret" 30 qui est alimenté à son sommet par de l'azote liquide pur provenant du vaporiseur-condenseur supérieur 9 et qui, par suite, produit de l'azote pur sous la basse pression) est, après réchauffement dans la ligne d'échange, comprimée par un compresseur 31 à la moyenne pression. Cet azote moyenne pression, réuni à un courant d'azote moyenne pression prélevé sur la conduite 16, est comprimé de nouveau par un compresseur 33 à une pression de vaporisation de l'oxygène impur comprimé par la pompe 23, liquéfié dans la ligne d'échange puis, après détente dans une vanne de détente 34, introduit en reflux en tête de la colonne MP.

L'installation de la figure 4 comporte également une colonne BP 3 à minaret 30. Toutefois, contrairement au cas précédent, c'est de l'air haute pression, surpressé à une pression de vaporisation de l'oxygène impur par un surpresseur 35, qui assure la vaporisation de l'oxygène

impur dans la ligne d'échange 4. Dans cet exemple, cet air est, après liquéfaction et détente dans une vanne de détente 36 et dans la vanne de détente 13, réparti entre les deux colonnes 2 et 3. Par conséquent, le compresseur 33 et la vanne de détente 34 de la figure 3 sont supprimés. 5

De plus, l'azote issu du compresseur 31, comprimé à une pression supérieure à la moyenne pression, alimente sous forme gazeuse, après refroidissement dans la ligne d'échange, le vaporiseur-condenseur inférieur 8, et l'azote liquide résultant est, après détente dans une vanne de détente 37, réuni à l'azote liquide moyenne pression issu du vaporiseur-condenseur supérieur 9. Ceci présente l'avantage de permettre un réglage de la température de la cuve de la colonne BP, et donc de la pression de cette colonne, par réglage de la pression de l'azote alimentant le vaporiseur-condenseur 8. Cette pression d'azote peut être choisie entre la moyenne pression et la pression pour laquelle l'azote se condense au bout froid de la ligne d'échange. 10 15 20

Revendications

1. Procédé de production d'oxygène par distillation d'air dans une installation de distillation d'air à double colonne (1), la double colonne comprenant une colonne moyenne pression (2) et une colonne basse pression (3), dans lequel :
 - on refroidit un débit d'air et on l'envoie à la colonne moyenne pression (2) ;
 - on sépare l'air par distillation dans la colonne moyenne pression en un fluide enrichi en oxygène et un fluide enrichi en azote ;
 - on envoie lesdits fluides à la colonne basse pression ;
 - on soutire un liquide riche en oxygène de la colonne basse pression et on le vaporise ;
 - on soutire un gaz enrichi en azote de la colonne basse pression, caractérisé en ce que :
 - on comprime le gaz enrichi en azote soutiré de la colonne basse pression, on le refroidit et on envoie le fluide refroidi à la colonne moyenne pression ;
 - on vaporise le liquide riche en oxygène par échange de chaleur avec le débit d'air.
2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel on vaporise le liquide en oxygène par échange de chaleur avec le gaz comprimé enrichi en azote.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le gaz enrichi en azote est réchauffé avant d'être comprimé.
4. Procédé selon la revendication 1, 2 ou 3, dans lequel on vaporise le liquide riche en oxygène contre une partie de la vapeur enrichie en azote qui a été comprimée.
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel le gaz enrichi en azote se liquéfie par échange de chaleur avec le liquide riche en oxygène.
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 dans lequel le gaz enrichi en azote comprimé et refroidi est envoyé à un condenseur-vaporiseur (8) de la colonne basse pression où il se condense pour former du reflux.
7. Appareil de production de produit gazeux comprenant :
 - un compresseur d'air ;
 - un échangeur de chaleur (4) ;
 - une colonne moyenne pression (2) ;
 - une colonne basse pression (3) ;
 - des moyens pour envoyer de l'air à la colonne moyenne pression via l'échangeur de chaleur ;
 - des moyens pour soutirer un liquide de la cuve de la colonne basse pression et pour envoyer le liquide à l'échangeur de chaleur,
 caractérisé en ce qu'il comprend un premier compresseur d'azote (31), des moyens pour envoyer un fluide enrichi en azote de la colonne basse pression au premier compresseur d'azote, du premier compresseur d'azote au moyen de refroidissement (4) du moyen de refroidissement (4) directement ou indirectement à la colonne moyenne pression.
8. Appareil selon la revendication 7 comprenant des moyens pour pressuriser le liquide avant de l'envoyer à l'échangeur de chaleur (4).
9. Appareil selon l'une des revendications 7 et 8 dans lequel on envoie le fluide enrichi en azote du premier compresseur d'azote à un moyen de refroidissement (4) constitué par l'échangeur de chaleur.
10. Appareil selon l'une des revendications 7, 8 ou 9 comprenant des moyens pour comprimer un gaz de tête de la colonne moyenne pression (2) et des moyens pour envoyer le gaz de tête comprimé à l'échangeur de chaleur (4).
11. Appareil selon l'une des revendications 7, 8 ou 9 comprenant des moyens pour envoyer le fluide comprimé enrichi en azote de l'échangeur de chaleur à un condenseur de cuve (8) de la colonne basse pression et ensuite à la colonne moyenne pression (2).

