(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) EP 1 063 484 A1

(12) DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
27.12.2000 Bulletin 2000/52

(51) Int Cl.[7]: **F25J 3/04**, F25J 3/02

(21) Numéro de dépôt: **00401767.9**

(22) Date de dépôt: **21.06.2000**

(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: **23.06.1999 FR 9908011**

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

(72) Inventeurs:
- **Gourbier, Jean-Pierre**
  94420 Le Plessis Trevise (FR)
- **Greter, Lucien**
  94420 Le Plessis Trevise (FR)

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

(54) Procédé et installation de séparation d'un mélange gazeux par distillation cryogénique

(57) Un appareil de distillation cryogénique comprenant un système de colonnes (9,11) comprend également au moins une source extérieure d'un gaz autre qu'une colonne du système et des moyens pour envoyer ce gaz pressurisé à la première pompe (17) pour servir de gaz de barrage d'une pompe (17,23,25,27) et/ou au moins une source extérieure (20) de liquide autre qu'une colonne du système et des moyens pour vaporiser au moins une partie de ce liquide et d'envoyer la vapeur ainsi formée à la première pompe (17) pour servir de gaz de barrage et/ou des moyens (3) pour soutirer un liquide d'une colonne du système et d'en vaporiser au moins une partie en aval de la première (17) ou de la deuxième (23,25,27) pompe pour fournir un gaz de barrage (21) pour la première pompe.

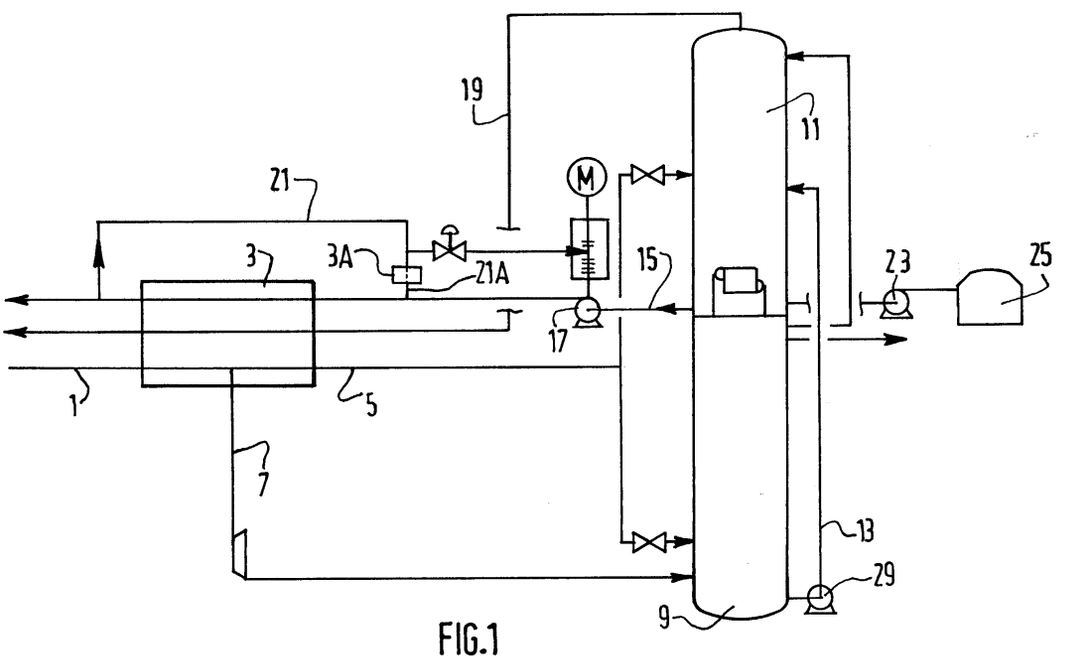

FIG.1

EP 1 063 484 A1

Description

[0001] La présente invention est relative à un procédé et installation de séparation d'un mélange gazeux, par exemple de l'air, par distillation cryogénique et en particulier à un procédé de production de gaz sous pression.

[0002] Il est connu de pressuriser un liquide produit par une colonne de distillation dans une pompe et de le vaporiser dans l'échangeur principal de l'appareil pour fournir du gaz sous pression. Les gaz produits sont parfois pollués par le gaz de barrage de la pompe. Le gaz de barrage le plus fréquemment utilisé est de l'azote car il est disponible dans les unités de séparation et a un coût de revient faible et une pression convenable (voir Epifanova et Axelrod, Séparation de l'air, Editions Mashinostroienie 1964, Volume 1, pages 199, 203). Si le liquide pompé est de l'oxygène, il peut être contaminé par cet azote à cause de l'usure des labyrinthes de la pompe, d'un déréglage des organes de contrôle ou par retro diffusion.

[0003] Pour pallier ce problème, JP49117364 propose de vaporiser une partie du liquide destiné à la pompe dans un échangeur dédié pour produire le gaz de barrage.

[0004] Un but de l'invention est de simplifier l'installation.

