



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
29.01.2020 Bulletin 2020/05

(51) Int Cl.:
F25J 3/02 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **19184179.0**

(22) Date de dépôt: **03.07.2019**

(84) Etats contractants désignés:
AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR
Etats d'extension désignés:
BA ME
Etats de validation désignés:
KH MA MD TN

(72) Inventeurs:
• **CORTALE, Manon**
94503 CHAMPIGNY SUR MARNE (FR)
• **DEMOLLIENS, Bertrand**
94503 CHAMPIGNY SUR MARNE (FR)
• **HERNANDEZ, Antoine**
94503 CHAMPIGNY SUR MARNE (FR)
• **TEIXEIRA, Guillaume**
94503 CHAMPIGNY SUR MARNE (FR)

(30) Priorité: **25.07.2018 FR 1856889**

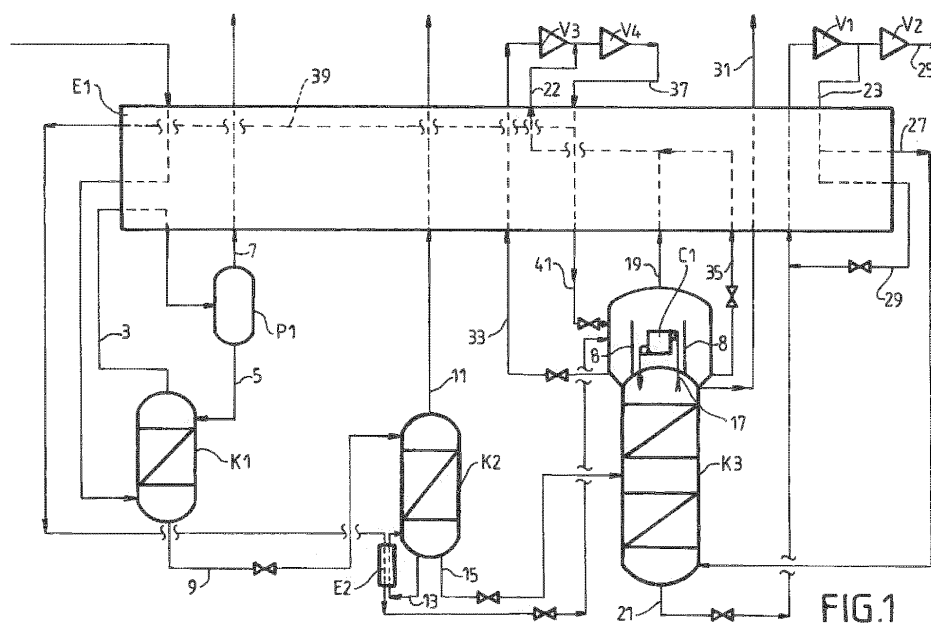
(71) Demandeur: **L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE**
75007 Paris (FR)

(74) Mandataire: **Mercey, Fiona Susan**
L'Air Liquide SA
Direction de la Propriété Intellectuelle
75, Quai d'Orsay
75321 Paris Cedex 07 (FR)

(54) **PROCEDE ET APPAREIL DE SEPARATION CRYOGENIQUE D'UN MELANGE DE MONOXYDE DE CARBONE, D'HYDROGENE ET DE METHANE POUR LA PRODUCTION DE CH₄**

(57) Dans un procédé de séparation d'un mélange de monoxyde de carbone, d'hydrogène et de méthane, le mélange (1) est envoyé à une colonne de lavage (K1), un liquide de cuve (9) soutiré en cuve de la colonne de lavage est appauvri en hydrogène par rapport au mélange et est envoyé à une colonne de stripping (K2), un

liquide de cuve (15) de la colonne de stripping est envoyé à une colonne de séparation (K3), et un liquide enrichi en méthane (21) soutiré de la cuve de la colonne de séparation est vaporisé pour former un produit final (25).



Description

[0001] La présente invention est relative à un procédé et à un appareil de séparation cryogénique d'un mélange de monoxyde de carbone, d'hydrogène et de méthane pour la production de méthane.

[0002] Le gaz de synthèse contient du monoxyde de carbone, de l'hydrogène et du méthane et ces trois composants sont de préférences les composants principaux du gaz de synthèse.

[0003] Le gaz peut également contenir de l'azote et/ou de l'argon.

[0004] Les unités de production de monoxyde de carbone et d'hydrogène peuvent être séparées en deux parties :

➤ **génération du gaz de synthèse** (mélange contenant H_2 , CO, CH_4 essentiellement ainsi qu'éventuellement du CO_2 et/ou de l'Ar et/ou du N_2 essentiellement). Parmi les diverses voies industrielles de production de gaz de synthèse, celle à base de gazéification de charbon semble se développer de plus en plus notamment dans les pays riches en dépôts de charbon comme la Chine. Le procédé d'oxydation partielle du gaz naturel peut s'avérer également intéressant pour la production de CO seul ou avec des rapports de production H_2 /CO faibles. Une autre voie est le reformage à la vapeur.