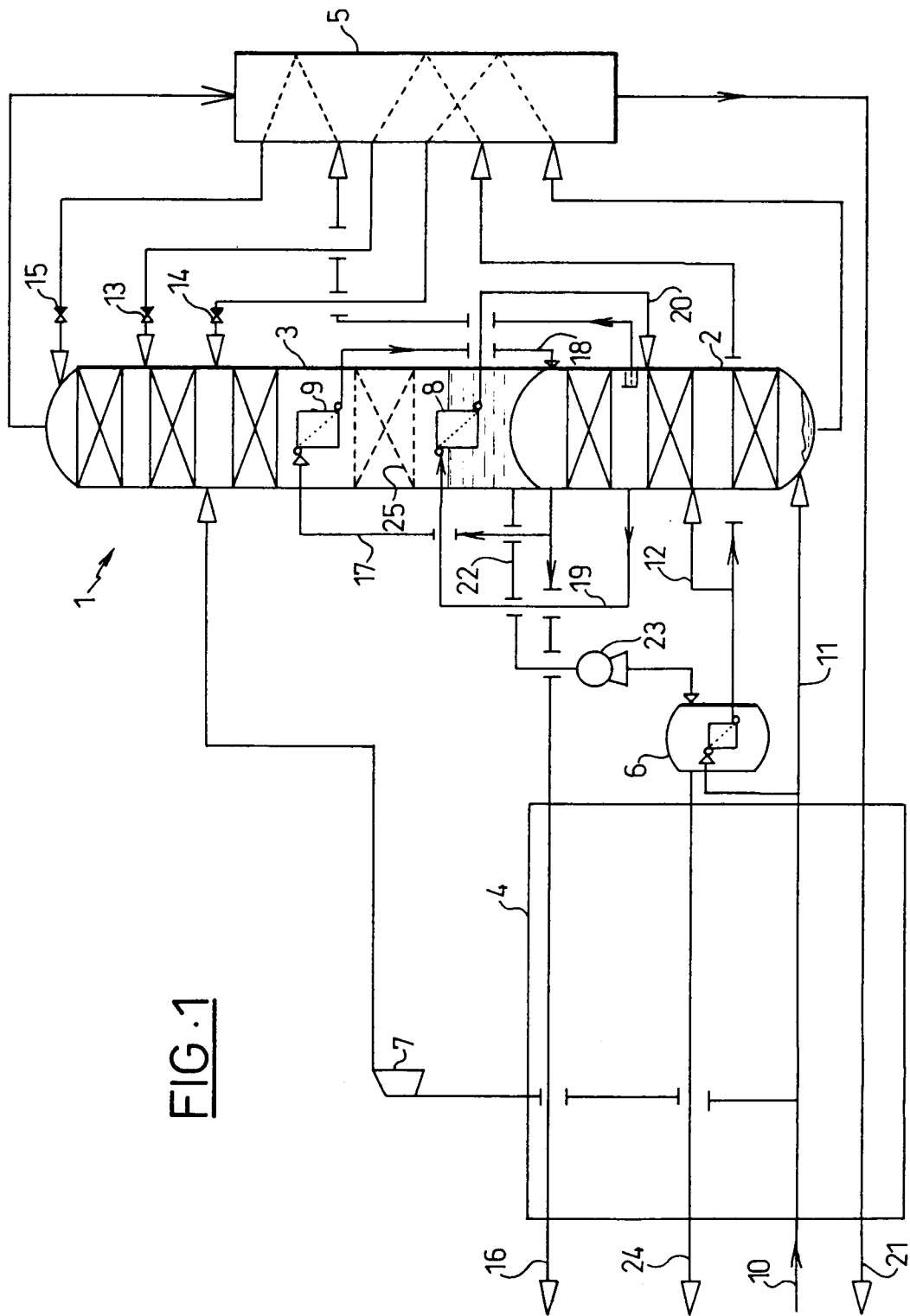


FIG. 1

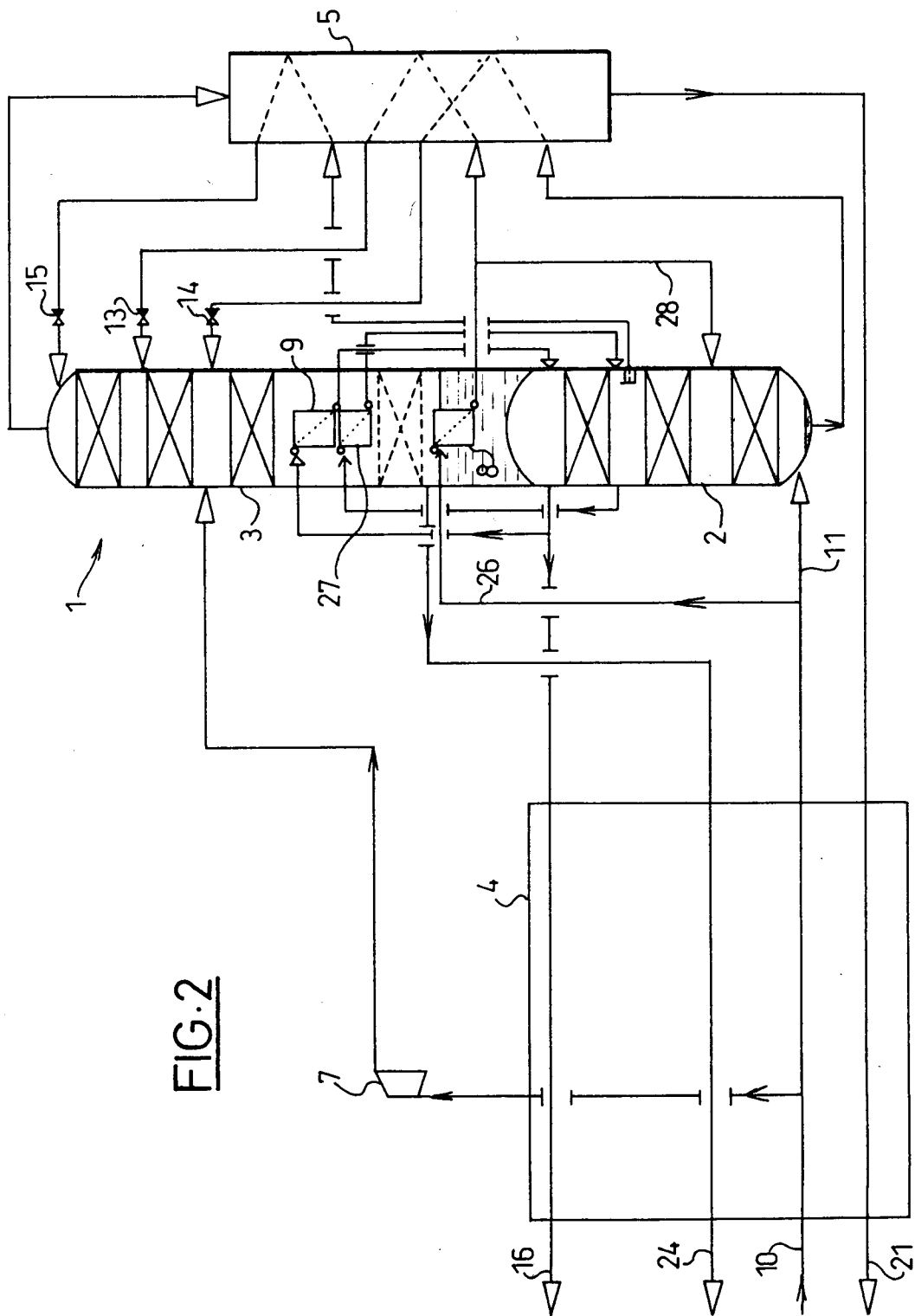


FIG. 2

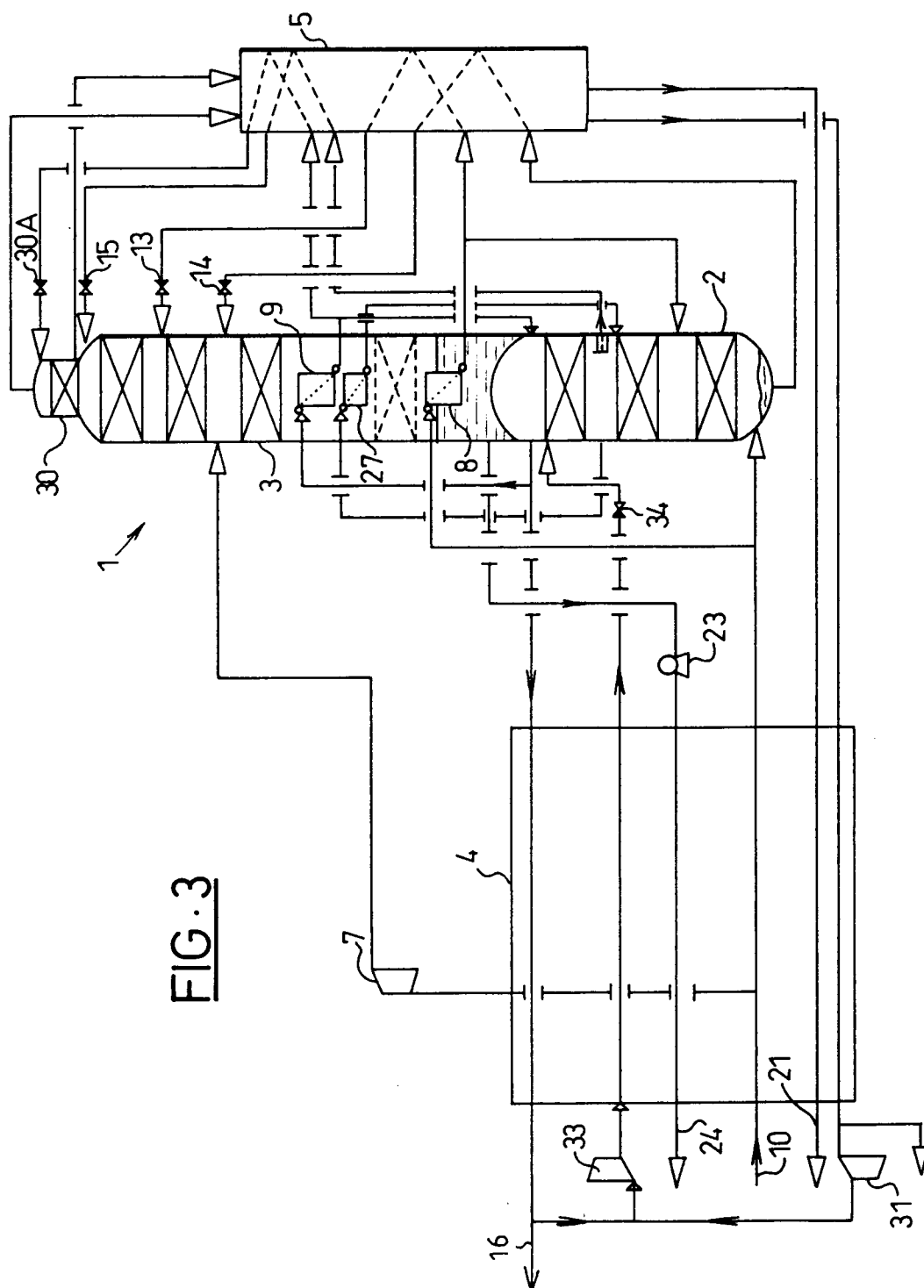


FIG. 3