[0005] Selon un objet de l'invention, il est prévu un procédé de séparation d'un mélange gazeux par distillation cryogénique dans lequel :

- on refroidit au moins une partie du mélange comprimé et épuré dans un échangeur;
- on envoie le mélange refroidi à une colonne de distillation d'un système comprenant au moins une colonne ;
- on soutire un liquide d'une colonne du système ;
- on pressurise le liquide dans une première pompe ;
- on utilise comme gaz de barrage d'une ou plusieurs pompe(s) du système ;

    i) un gaz provenant d'une source extérieure autre qu'une colonne du système et/ou
    ii) la vapeur produite en vaporisant un liquide provenant d'une source extérieure et/ou
    iii) la vapeur produite en vaporisant une partie d'un liquide soutiré d'une colonne du système pressurisé dans la première ou une deuxième pompe.

[0006] Selon d'autres aspects facultatifs de l'invention, il est prévu que :

- on vaporise une partie du liquide pressurisé dans la première pompe dans l'échangeur où se refroidit au moins une partie du mélange gazeux ;
- au moins un gaz produit par la colonne se réchauffe dans l'échangeur où se refroidit au moins une partie du mélange gazeux ;
- seuls la partie du mélange gazeux et le liquide pressurisé dans la première pompe sont envoyés à l'échangeur ;
- le liquide vaporisé pour former le gaz de barrage est pressurisé par une deuxième pompe, ce liquide pressurisé dans la deuxième pompe ayant la même composante principale que le liquide pressurisé dans la première pompe et étant aussi pur ou plus pur que le liquide pressurisé dans la première pompe ;
- le mélange gazeux est de l'air et le liquide pressurisé dans la première pompe est riche en oxygène, azote ou argon ;
- le mélange gazeux contient au moins 1 mol % de méthane, au moins 1 mol % de monoxyde de carbone, au moins 1 mol % d'hydrogène et/ou au moins 1 mol % d'azote et le liquide pressurisé dans la première pompe est riche en méthane, monoxyde de carbone, hydrogène ou azote ;
- le gaz de barrage est à une pression supérieure à la pression d'aspiration de la première pompe ;
- le gaz de barrage est envoyé à toutes les pompes du système pompant un liquide ayant la même composante principale que le liquide pompé par la première pompe.
- le système comprend une pompe d'envoi d'un liquide d'une des colonnes au stockage et/ou une pompe de vaporiseur à film et/ou une pompe d'envoi de liquide d'une colonne du système à une autre colonne du système et dans lequel le gaz de barrage d'au moins une de ces pompes est

    i) un gaz provenant d'une source extérieure autre qu'une colonne du système et/ou
    ii) la vapeur produite en vaporisant un liquide provenant d'une source extérieure et/ou
    iii) la vapeur produite en vaporisant une partie d'un liquide soutiré d'une colonne du système pressurisé dans la première ou une deuxième pompe.

[0007] Selon un autre objet de l'invention, il est prévu une installation de séparation d'un mélange gazeux par distillation cryogénique comprenant :

- un échangeur de chaleur,
- une première pompe et éventuellement une deuxième pompe,
- un système de colonnes de distillation comprenant au moins une colonne,
- des moyens pour envoyer au moins une partie du mélange gazeux à l'échangeur de chaleur et ensuite à une colonne du système,
- des moyens pour soutirer un liquide d'une colonne du système et de l'envoyer à une ou plusieurs pompe(s) du système et

    i) au moins une source extérieure d'un gaz

autre qu'une colonne du système et des moyens pour envoyer ce gaz pressurisé à la première pompe pour servir de gaz de barrage et/ou

ii) au moins une source extérieure de liquide autre qu'une colonne du système et des moyens pour vaporiser au moins une partie de ce liquide et d'envoyer la vapeur ainsi formée à la première pompe pour servir de gaz de barrage et/ou

iii) des moyens pour soutirer un liquide d'une colonne du système et d'en vaporiser au moins une partie en aval de la première ou de la deuxième pompe pour fournir un gaz de barrage pour la première pompe.

[0008] Selon d'autres aspects facultatifs de l'invention, l'installation comprend :

- des moyens pour envoyer le liquide de la première et/ou de la deuxième pompe à l'échangeur et des moyens pour sortir le liquide vaporisé de l'échangeur.
- un autre échangeur de chaleur dans lequel se vaporise le liquide destiné à fournir le gaz de barrage.
- le mélange gazeux est de l'air et le système de colonnes comprend une triple colonne, une double colonne ou une simple colonne éventuellement associée avec une colonne argon et/ou une colonne de mélange.
- la première et éventuellement la deuxième pompe (s) est (sont) une (des) pompe(s) à labyrinthe.
- des moyens pour envoyer le même gaz de barrage à toutes les pompes du système pressurisant un liquide ayant la même composante principale que le liquide pressurisé par la première pompe.
- une pompe pour envoyer un liquide d'une colonne du système au stockage et/ou une pompe de vaporiseur à film et/ou une pompe pour envoyer du liquide d'une colonne ou un condenseur du système à une autre colonne ou un autre condenseur du système.
- le moyen pour envoyer un gaz de barrage d'au moins une des autres pompes comprend

  i) une source extérieure d'un gaz autre qu'une colonne du système et des moyens pour envoyer ce gaz pressurisé à la première pompe pour servir de gaz de barrage et/ou

  ii) une source extérieure de liquide autre qu'une colonne du système et des moyens pour vaporiser au moins une partie de ce liquide et d'envoyer la vapeur ainsi formée à la première pompe pour servir de gaz de barrage et/ou

  iii) des moyens pour soutirer un liquide d'une colonne du système et d'en vaporiser au moins une partie en aval de la première ou de la deuxième pompe pour fournir un gaz de barrage pour la première pompe.