➤ **purification du gaz de synthèse.** On retrouve :

- Une unité de lavage avec un solvant liquide pour éliminer la plus grande partie des gaz acides contenus dans le gaz de synthèse.
- Une unité d'épuration sur lit d'adsorbants.
- Une unité de séparation par voie cryogénique dite boîte froide pour la production de CO.
- Les deux brevets ci-dessous décrivent des schémas avec une première étape de lavage au CO (pur ou impur), une étape de stripage et une colonne de séparation CO/ CH_4 .
- Lavage au CO pur avec pompe CO + cycle N_2 : CN101688753.
- Lavage au CO impur + turbines H_2 , pas de compresseur de cycle : FR 2754541.
- L'inconvénient du procédé de CN101688753 est qu'il utilise des pompes de monoxyde de carbone ainsi qu'un rebouilleur en cuve de la colonne CO/ CH_4 .
- L'inconvénient du schéma de condensation partielle décrit dans FR2754541 est que le gaz riche en hydrogène est produit à basse pression. Il y a présence d'un rebouilleur en cuve de la colonne CO/ CH_4 .

[0005] Un procédé selon le préambule de la revendication 1 est connu de EP677483, FR2754541, FR3011320 et FR3018599.

[0006] L'appareil selon l'invention comprend de préférence une boîte froide sur procédé lavage au CO impur où l'énergie de séparation est apportée par cycle N_2 et/ou par cycle CH_4 .

[0007] Selon un objet de l'invention, il est prévu un procédé de séparation d'un mélange de monoxyde de carbone, d'hydrogène et de méthane dans lequel :

- i) Le mélange refroidi à une température cryogénique dans un échangeur de chaleur ou un fluide, gaz ou liquide, dérivé de ce mélange est envoyé à une colonne de lavage alimentée en tête par un liquide contenant au moins 80 % mol. de monoxyde de carbone et/ou à au moins un séparateur de phases,
- ii) Un liquide de cuve soutiré en cuve de la colonne de lavage ou du séparateur de phases ou d'un des séparateurs de phases est appauvri en hydrogène par rapport au mélange et est envoyé à une colonne de strippage,
- iii) Un gaz est soutiré en tête de la colonne de strippage,
- iv) Un liquide de cuve de la colonne de strippage est envoyé à une colonne de séparation, et
- v) Un liquide enrichi en méthane est soutiré de la cuve de la colonne de séparation, vaporisé dans l'échangeur de chaleur pour former un produit final caractérisé en ce que le liquide vaporisé enrichi en méthane est comprimé dans un compresseur et une partie du gaz comprimé est renvoyée en cuve de la colonne de séparation pour s'y séparer

[0008] Selon d'autres aspects facultatifs :

- la partie du gaz comprimé est à une pression inférieure à celle du produit final comprimé.
- la colonne de lavage est alimentée en tête par un liquide provenant d'un condenseur où se condense au moins une partie du gaz de tête de la colonne de lavage ou provenant de la tête de la colonne de séparation ou provenant d'un cycle de réfrigération au monoxyde de carbone.
- le mélange contient de l'azote et la colonne de séparation produit en cuve le liquide enrichi en méthane et appauvri en monoxyde de carbone et en tête un gaz enrichi en monoxyde de carbone.
- la colonne de séparation a un condenseur de tête refroidi par un cycle d'azote fermé comprenant un compresseur d'azote gazeux.
- la colonne de séparation est refroidi en tête par un cycle de monoxyde de carbone.
- un cycle de monoxyde de carbone fournit du froid au procédé
- le cycle de monoxyde de carbone produit un produit riche en monoxyde de carbone.
- le cycle de monoxyde de carbone fournit un liquide de lavage à la colonne de lavage.
- le cycle d'azote sert à rebouillir la colonne de strip-

page.

- la pression maximale du cycle d'azote est inférieure à la pression critique de l'azote.
- la pression maximale du cycle de monoxyde de carbone est inférieure à la pression critique de monoxyde de carbone.
- la pression maximale du cycle de l'azote ou de monoxyde de carbone est choisie de sorte que la température de condensation d'azote ou de monoxyde de carbone dans l'échangeur de chaleur à cette pression soit supérieure de moins d'une dizaine de degrés °C à la température de vaporisation du méthane liquide dans l'échangeur de chaleur.
- la pression maximale du cycle de l'azote ou de monoxyde de carbone est choisie de sorte que la température de condensation d'azote ou de monoxyde de carbone dans l'échangeur de chaleur à cette pression soit supérieure d'au moins 2 °C à la température de vaporisation du méthane liquide dans l'échangeur de chaleur.
- le mélange ou un gaz dérivé du mélange sert à rebouillir la colonne de stripping.
- la colonne de séparation opère à entre 7 et 10 bars abs.
- la colonne de séparation ne comprend pas de rebouilleur de cuve.
- le méthane gazeux est produit comme produit final à au moins 25 bars abs.
- la colonne de lavage opère à entre 15 et 60 bars absolus.
- la colonne de stripping opère à entre 3 et 20 bar absolus.
- la colonne de séparation opère entre 1,5 et 15 bar absolus, de préférence entre 7 et 10 bars absolus.
- le palier de vaporisation du méthane liquide est à entre -155°C et - 150°C.
- le palier de vaporisation du méthane liquide se trouve en face du palier de condensation de l'azote provenant du compresseur
- le palier de condensation de l'azote se trouve entre -155°C et - 150°C.

[0009] La pression maximale du cycle de l'azote (pression de sortie de V4) de préférence est 35 bars absolus (pression critique de l'azote). Le procédé est possible avec une pression supérieure et jusqu'à 70 bar mais moins efficace si au-dessus de la pression critique de l'azote.

