(11) **EP 0 869 322 A1** 

(12)

### **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:

07.10.1998 Bulletin 1998/41

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

(21) Numéro de dépôt: 98400803.7

(22) Date de dépôt: 03.04.1998

(84) Etats contractants désignés:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE

Etats d'extension désignés:

AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: 03.04.1997 FR 9704083

(71) Demandeur: L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR

L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE

75321 Paris Cédex 07 (FR)

(72) Inventeurs:

 Pelle, Martine 77330 Ozoir-La-Ferriere (FR)

 Rieth, Norbert 75014 Paris (FR)

(74) Mandataire: Conan, Philippe Claude et al

L'Air Liquide S.A.,

DSPI,

Services Brevets et Marques,

75 Quai d'Orsay

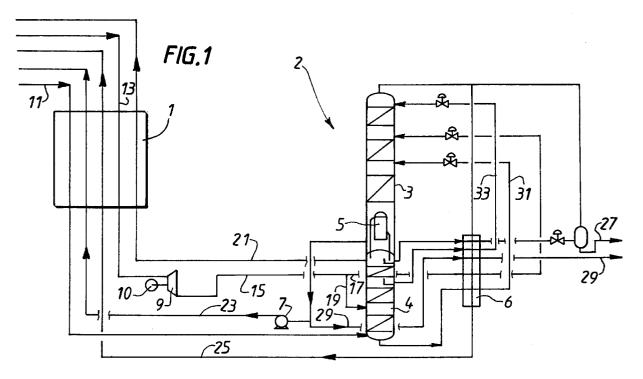
75321 Paris Cedex 07 (FR)

## (54) Procédé et installation de séparation d'air par distillation cryogénique

(57) Dans un procédé de distillation d'air, un débit de liquide pressurisé se vaporise dans la ligne d'échange principale (1) par échange de chaleur avec de l'air

ou de l'azote.

Les frigories nécessaires sont produites par une ou plusieurs turbines hydrauliques (9, 39) produisant des débits comprenant au moins 95 % de liquide.



EP 0 869 322 A1

5

20

25

40

45

50

#### Description

La présente invention est relative à un procédé et une installation de séparation d'air par distillation cryogénique.

La séparation d'air par voie cryogénique implique l'utilisation d'une génération de froid ou d'une source de froid.

Il est connu de détendre avec travail extérieur des gaz sous pression, introduits dans une machine de détente à des températures nettement supérieures à leur point de rosée.

FR-A-2 335 809 décrit un appareil à une seule turbine qui fournit toutes les frigories nécessaires au procédé. Le gaz détendu dans la turbine peut être l'air ou l'azote moyenne pression. De l'air supressé est liquéfié par échange de chaleur avec de l'oxygène liquide sous pression qui se vaporise.

US-A-5 564 290 décrit un procédé dans lequel de l'air pressurisé, condensé par la vaporisation de l'oxygène liquide pompé, se vaporise ensuite dans une turbine afin de produire un débit diphasique.

Il est également connu de tenir en froid un appareil au moins partiellement par biberonnage de liquides cryogéniques dans les colonnes de distillation.

Les turbines hydrauliques connues produisent un fluide qui est généralement sous forme liquide.

La présente invention a pour but d'améliorer les performances énergétiques des appareils connus.

Selon l'invention, il est prévu un procédé de séparation d'air par distillation cryogénique dans lequel l'air se refroidit dans un échangeur principal et est envoyé à une colonne de distillation d'un appareil comprenant au moins une colonne de distillation où il se sépare en un liquide enrichi en oxygène et une vapeur enrichie en azote, et un débit de liquide pressurisé provenant de l'appareil se vaporise dans l'échangeur principal, les frigories nécessaires au procédé étant générées par détente d'un fluide calorigène dans une ou plusieurs turbines caractérisé en ce que la ou toutes les turbines de l'appareil produisent au refoulement un débit qui est au moins 95 % liquide, notamment 100 % liquide.