[0009] L'invention sera maintenant décrite en référant aux figures 1 à 3 qui sont des représentations schématiques d'installations selon l'invention.

[0010] Dans la figure 1 un débit d'air 1 à 6 bar est envoyé à l'échangeur 3. Après un refroidissement partiel, il est divisé en deux. Le débit 5 poursuit son refroidissement et se liquéfie dans l'échangeur, tandis que le débit 7 est détendu dans une turbine Claude et envoyé à une double colonne comprenant une colonne moyenne pression 9 et une colonne basse pression 11. Le débit liquéfié 5 est divisé entre les deux colonnes de la double colonne ou envoyé à une seule des colonnes.

[0011] Un débit 13 enrichi en oxygène est soutiré en cuve de la colonne moyenne pression 9 et envoyé à un point intermédiaire de la colonne basse pression 11.Un débit d'azote liquide est envoyé de la colonne moyenne pression en tête de la colonne basse pression.

[0012] Un débit 15 contenant au moins 80% d'oxygène est soutiré de la cuve de la colonne basse pression 11, pressurisé à 30 bar dans la pompe 17 et envoyé dans l'échangeur 3 où il se vaporise et se réchauffe à la température ambiante.

[0013] Une partie 21 de ce débit est envoyé comme gaz de barrage à la pompe 17.

[0014] En variante le gaz de barrage peut provenir d'un réseau de gaz 18 sous pression ayant la même composante principale que le débit 15 mais étant aussi pur ou plus pur que ce débit. Ce gaz du réseau peut servir de gaz de barrage si sa pression est supérieure à celle d'aspiration de la pompe 17. Alternativement la source extérieure peut être un stockage de liquide 20 autre qu'une colonne de distillation du système. Le liquide est ensuite vaporisé soit dans l'échangeur 3 soit dans un échangeur dédié après une étape éventuelle de pressurisation pour fournir le gaz de barrage de la pompe 17.

[0015] L'azote résiduaire 19 de la colonne basse pression se réchauffe dans l'échangeur 3.

[0016] Le même gaz de barrage est envoyé à la pompe 23 qui sert à envoyer de l'oxygène liquide au stockage 25 et à la pompe 27 du vaporiseur à film reliant la colonne moyenne pression et la colonne basse pression et à la pompe 29 de remontée de liquide riche.

[0017] Dans le cas où les colonnes moyenne et basse pression seraient disposées cote à cote le même gaz de barrage peut également être envoyé à la pompe qui transfère l'oxygène liquide de la cuve de la colonne basse pression au condenseur de tête de la colonne moyenne pression.

[0018] Dans le cas où le système comprendrait une colonne de mélange, le liquide pressurisé envoyé en tête de la colonne de mélange peut provenir d'une pompe dont le gaz de barrage est commun à toutes les autres pompes.

[0019] Evidemment, il est possible d'utiliser plusieurs gaz de barrage, éventuellement de puretés différentes

plutôt qu'un gaz de barrage commun pour toutes les pompes servant à pressuriser un liquide ayant la même composante principale.

[0020] Dans le cas où le gaz de barrage serait commun, sa pureté est égale ou supérieure à celle du liquide le plus pur pressurisé par une pompe du système dont il sert de gaz de barrage et sa pression est supérieure à la pression d'aspiration de le pompe ayant la pression d'aspiration la plus élevée dont il sert de gaz de barrage.

[0021] Dans la plupart des cas le liquide pompé sera riche en oxygène mais il est également connu de pomper des liquides riches en azote ou en argon ou dans les procédés de séparation de mélanges d'hydrogène, de monoxyde de carbone et de méthane, en méthane.

[0022] Dans certains cas, il est nécessaire que le gaz de barrage ait la même composante principale que le liquide pompé ou même, en plus, qu'il soit au moins aussi pur que ce liquide, sinon plus pur.

[0023] Dans d'autre cas, le gaz de barrage peut avoir une composition très différente du liquide pompé. Par exemple, pour certains applications, l'oxygène ne doit surtout par contenir de l'azote alors que la présence d'argon n'est pas nuisible ; pour d'autres applications le contraire est vrai.

[0024] Dans ces cas respectifs, un gaz riche en argon ou azote peut servir de gaz de barrage. Même de l'air peut parfois servir de gaz de barrage.

[0025] Dans la figure 2 une source extérieure d'oxygène liquide (donc une source extérieure autre qu'une colonne du système) est reliée à des moyens pour vaporiser au moins une partie de ce liquide et des moyens d'envoyer la vapeur ainsi formée à la première pompe pour servir de gaz de barrage.

[0026] Dans la figure 3, une source extérieure d'un gaz est constituée par une conduite d'oxygène plus pur que le liquide à pomper provenant d'un réseau. La conduite est reliée à des moyens pour envoyer ce gaz pressurisé à la première pompe pour servir de gaz de barrage.