[0010] Selon un autre objet de l'invention, il est prévu un appareil de séparation d'un mélange de monoxyde de carbone, d'hydrogène et de méthane comprenant une colonne de lavage et/ou au moins un séparateur de phases, une colonne de stripping et une colonne de séparation, un échangeur de chaleur, des moyens pour envoyer le mélange se refroidir à une température cryogénique dans l'échangeur de chaleur, des moyens pour envoyer le mélange refroidi ou un fluide dérivé de ce mélange à la colonne de lavage alimentée en tête par

un liquide contenant au moins 80 % mol. de monoxyde de carbone et/ou au séparateur de phases ou à au moins un des séparateurs de phases, des moyens pour soutirer un liquide de cuve appauvri en hydrogène par rapport au mélange de la colonne de lavage ou du séparateur de phases ou d'un des séparateurs de phases, des moyens pour envoyer le liquide soutiré à la colonne de stripping, des moyens pour soutirer un gaz en tête de la colonne de stripping, des moyens pour envoyer un liquide de cuve de la colonne de stripping à la colonne de séparation, des moyens pour soutirer un liquide enrichi en méthane de la cuve de la colonne de séparation et des moyens pour vaporiser le liquide soutiré dans l'échangeur de chaleur pour former un produit final caractérisé en ce qu'il comprend un compresseur, des moyens pour envoyer le liquide vaporisé enrichi en méthane pour être comprimé dans le compresseur et des moyens pour envoyer une partie du gaz comprimé dans le compresseur en cuve de la colonne de séparation pour s'y séparer.

[0011] De préférence :

- l'appareil comprend un cycle de réfrigération à l'azote ou au monoxyde de carbone.
- l'appareil comprend un cycle de réfrigération fermé.
- la colonne de séparation a un condenseur de tête, de préférence refroidi par un/le cycle de réfrigération.
- la colonne de séparation est surmontée d'un réservoir du liquide du cycle de réfrigération.
- la colonne de séparation est surmontée d'un réservoir d'azote liquide ou de monoxyde de carbone liquide.
- la colonne de lavage est surmontée d'un condenseur de gaz de tête.
- la colonne de lavage est alimentée par un liquide riche en monoxyde de carbone provenant de la tête de la colonne de séparation et/ou du réservoir et/ou d'un stockage de liquide et/ou du cycle de réfrigération.
- l'appareil comprend deux séparateurs de phase et des moyens pour envoyer le gaz du premier séparateur de phase au deuxième séparateur de phase.
- l'appareil comprend un séparateur de phase, de préférence un seul séparateur de phase en amont de la colonne de lavage.
- les moyens pour envoyer une partie du gaz comprimé dans le compresseur en cuve de la colonne de séparation sont reliés à l'échangeur de chaleur.

[0012] Toute caractéristique mentionnée ci-dessus peut être combinée avec toute autre caractéristique dans les limites de la logique et la science.

[0013] Selon une variante de l'invention, le CH₄ doit être produit sous forme gazeuse à une pression supérieure à 25 bars, voire à 30 bars absolus.

[0014] Le compresseur de CH₄ produit sert également au cycle CH₄. L'énergie de rebouillage de la colonne CO/CH₄ est apportée par injection directe en cuve de la colonne d'un circuit de CH₄ gazeux venant du compres-

seur de CH_4 après refroidissement dans la ligne d'échange. La vaporisation de CH_4 à basse pression apporte les frigories pour le refroidissement du cycle N_2 . Le CH_4 vaporisé à basse pression vient de la cuve de la colonne CO/CH_4 et/ou du cycle CH_4 .

[0015] Ce schéma permet une récupération de CH_4 important sans l'utilisation de pompes CO , ni de compresseur CO . Le cycle CH_4 permet de ne pas avoir de rebouilleur en cuve de colonne CO/CH_4 et une meilleure intégration thermique au niveau de l'échangeur principal. La colonne CO/CH_4 étant opérée à entre 7 et 10 bars environ, les solutions de l'état de l'art avec rebouillage avec du syngas ou de l'azote présentent l'inconvénient que l'apport de rebouillage est soit par chaleur sensible ou bien nécessite d'augmenter fortement la pression du cycle N_2 au-dessus de la pression critique de l'azote.

[0016] Deux alternatives sont proposées pour pallier ce problème : le rebouillage de la colonne de stripping avec gaz de synthèse ou bien avec de l'azote gazeux haute pression.

[0017] L'invention sera décrite en plus de détail en se référant aux Figures 1, 2, 4, 5, 6 et 7 qui représentent des procédés selon l'invention et à la Figure 3 qui représente l'échange de chaleur entre les fluides qui se refroidissent et les fluides qui se réchauffent dans l'échangeur de chaleur E1.

[0018] Dans la Figure 1, un gaz de synthèse 1 épuré en dioxyde de carbone et en eau est refroidi dans un échangeur de chaleur E1.

[0019] Il se refroidit jusqu'à une température intermédiaire de l'échangeur et puis alimente la cuve d'une colonne de lavage au CO K1.

[0020] Un gaz de tête riche en hydrogène 3 est soutiré en tête de la colonne K1, refroidi dans l'échangeur E1 et envoyé partiellement condensé à un séparateur de phases P1. Le gaz 7 du séparateur P1 se réchauffe dans l'échangeur E1 alors que le liquide 5 est renvoyé en tête de la colonne K1 comme reflux. En alternative ou en addition un liquide provenant de la tête de la colonne K3 peut être envoyé en tête de la colonne K1.