Selon d'autres aspects de l'invention, il est prévu un procédé dans lequel :

- le fluide calorigène entre dans la(les) turbine(s) sous forme liquide ou sous une pression au dessus de la pression supercritique.
- le fluide calorigène entrant dans la(les) turbine(s) provient du bout froid de l'échangeur principal.
- le fluide calorigène est de l'air ou un fluide provenant de l'appareil de séparation.
- le liquide pressurisé est enrichi en oxygène, en azote ou en argon.
- la turbine constitue la seule turbine de l'appareil.
- deux turbines détendent successivement le même fluide calorigène.
- l'appareil comprend une double colonne, constituée

- par une colonne moyenne pression et une colonne basse pression.
- l'appareil comprend également une colonne argon alimentée par un débit enrichi en argon provenant de la colonne basse pression.
- on envoie le débit détendu dans la(les) turbine(s) à la colonne moyenne pression et/ou à la colonne basse pression.

Une seule turbine hydraulique permet de tenir en froid sans l'aide d'une turbine qui détend du gaz à une pression en-dessous de la pression supercritique. Cette réduction en investissement est rendue possible par l'amélioration des performances des échangeurs à plaque ( $\Delta T$  minimal entre 2 °C et 1 °C) d'où de faibles pertes par écart et à cause des rendements améliorés des turbines hydrauliques des dernières générations.

Selon l'invention, il est également prévu une installation de séparation d'air par distillation cryogénique comprenant :

au moins une colonne de distillation,

un échangeur de chaleur,

des moyens pour envoyer de l'air à l'échangeur de chaleur et de l'échangeur de chaleur à une colonne de distillation,

des moyens pour soutirer un liquide d'une colonne de distillation et pour le pressuriser.

des moyens pour envoyer le liquide pressurisé à l'échangeur de chaleur,

une ou plusieurs turbines de détente, alimentée(s) par un fluide calorigène

caractérisée en ce que la seule (ou les seules) turbine(s) de l'installation sont capables de produire au refoulement un débit qui est au moins 95 % liquide.

L'invention se révèle particulièrement avantageuse dans le cas où il y a une production d'argon, car elle améliore le taux de reflux à l'intérieur de la colonne principale.

Dans le cas où le fluide calorigène destiné à la turbine hydraulique soit du bout froid de l'échangeur, ceci permet une réduction des coûts de fabrication de l'échangeur.

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

- les figures 1 à 4 représentent respectivement, de façon schématique, quatre modes de réalisation selon l'invention.

L'installation de production d'oxygène gazeux sous pression représentée sur la figure 1 comprend essentiellement une ligne d'échange thermique 1 destinée à refroidir l'air à traiter par échange de chaleur indirect à contre-courant avec des produits froid; un appareil de distillation d'air 2 du type à double colonne, constitué

20

25

essentiellement d'une colonne moyenne pression 4 surmontée d'une colonne basse pression 3, avec un vaporiseur-condenseur 5 mettant en relation d'échange thermique indirect la vapeur de tête (azote) de la colonne 4 et le liquide de cuve (oxygène) de la colonne 3, un sousrefroidisseur 6, une turbine de détente d'air 9 et une pompe d'oxygène liquide 7.

De l'air à traiter 11 à entre 5 et 7 bars entre dans la ligne d'échange 1 et est refroidi jusqu'à environ sa température de rosée. Cet air entre alors dans la colonne moyenne pression 5 où il est séparé en un « liquide riche » (air enrichi en oxygène) et en azote. Le liquide riche 31 et l'azote liquide 33 soutiré en tête de la colonne 4 sont sous-refroidis dans le sous-refroidisseur 6 par l'azote impur basse pression 25 produit en tête de la colonne 3 puis, après détente dans des vannes de détente respectivement, alimentent cette colonne basse pression 3. Après réchauffement en 6 puis en 1 l'azote impur basse pression, à la température ambiante peut servir à régénérer un appareil d'épuration.

Le reste de l'air 13 (constituant 30 % environ de l'air) est surpressé à entre 7 et 100 bars et se refroidit en traversant toute la ligne d'échange 1, d'où ils sort soit sous forme liquide soit sous forme de gaz dense si sa pression dépasse 36 bars.

Cet air 13 est détendu à la moyenne pression dans la turbine 9 afin de former un débit liquide.

Une partie du liquide 19 est envoyée à la colonne moyenne pression 4 et le reste 17 est détendu dans une vanne avant d'être envoyé à la colonne basse pression 3

L'oxygène de production est soutiré sous forme liquide de la cuve de la colonne basse pression 3, amené en 7 à la pression de production (entre 1,8 et 100 bars), vaporisé par échange de chaleur avec l'air 13, réchauffé jusqu'à la température ambiante et récupéré sous forme d'oxygène gazeux via une conduite 23.