Revendications

1. Procédé de séparation d'un mélange gazeux par distillation cryogénique dans lequel :

   - on refroidit au moins une partie du mélange (1) comprimé et épuré dans un échangeur (3) ;
   - on envoie le mélange refroidi à une colonne de distillation (9) d'un système comprenant au moins une colonne ;
   - on soutire un liquide (15) d'une colonne (11) du système ;
   - on pressurise le liquide dans une première pompe (17) ;
   - on utilise comme gaz de barrage d'une ou plusieurs pompe(s) du système (17, 23, 29);

     i) un gaz provenant d'au moins une source extérieure autre qu'une colonne du système et/ou

     ii) la vapeur produite en vaporisant un liquide provenant d'une source extérieure et/ou

     iii) la vapeur produite en vaporisant une partie d'un liquide soutiré d'une colonne du système pressurisé dans la première ou une deuxième pompe.

2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel on utilise comme gaz de barrage d'une ou plusieurs pompe(s) du système (17, 23, 29) un gaz provenant d'au moins une source extérieure autre qu'une colonne du système.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 dans lequel on utilise comme gaz de barrage d'une ou plusieurs pompe(s) du système (17, 23, 29) la vapeur produite en vaporisant un liquide provenant d'une source extérieure .

4. Procédé selon la revendication 1,2 ou 3 dans lequel on utilise comme gaz de barrage d'une ou plusieurs pompe(s) du système (17, 23, 29) la vapeur produite en vaporisant une partie d'un liquide soutiré d'une colonne du système pressurisé dans la première ou une deuxième pompe.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 dans lequel on vaporise une partie du liquide (15) pressurisé dans la première pompe dans l'échangeur (3) où se refroidit au moins une partie (5) du mélange gazeux.

6. Procédé selon la revendication 5 dans lequel au moins un gaz produit par la colonne se réchauffe dans l'échangeur (3) où se refroidit au moins une partie du mélange gazeux (5).

7. Procédé selon la revendication 5 dans lequel seuls la partie du mélange gazeux et le liquide pressurisé dans la première pompe sont envoyés à l'échangeur.

8. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel le liquide vaporisé pour former le gaz de barrage est pressurisé par une deuxième pompe, ce liquide ayant la même composante principale que le liquide pressurisé dans la première pompe et étant aussi pur ou plus pur que le liquide pressurisé dans la première pompe.

9. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel le mélange gazeux est de l'air et le liquide pressurisé dans la première pompe est riche en oxygène, azote ou argon.

10. Procédé selon une des revendications 1 à 8 dans lequel le mélange gazeux contient au moins 1 mol. % de méthane, au moins 1 mol.% de monoxyde de carbone, au moins 1 mol.% d'hydrogène et/ou au moins 1 mol.% d'azote et le liquide pressurisé dans la première pompe est riche en méthane, monoxyde de carbone, hydrogène ou azote.

11. Procédé selon une des revendications 1 à 10 dans lequel le gaz de barrage est à une pression supérieure à la pression de la première pompe.

12. Procédé selon une des revendications 1 à 11 dans lequel le gaz de barrage est envoyé à toutes les pompes du système pompant un liquide ayant la même composante principale que le liquide pompé par la première pompe.

13. Procédé selon une des revendications 1 à 12 dans lequel le système comprend une pompe (23) d'envoi d'un liquide d'une des colonnes au stockage (25) et/ou une pompe de vaporiseur à film (27) et/ou une pompe (29) d'envoi de liquide d'une colonne du système à une autre colonne du système et dans lequel le gaz de barrage d'au moins une de ces pompes comprend

i) un gaz provenant d'au moins une source extérieure (18) autre qu'une colonne du système et/ou
ii) la vapeur produite en vaporisant un liquide provenant d'au moins une source extérieure (20) et/ou
iii) la vapeur produite en vaporisant une partie d'un liquide soutiré d'une colonne du système pressurisé dans la première ou une deuxième pompe.

14. Installation de séparation d'un mélange gazeux par distillation cryogénique comprenant :

- un échangeur de chaleur (3),
- une première pompe (17) et éventuellement une deuxième pompe,
- un système de colonnes de distillation comprenant au moins une colonne (9, 11),
- des moyens pour envoyer au moins une partie du mélange gazeux à l'échangeur de chaleur et ensuite à une colonne du système,
- des moyens pour soutirer un liquide d'une colonne du système et de l'envoyer à une ou plusieurs pompe (17,23,29), et

i) au moins une source extérieure d'un gaz autre qu'une colonne du système et des moyens pour envoyer ce gaz pressurisé à la première pompe pour servir de gaz de barrage et/ou
ii) au moins une source extérieure de liquide autre qu'une colonne du système et des moyens pour vaporiser au moins une partie de ce liquide et d'envoyer la vapeur ainsi formée à la première pompe pour servir de gaz de barrage et/ou
iii) des moyens pour soutirer un liquide d'une colonne du système et d'en vaporiser au moins une partie en aval de la première ou de la deuxième pompe pour fournir un gaz de barrage pour la première pompe.