[0021] Le liquide 5 contient au moins 80% mol de monoxyde de carbone.

[0022] Le liquide 9 de cuve de la colonne de lavage K1 est détendu et envoyé en tête de la colonne de stripping K2. Le gaz de tête 11 de la colonne K2 se réchauffe dans l'échangeur E1. Le liquide de cuve 13 est vaporisé dans l'échangeur de chaleur E2 contre une partie 39 de l'azote de cycle. Le reste 15 du liquide de cuve est envoyé à un point intermédiaire de la colonne de séparation CO/CH_4 K3. Cette colonne de séparation K3 n'a pas de rebouilleur de cuve par contre elle a un condenseur de tête C1. Le monoxyde de carbone 17 de tête de la colonne K3 se condense au moins partiellement dans le condenseur C1 par échange de chaleur avec l'azote de cycle. Le condenseur C1 est localisé à l'intérieur d'un bain dont les parois B sont indiquées.

[0023] Le liquide de cuve 21 enrichi en méthane est détendu puis vaporisé dans l'échangeur de chaleur E1

pour former un gaz. Tout le gaz est comprimé dans le compresseur V1 et une partie du gaz poursuit la compression dans le compresseur V2 pour former le gaz produit 25 à au moins 25 bars abs.

[0024] Le reste 23 du gaz comprimé dans V1 seul est refroidi dans l'échangeur de chaleur et divisé en deux. Une partie 27 est renvoyée en cuve de la colonne K3 pour rebouillir la colonne par échange de chaleur direct et pour participer à la distillation.

[0025] Une autre partie 29 se refroidit jusqu'à une température intermédiaire de l'échangeur E1 puis rejoint le liquide 21 à vaporiser dans l'échangeur après détente dans une vanne.

[0026] L'azote de cycle ne participe pas à la distillation mais sert à rebouillir la colonne K2 et à condenser le gaz de tête 17 de K3. L'azote liquide 35 du condenseur C1 se vaporise et est envoyé à un compresseur d'azote V4. De l'azote gazeux 19 vaporisé par le condenseur C1 est mélangé avec le liquide vaporisé 35 dans l'échangeur.

Un autre débit de liquide du bain du condenser 33 est détendu à une pression relativement basse et est comprimé ensuite dans le compresseur V3. L'azote comprimé en V3 rejoint les débits d'azote 19, 35 et le débit réuni est comprimé en V4. Ce débit comprimé 37 se refroidit dans l'échangeur et est divisé en deux. Une partie 39 sert à chauffer l'échangeur E2 pour rebouillir K2. Une partie 41 se liquéfie après refroidissement dans l'échangeur de chaleur et est envoyé au bain d condenseur C1.

[0027] La colonne de séparation K3 opère à entre 1,5 et 15 bar abs, voire entre 7 et 10 bars abs.

[0028] La colonne de séparation K3 ne comprend pas de rebouilleur de cuve.

[0029] La colonne de lavage K1 opère à entre 15 et 60 bars absolus.

[0030] La pression maximale du cycle de l'azote (pression de sortie de V4) est choisie de sorte que la température de condensation d'azote 37 dans l'échangeur de chaleur E1 à cette pression soit inférieure de moins d'une dizaine de degrés $^{\circ}\text{C}$ à la température de vaporisation du méthane liquide 21 dans l'échangeur de chaleur.

[0031] Dans la Figure 2, on retrouve une variante de la Figure 1 où le mélange 1 sert à chauffer l'échangeur de chaleur E2 et ainsi la cuve de la colonne K2. Le mélange s'y condense partiellement, est envoyé au séparateur P1 et le gaz formé 3 alimente la colonne K1.

[0032] Le liquide 5 du séparateur P1 rejoint le liquide 9 de la colonne K1 et alimente la tête de la colonne de stripping K2.

[0033] Ici tout l'azote du compresseur V4 est renvoyé au condenseur C1.

[0034] Comme illustré à la Figure 3, le palier de vaporisation du méthane liquide 21 se trouve en face du palier de condensation de l'azote provenant du compresseur V4 (deux lignes verticales à entre -155°C et -150°C) et le diagramme d'échange indique des performances particulièrement remarquables.

[0035] La présence du cycle d'azote n'est toutefois pas essentielle ; il peut par exemple être remplacé par un

cycle de monoxyde de carbone.

[0036] Dans la Figure 4, variante de la Figure 1, le gaz à traiter 1, après avoir chauffé la cuve de la colonne K2 par E2, est d'abord séparé dans un séparateur de phases P1. Le gaz formé 3 est refroidi dans l'échangeur de chaleur E1 et ensuite partiellement condensé dans un deuxième séparateur de phases P2. Le gaz du séparateur P2 sort de l'appareil comme gaz 4. Le liquide 9 est détendu pour rejoindre le liquide 5 provenant du premier séparateur de phases P1 et le liquide formé alimente la tête de la colonne K2.

[0037] Ainsi le séparateur de phases et la colonne de la Figure 1 sont remplacées par deux séparateurs de phases.