Par ailleurs de l'azote gazeux soutiré de la tête de la colonne 4 est, après réchauffement en 1, récupéré via une conduite 21.

On a également indiqué sur la figure 1, une conduite de production d'azote liquide 27 et une conduite de production d'oxygène liquide 29.

La turbine 9 est freinée par un alternateur 10 mais peut également être freinée par d'autres moyens. De même, la roue de la turbine 9 peut être calée sur le même arbre que celui de la pompe 7.

L'installation représentée sur la figure 2 ne diffère de celle de la figure 1 que par le fait que le fluide calorigène alimentant la turbine 9 est de l'azote 21 soutiré de la colonne 4, comprimé par le compresseur 35 à entre 7 et 100 bars après réchauffement à la température ambiante et refroidi en 1 pour se retrouver liquide ou sous pression supercritique à l'entrée de la turbine 9. Le liquide ainsi produit après détente dans la turbine 9 est envoyé en tête de la colonne moyenne pression 4.

Ceci permet de produire un débit d'azote 37 à pression élevée.

L'installation représentée sur la figure 3 ne diffère de celle de la figure 1 qu'en ce qu'elle comprend deux turbines hydrauliques 9, 39. La turbine 39 remplace la vanne sur la ligne 15 et est alimentée par du liquide provenant du refoulement de la turbine 9.

L'installation représentée sur la figure 4 ne diffère de celle de la figure 1 qu'en ce qu'elle comprend une colonne argon 41 et des pompes à argon liquide et à azote liquide 47, 45.

Pour simplifier le dessin, la ligne de liquide riche servant à refroidir le condenseur de tête de la colonne argon n'est pas montrée.

Il est également envisageable de prévoir deux turbines hydrauliques pour fournir les frigories, dont une détend un débit d'air et l'autre le débit d'azote de cycle.

#### Revendications

- 1. Procédé de séparation d'air par distillation cryogénique dans lequel l'air se refroidit dans un échangeur principal (1) et est envoyé à une colonne de distillation d'un appareil comprenant au moins une colonne de distillation où il se sépare en un liquide enrichi en oxygène et une vapeur enrichie en azote, et un débit de liquide pressurisé provenant de l'appareil se vaporise dans l'échangeur principal, des frigories nécessaires au procédé étant générées par détente d'un fluide calorigène dans une ou plusieurs turbine (9, 39) caractérisé en ce que la ou toutes les turbines de l'appareil produisent au refoulement un débit qui est au moins 95 % liquide, notamment 100 % liquide.
- 35 2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel le fluide calorigène entre dans la(les) turbine(s) sous forme liquide ou sous une pression au dessus de la pression supercritique.
- 40 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 dans lequel le fluide calorigène entrant dans la(les) turbine(s) provient du bout froid de l'échangeur principal (1).
- 4. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel le fluide calorigène est de l'air ou un fluide provenant de l'appareil de séparation.
  - **5.** Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel le liquide pressurisé est enrichi en oxygène, en azote ou en argon.
  - **6.** Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la turbine (9) constitue la seule turbine de l'appareil.
  - 7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5 dans lequel deux turbines détendent successivement le même fluide calorigène, ce fluide calorigène étant

20

l'air.

8. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'apareil comprend une double colonne, constituée par une colonne moyenne pression et une colonne basse pression.

9. Procédé selon la revendication 8 dans lequel l'appareil comprend également une colonne argon alimentée par un débit enrichi en argon provenant de la colonne basse pression.

10. Procédé selon la revendication 8 ou 9 dans lequel on envoie le débit détendu dans la(les) turbine(s) à la colonne moyenne pression et/ou à la colonne basse pression.

**11.** Installation de séparation d'air par distillation cryogénique comprenant :

au moins une colonne de distillation (2), un échangeur de chaleur (1), des moyens pour envoyer de l'air à l'échangeur de chaleur et de l'échangeur de chaleur à une colonne de distillation, 25 des moyens pour soutirer un liquide d'une colonne de distillation et pour le pressuriser, des moyens pour envoyer le liquide pressurisé à l'échangeur de chaleur, une ou plusieurs turbines de détente, alimentée 30

caractérisée en ce que la seule (ou les seules) turbine(s) de l'installation sont capables de produire au refoulement un débit qui est au moins 95 % liquide.