15. Installation selon la revendication 14 comprenant des moyens pour envoyer le liquide de la première et/ou de la deuxième pompe à l'échangeur et des moyens pour sortir le liquide vaporisé de l'échangeur (3).

16. Installation selon la revendication 14 ou 15 comprenant un autre échangeur de chaleur dans lequel se vaporise le liquide destiné à fournir le gaz de barrage.

17. Installation selon l'une des revendications 14 à 16 dans laquelle le mélange gazeux est de l'air et le système de colonnes comprend une triple colonne, une double colonne (9,11) ou une simple colonne éventuellement associée avec une colonne argon et/ou une colonne de mélange.

18. Installation selon la revendication 14 à 17 dans laquelle la première et éventuellement la deuxième pompe(s) est (sont) une (des) pompe(s) à labyrinthe.

19. Installation selon la revendication 14 à 18 comprenant des moyens pour envoyer le même gaz de barrage à toutes les pompes du système comprimant un liquide ayant la même composante principale que le liquide comprimé par la première pompe.

20. Installation selon la revendication 14 à 19 comprenant une pompe (23) pour envoyer un liquide d'une colonne du système au stockage (25) et/ou une pompe (27) de vaporiseur à film et/ou une pompe (29) pour envoyer du liquide d'une colonne ou un condenseur du système à une autre colonne ou un autre condenseur du système.

21. Installation selon la revendication 20 dans lequel le moyen pour envoyer un gaz de barrage d'au moins une des autres pompes est

i) au moins une source extérieure (18) d'un gaz autre qu'une colonne du système et des moyens pour envoyer ce gaz pressurisé à la première pompe pour servir de gaz de barrage

et/ou
ii) au moins une source extérieure (20) de liquide de autre qu'une colonne du système et des moyens pour vaporiser au moins une partie de ce liquide et d'envoyer la vapeur ainsi formée à la première pompe pour servir de gaz de barrage et/ou
iii) des moyens (3) pour soutirer un liquide (15) d'une colonne du système et d'en vaporiser au moins une partie en aval de la première ou de la deuxième pompe pour fournir un gaz de barrage pour la première pompe.