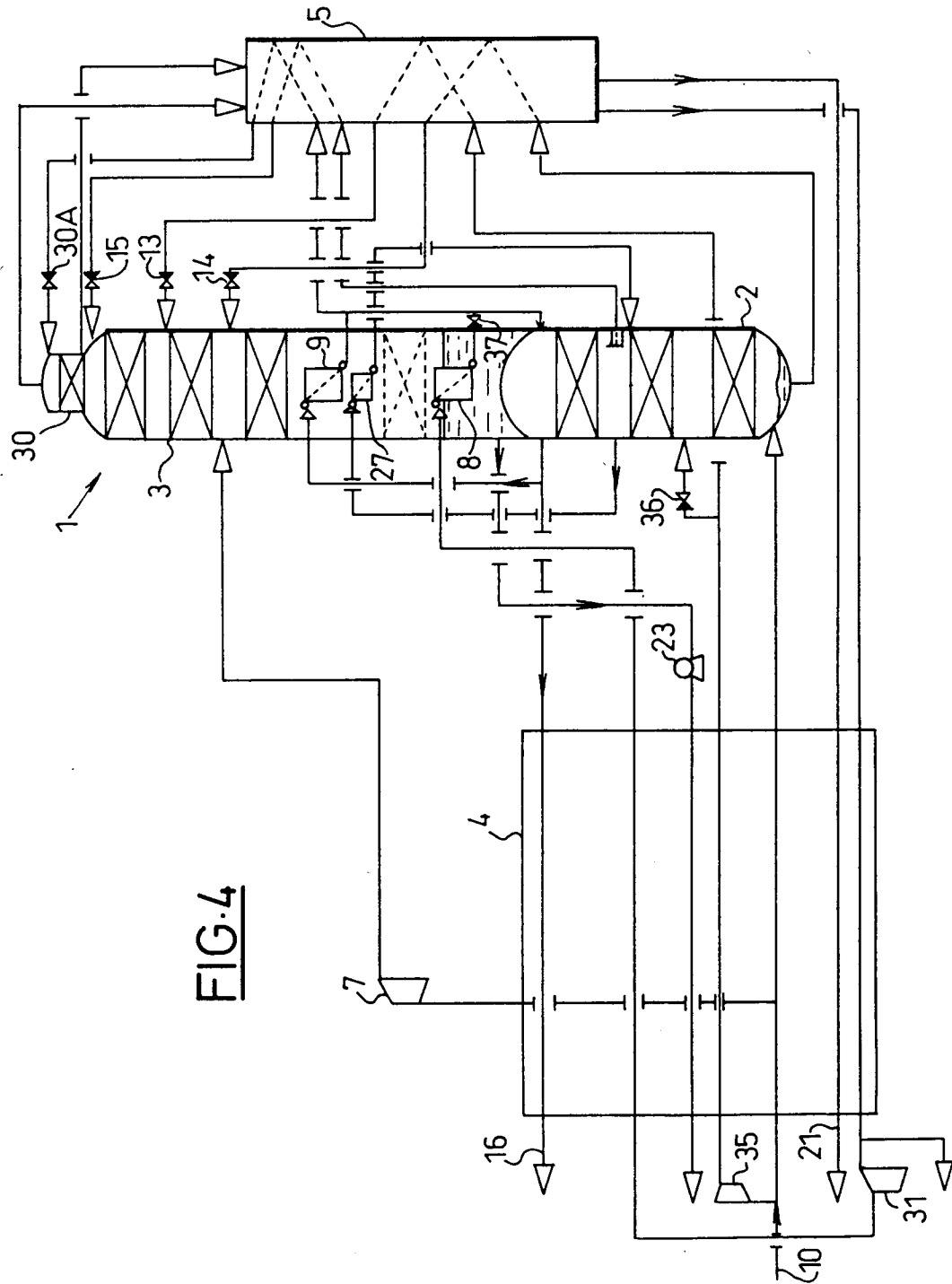


FIG. 4



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 96 20 0235

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)
X	EP-A-0 384 483 (LINDE) * revendications 1,5-7; figure *	1-5,7-10	F25J3/04
A,D	EP-A-0 042 676 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS) * revendications; figures *	6,11	
			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 7 Mars 1996	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 03.82 (P04C02)