(s) par un fluide calorigène

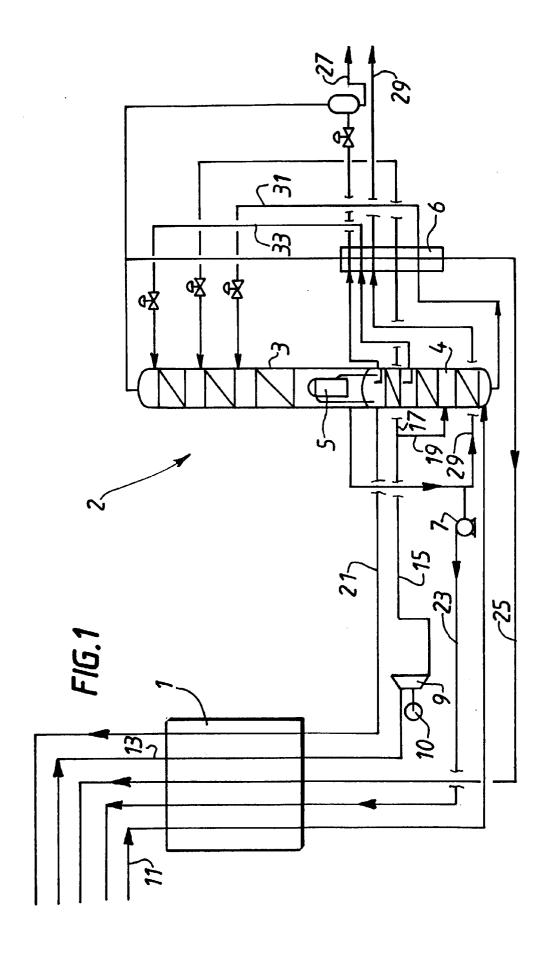
**12.** Installation selon la revendication 11 comprenant une double colonne de distillation et éventuellement une colonne argon.