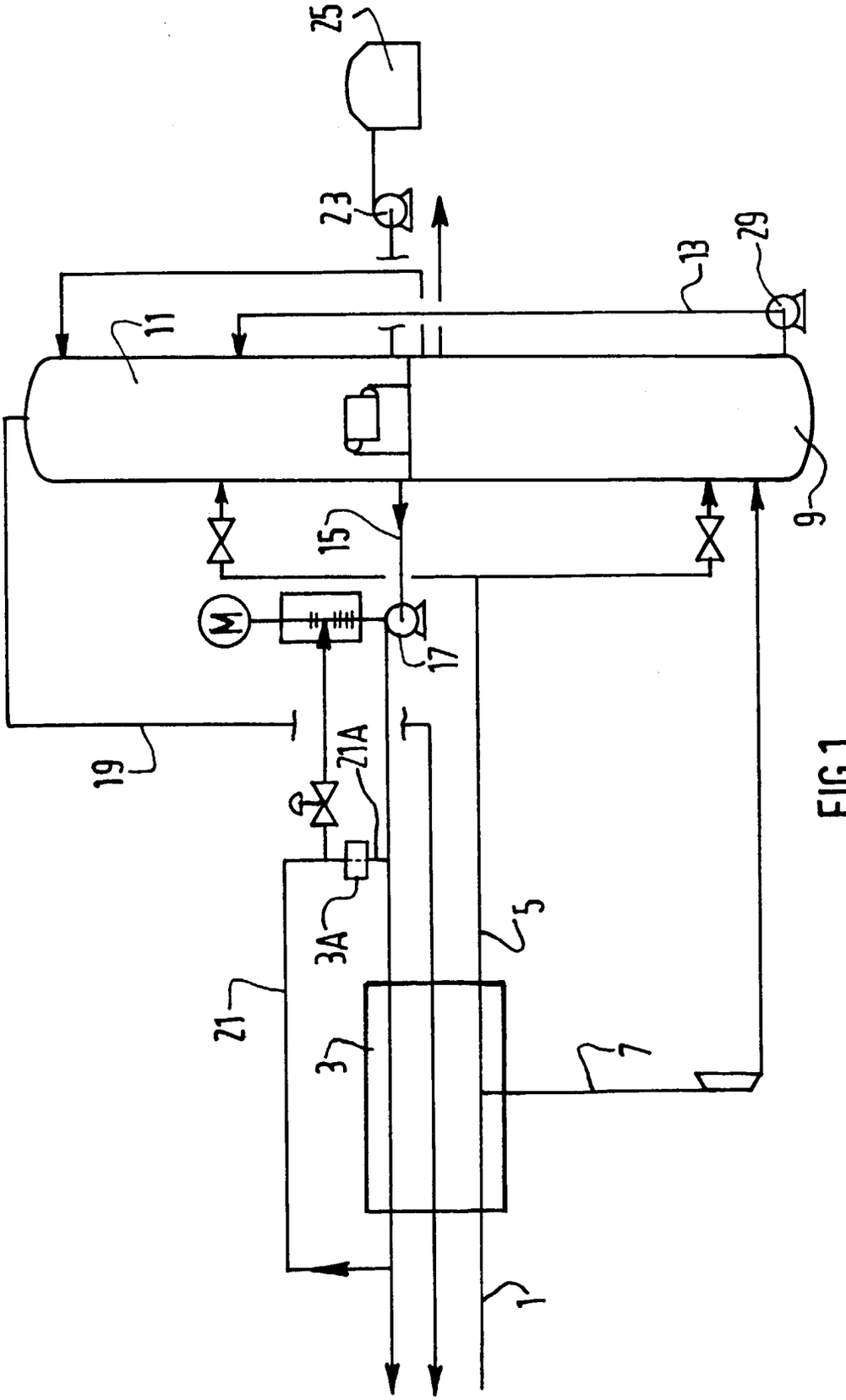

FIG.1

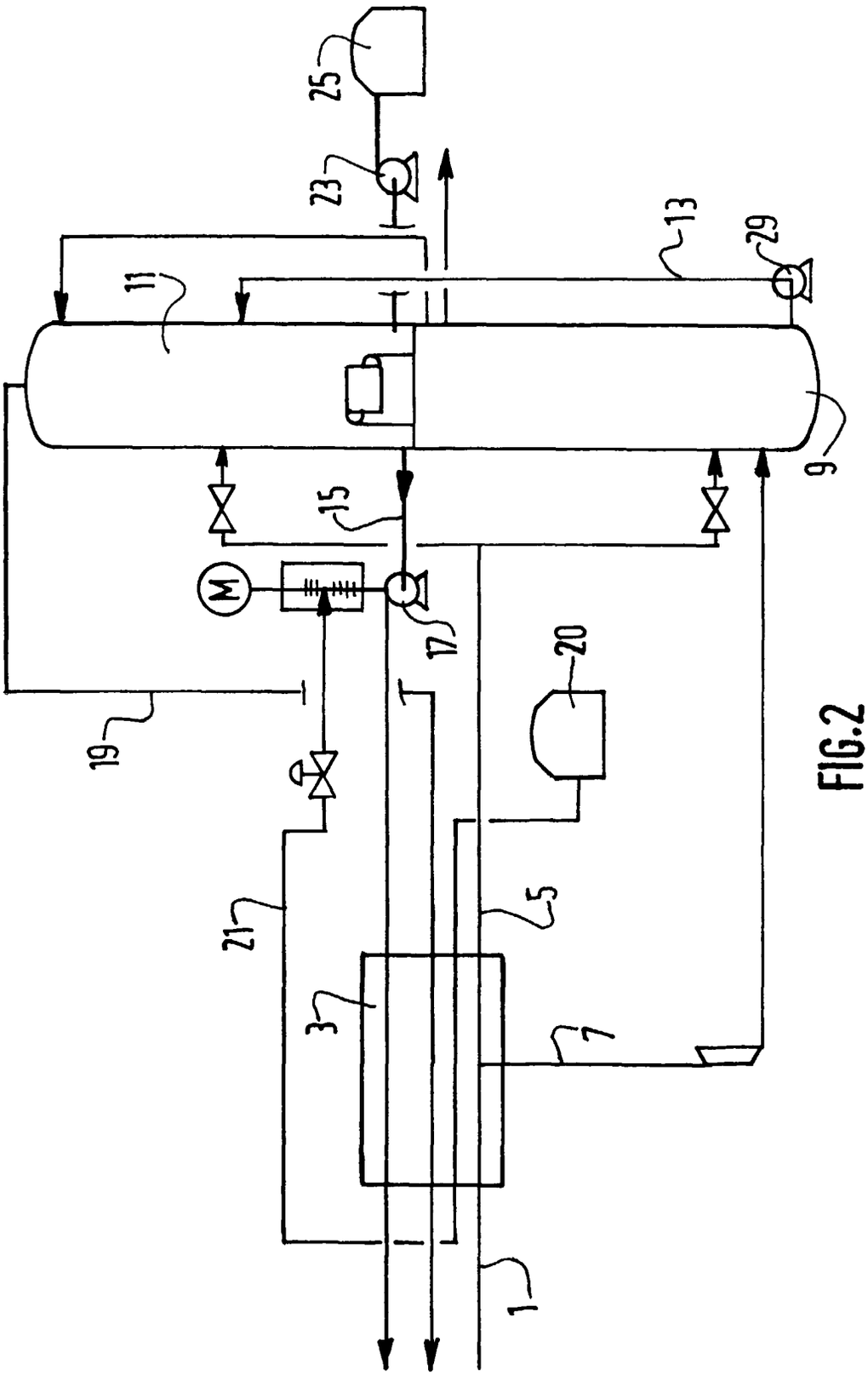

FIG.2

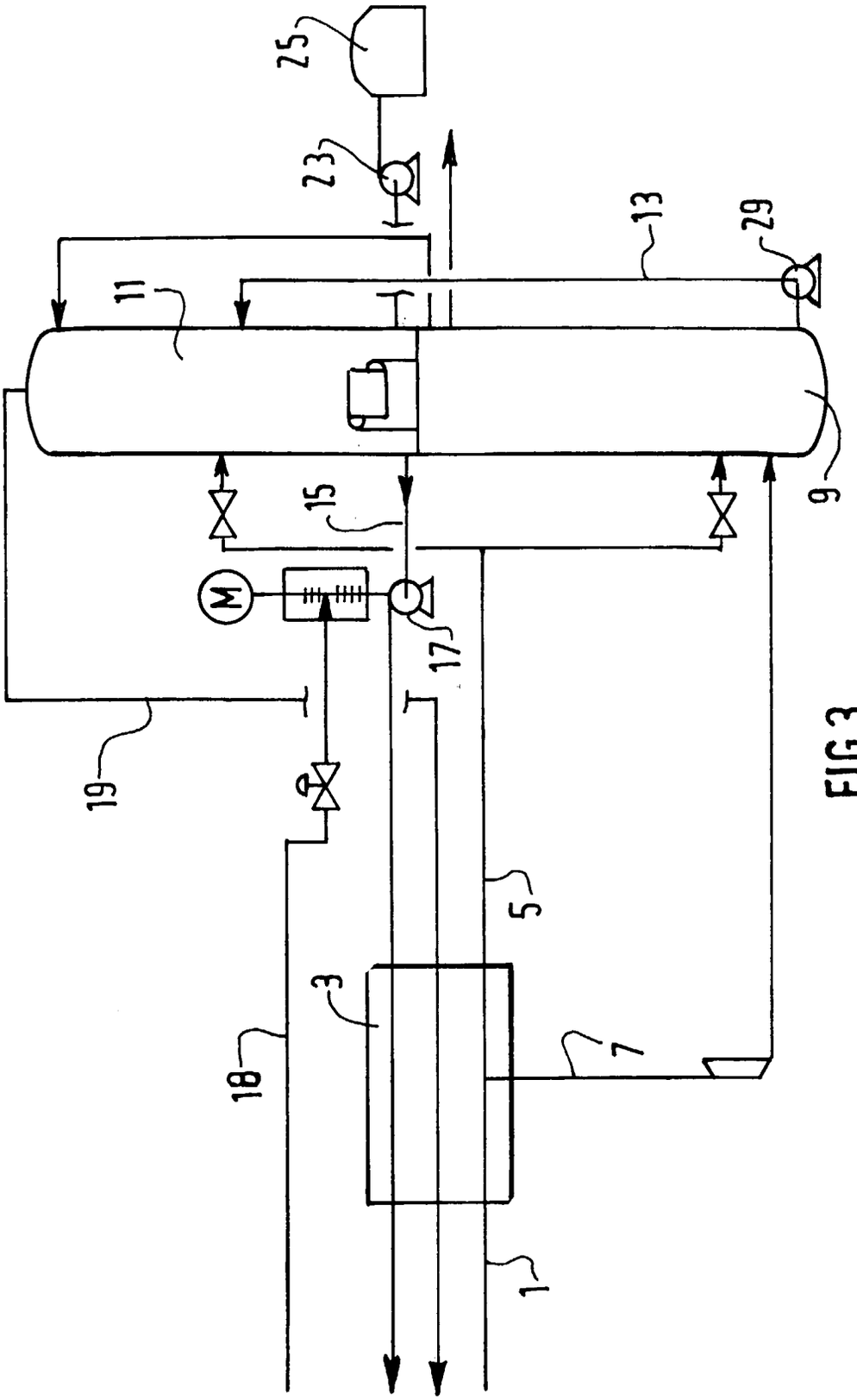

FIG.3

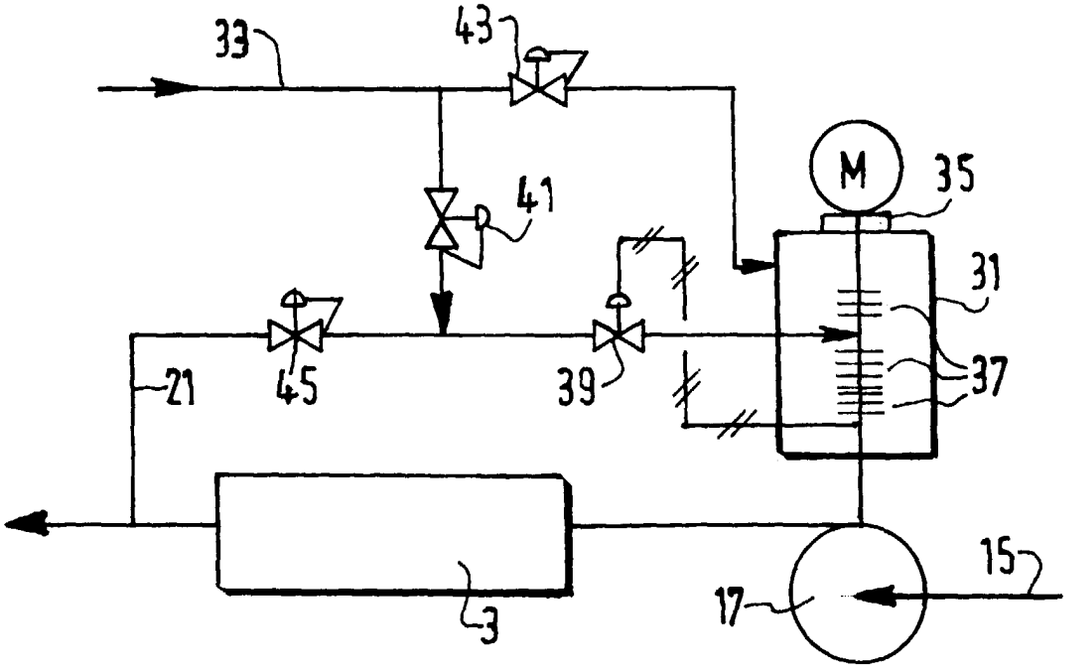

FIG.4

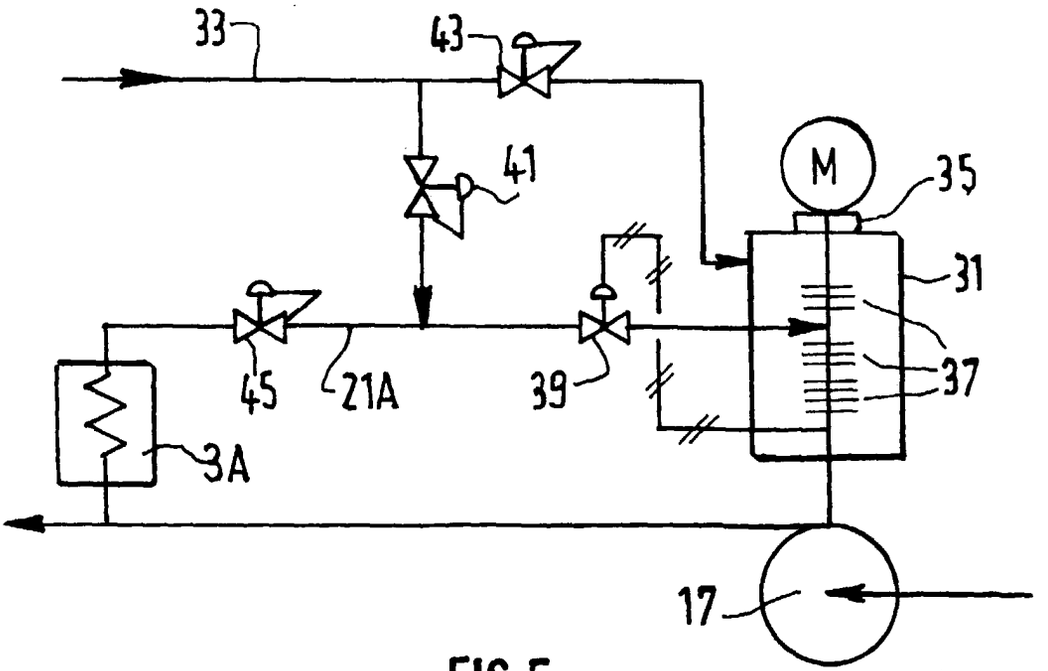

FIG.5

Office européen des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 00 40 1767

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.7)
D,A	DATABASE WPI Week 46 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 1977-82321Y XP002134856 "Separating oxygen and nitrogen from air using apparatus including oxygen liquefying pump" -& JP 49 117364 A (HITACHI), 9 novembre 1974 (1974-11-09) * abrégé; figures *	1-21	F25J3/04 F25J3/02
A	US 2 711 085 A (CARL R. ANDERSON) 21 juin 1955 (1955-06-21) * le document en entier *	1-21	