[0038] La Figure 5 est une variante de la Figure 2 où la colonne K3 n'est pas surmontée par un condenseur du gaz de tête mais par un réservoir de liquide riche en monoxyde de carbone. Ce liquide participe à un cycle de monoxyde de carbone. Le liquide 33 est soutiré du réservoir, détendu, vaporisé dans l'échangeur E1 et envoyé à un compresseur V3. Un gaz de tête 19 du réservoir est réchauffé dans l'échangeur E1 comme débit 22 et envoyé à la sortie du compresseur V3 pour être comprimé dans le compresseur V4. Une partie 37 d gaz comprimé en V4 est renvoyée comme liquide 41 dans le réservoir.

[0039] Un deuxième débit 35 de liquide du réservoir est détendu à une pression moins basse que l'entrée du compresseur V3 et est envoyé à l'entrée de V4 aussi. Du gaz de tête de la colonne K3 est également envoyé à l'entrée du compresseur V4. Le débit de monoxyde de carbone 31 pressurisé, de préférence à entre 10 et 15 bars, sert de produit.

[0040] Ainsi, on voit que le cycle de monoxyde de carbone remplace le cycle d'azote fermé.

[0041] La Figure 6 comprend le cycle de monoxyde de carbone de la Figure 5 et les deux séparateurs de phases de la Figure 4.

[0042] Pour les cas avec cycle de monoxyde de carbone, par exemple dans les Figures 5 et 6, il est possible, comme illustré dans la Figure 7, de prendre du monoxyde de carbone liquide 37 à la pression de sortie du compresseur V4, de le condenser et d'envoyer au moins une partie 11 en tête de la colonne K1.

[0043] Le reste 41 du liquide peut être renvoyé au réservoir de tête de la colonne K3. Le liquide 11 contient de préférence au moins 80% mol de monoxyde de carbone.

[0044] En cas de présence d'azote, une colonne de séparation CO/N₂ peut être rajoutée en amont ou en aval de la colonne K3.

[0045] Pour toutes les figures :

- la colonne de lavage K1 opère à entre 15 et 60 bars absolus.
- la colonne de stripping K2 opère à entre 3 et 20 bar absolus
- la colonne de séparation opère entre 1,5 et 15 bar

absolus

- la pression maximale du cycle de l'azote (pression de sortie de V4) est 35 bars absolus (pression critique de l'azote). Le procédé est possible avec une pression supérieure et jusqu'à 70 bar mais moins efficace si au-dessus de la pression critique de l'azote.

10 Revendications

1. Procédé de séparation d'un mélange de monoxyde de carbone, d'hydrogène et de méthane dans lequel :

i) Le mélange (1) refroidi à une température cryogénique dans un échangeur de chaleur (E1) ou un fluide (9) dérivé de ce mélange est envoyé à une colonne de lavage (K1) alimentée en tête par un liquide contenant au moins 80 % mol. de monoxyde de carbone ou à au moins un séparateur de phases (P1),

ii) Un liquide de cuve (9) soutiré en cuve de la colonne de lavage ou du séparateur de phases ou d'un des séparateurs de phases est appauvri en hydrogène par rapport au mélange et est envoyé à une colonne de stripping (K2),

iii) Un gaz (14) est soutiré en tête de la colonne de stripping,

iv) Un liquide de cuve (15) de la colonne de stripping est envoyé à une colonne de séparation (K3), et

v) Un liquide enrichi en méthane (21) est soutiré de la cuve de la colonne de séparation et vaporisé dans l'échangeur de chaleur pour former un produit final (25) **caractérisé en ce que** le liquide vaporisé enrichi en méthane est comprimé dans un compresseur (V1, V2) et une partie (27) du gaz comprimé est renvoyée en cuve de la colonne de séparation (K3) pour s'y séparer.

2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel la partie du gaz comprimé (27) est à une pression inférieure à celle du produit final comprimé (25).

3. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la colonne de lavage (K1) est alimentée en tête par un liquide (11) provenant d'un condenseur où se condense au moins une partie du gaz de tête de la colonne de lavage ou provenant de la tête de la colonne de séparation ou provenant d'un cycle de réfrigération au monoxyde de carbone.

4. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel le mélange (1) contient de l'azote et dans lequel la colonne de séparation (K3) produit en cuve le liquide (21) enrichi en méthane et appauvri en monoxyde de carbone et en tête un gaz (35) enrichi en

monoxyde de carbone.

5. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la colonne de séparation (K3) a un condenseur de tête refroidi par un cycle d'azote fermé comprenant un compresseur d'azote gazeux ou par un cycle de monoxyde de carbone fermé comprenant un compresseur de monoxyde de carbone gazeux. 5
6. Procédé selon la revendication 5 dans lequel le cycle d'azote sert à rebouillir la colonne de strippage (K2). 10
7. Procédé selon l'une des revendications précédentes 5 et 6 dans lequel la pression maximale du cycle d'azote ou de monoxyde de carbone est inférieure à la pression critique de l'azote ou de monoxyde de carbone. 15
8. Procédé selon l'une des revendications 5 à 7 dans lequel la pression maximale du cycle d'azote ou de monoxyde de carbone est choisie de sorte que la température de condensation d'azote ou de monoxyde de carbone dans l'échangeur de chaleur (E1) à cette pression soit supérieure de moins d'une dizaine de degrés °C à la température de vaporisation du méthane liquide dans l'échangeur de chaleur. 20
9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5 dans lequel le mélange (1) ou un gaz dérivé du mélange sert à rebouillir la colonne de strippage (K2). 25
10. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la colonne de séparation (K3) opère à entre 1,5 et 15 bars abs, voire entre 7 et 10 bars abs. 30
11. Appareil de séparation d'un mélange de monoxyde de carbone, d'hydrogène et de méthane comprenant une colonne de lavage (K1) et/ou au moins un séparateur de phases (P1), une colonne de strippage (K2) et une colonne de séparation (K3), un échangeur de chaleur (E1), des moyens pour envoyer le mélange se refroidir à une température cryogénique dans l'échangeur de chaleur, des moyens pour envoyer le mélange refroidi ou un gaz dérivé de ce mélange à la colonne de lavage alimentée en tête par un liquide (11) contenant au moins 80 % mol. de monoxyde de carbone et/ou au séparateur de phases ou à au moins un des séparateurs de phases, des moyens pour soutirer un liquide de cuve appauvri en hydrogène par rapport au mélange de la colonne de lavage ou du séparateur de phases ou d'un des séparateurs de phases, des moyens pour envoyer le liquide soutiré à la colonne de strippage, des moyens pour soutirer un gaz en tête de la colonne de strippage, des moyens pour envoyer un liquide de cuve de la colonne de strippage à la colonne de séparation, des moyens pour soutirer un 35 40 45 50 55