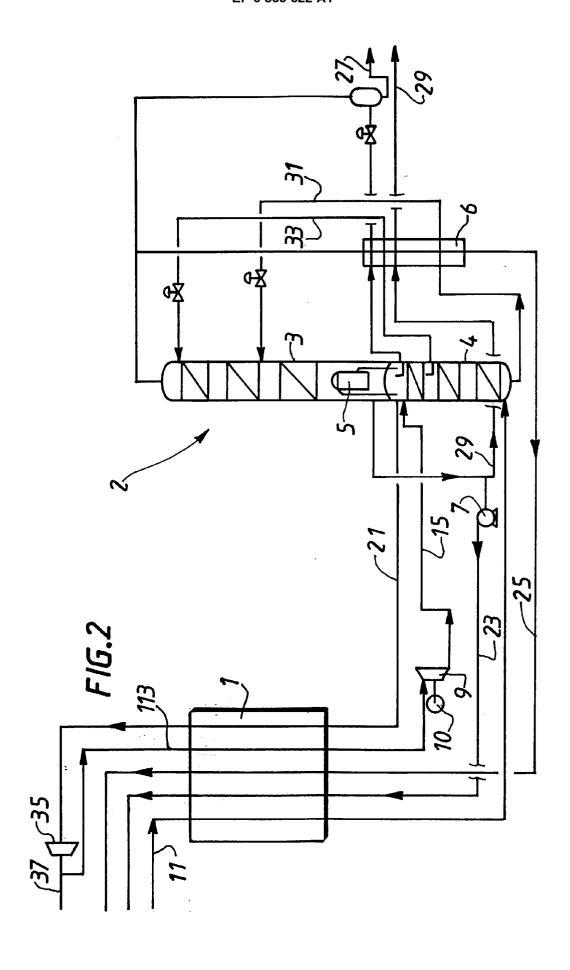
45

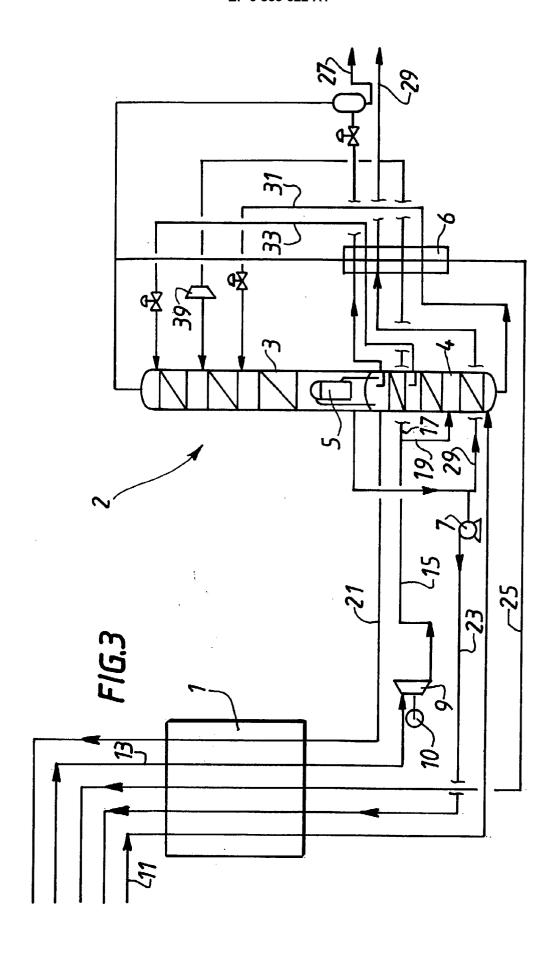
40

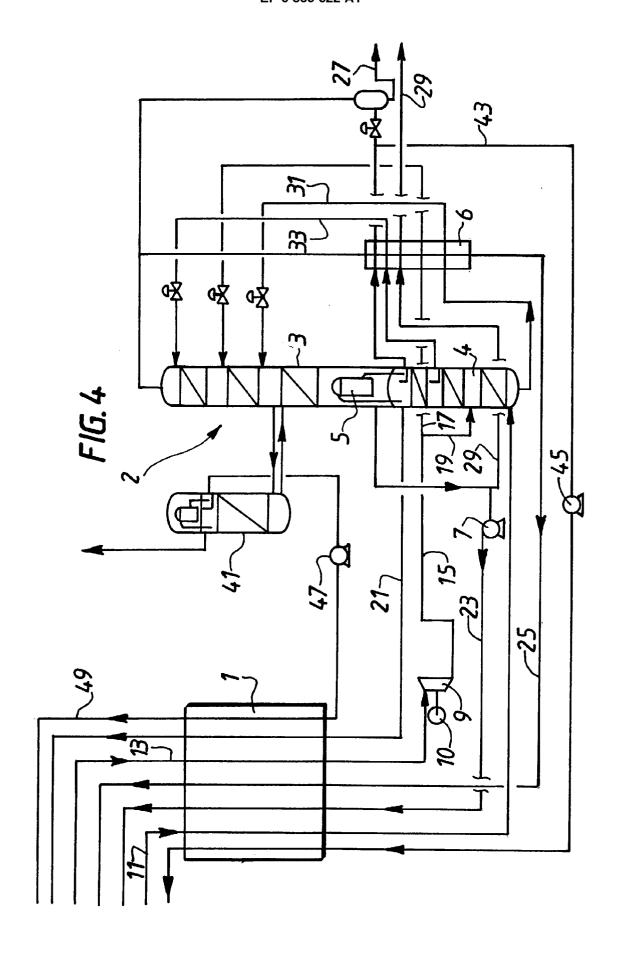
50

55











# Office européen RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande EP 98 40 0803

tégorie	Citation du document avec des parties pertir	indication, en cas de besoin, nentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
	US 5 600 970 A (DRN 11 février 1997 * revendications; f	EVICH RAYMOND F ET AL) igures *	1,4-6,8, 11,12 3-6,8, 11,12	F25J3/04
, D	15 octobre 1996	AQUIST DANTE P ET AL)  55 - colonne 4, ligne figures *	3-6,8,	
				DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6) F25J
Le pr	ésent rapport a été établi pour tou	utes les revendications		
	Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche		Examinateur
	LA HAYE	18 juin 1998	Mee	rtens, J
X : part Y : part autr A : arrid O : divi	ATEGORIE DES DOCUMENTS CITE iculièrement pertinent à lui seul iculièrement pertinent en combinaisor e document de la même catégorie àre-plan technologique ulgation non-écrite ument intercalaire	E : document de bri date de dépôt oi avec un D : cité dans la den L : cité pour d'autre	evet antérieur, ma u après cette date nande s raisons	is publié à la