A	US 5 348 456 A (KUN LESLIE C ET AL) 20 septembre 1994 (1994-09-20) * le document en entier *	1-21	
A	US 5 460 003 A (NENOV NENO T) 24 octobre 1995 (1995-10-24) * colonne 5, ligne 42 - colonne 6, ligne 23; figure 3 *	1-21	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.7) F25J
A	US 5 498 007 A (KULKARNI SUNIL B ET AL) 12 mars 1996 (1996-03-12) * colonne 1, ligne 13 - ligne 31; revendications; figures *	1-21	

Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications

Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
LA HAYE	18 octobre 2000	Lapeyrere, 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)

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO. EP 00 40 1767

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits members sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

18-10-2000

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP 49117364 A	09-11-1974	JP 913299 C	21-07-1978
		JP 52042150 B	22-10-1977
US 2711085 A	21-06-1955	AUCUN	
US 5348456 A	20-09-1994	US 5228298 A	20-07-1993
		BR 9301547 A	01-03-1994
		CA 2094054 A	17-10-1993
		EP 0566126 A	20-10-1993
		JP 6018163 A	25-01-1994
		MX 9302200 A	31-03-1994
US 5460003 A	24-10-1995	BR 9502789 A	06-02-1996
		CA 2151761 A	15-12-1995
		CN 1118429 A	13-03-1996
		EP 0687808 A	20-12-1995
		JP 2732367 B	30-03-1998
		JP 8005175 A	12-01-1996
		KR 219390 B	01-09-1999
US 5498007 A	12-03-1996	AU 1608795 A	21-08-1995
		WO 9521343 A	10-08-1995

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82