liquide enrichi en méthane de la cuve de la colonne de séparation et des moyens pour vaporiser le liquide soutiré (21) dans l'échangeur de chaleur pour former un produit final **caractérisé en ce qu'il** comprend un compresseur (V1, V2), des moyens pour envoyer le liquide vaporisé enrichi en méthane pour être comprimé dans le compresseur et des moyens pour envoyer une partie (27) du gaz comprimé dans le compresseur en cuve de la colonne de séparation (K3) pour s'y séparer.

12. Appareil selon la revendication 11 dans lequel la colonne de séparation (K3) a un condenseur de tête refroidi par un cycle d'azote fermé comprenant un compresseur d'azote gazeux.
13. Appareil selon la revendication 11 dans lequel la colonne de séparation (K3) a un condenseur de tête refroidi par un cycle de monoxyde de carbone fermé comprenant un compresseur de monoxyde de carbone gazeux.
14. Appareil selon la revendication 11, 12 ou 13 dans lequel les moyens pour envoyer une partie (27) du gaz comprimé dans le compresseur en cuve de la colonne de séparation (K3) sont reliés à l'échangeur de chaleur (E1).

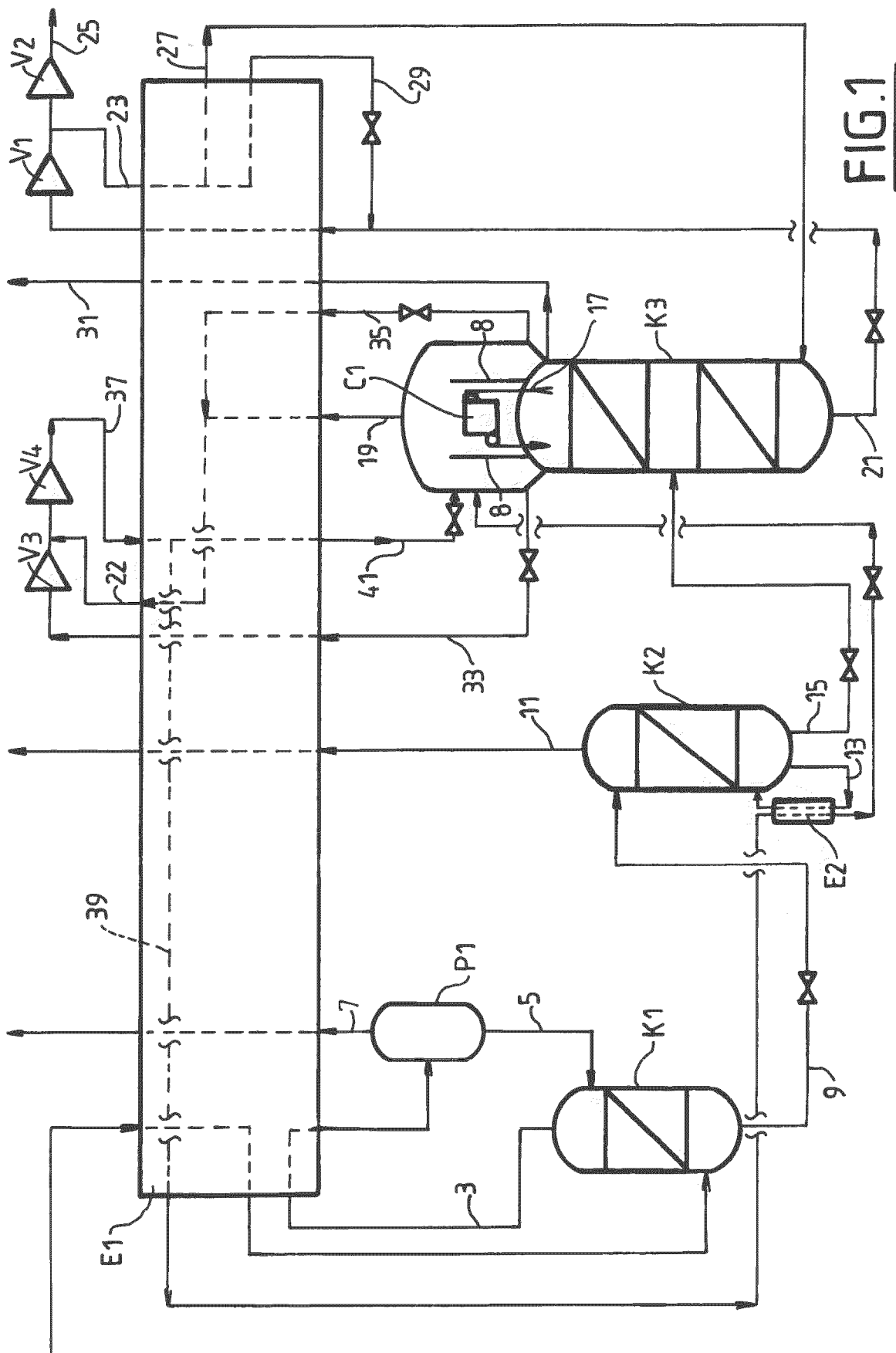


FIG.1

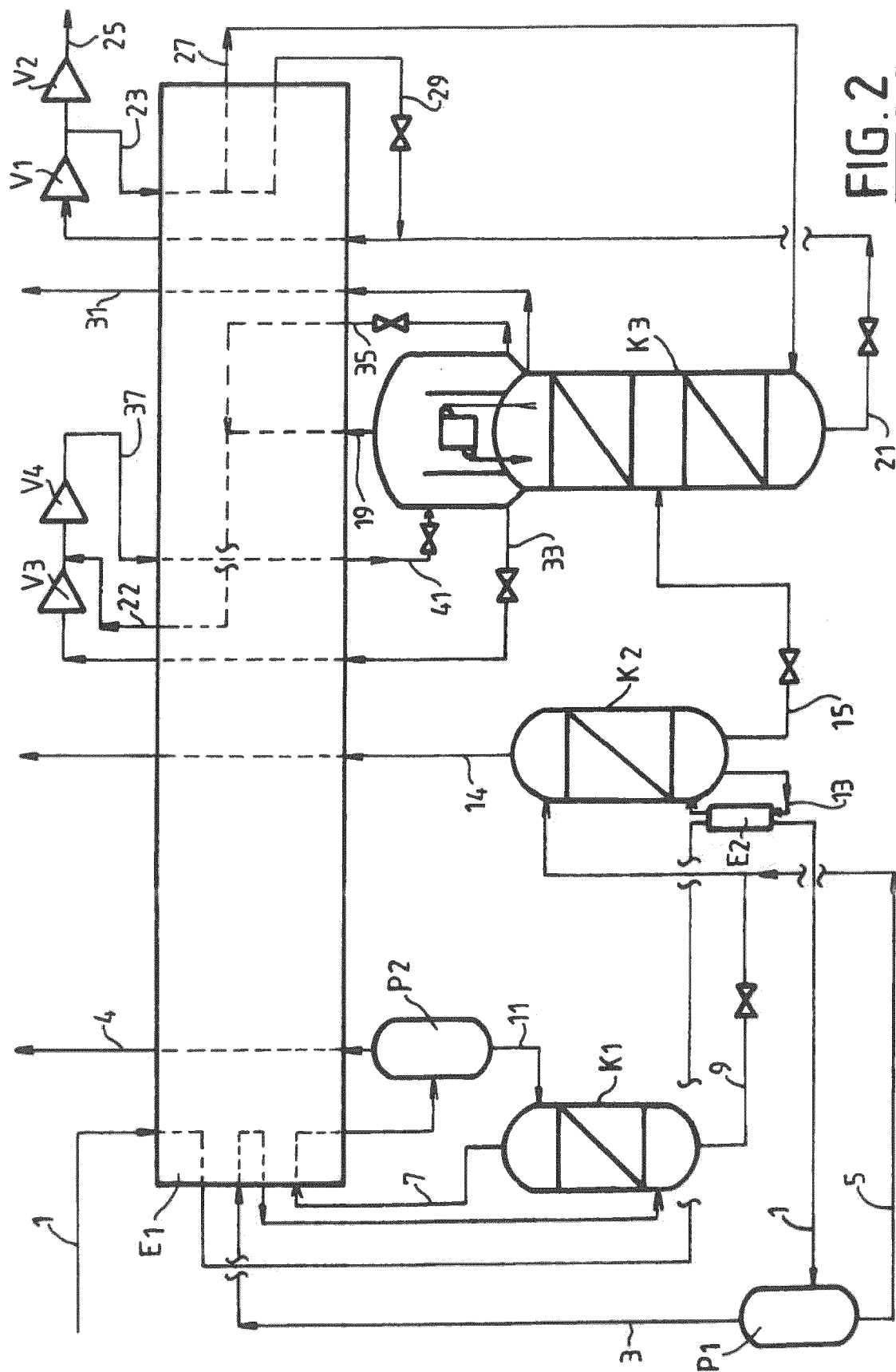


FIG. 2

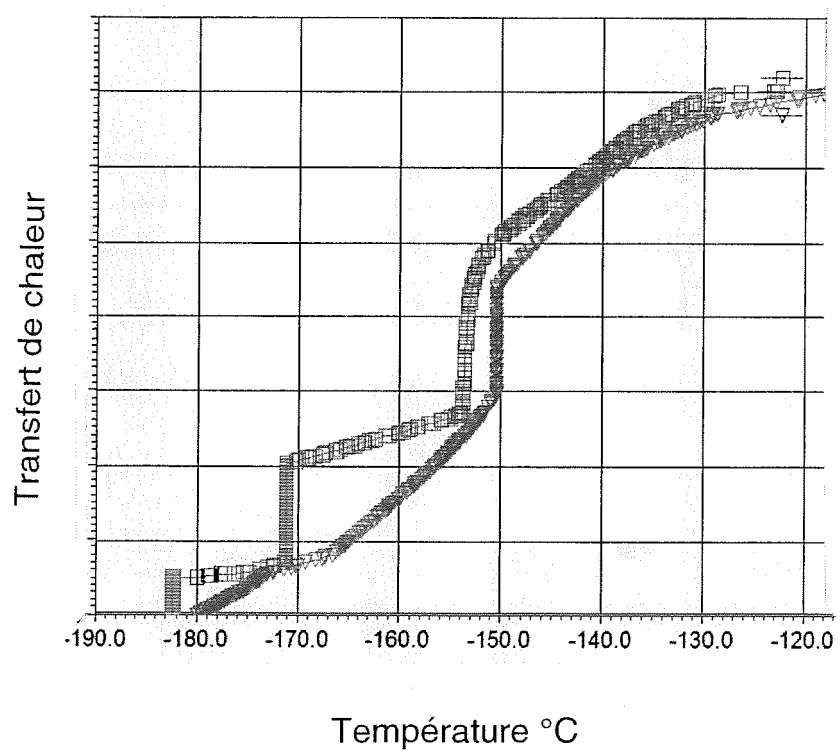


FIG. 3

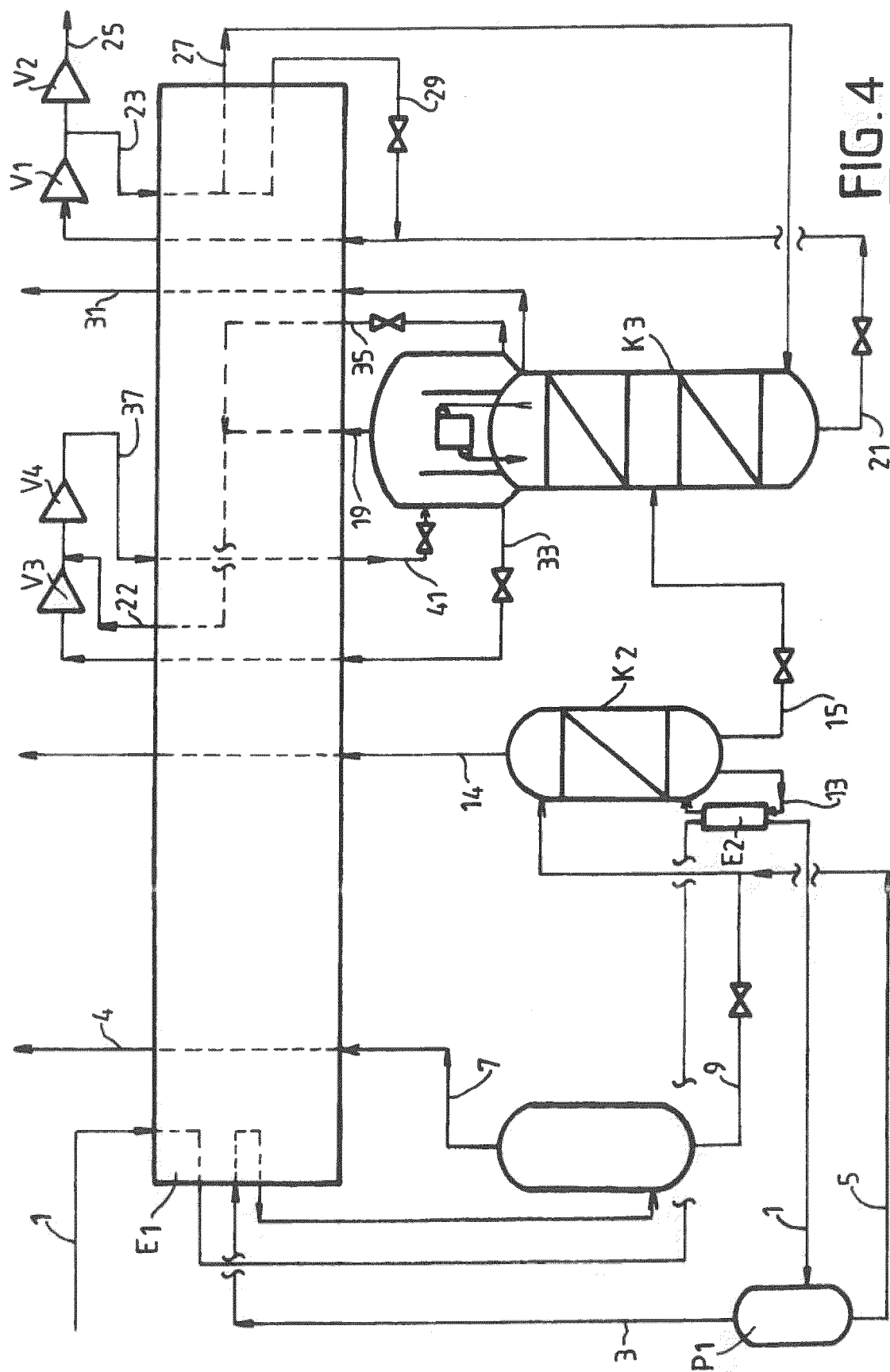
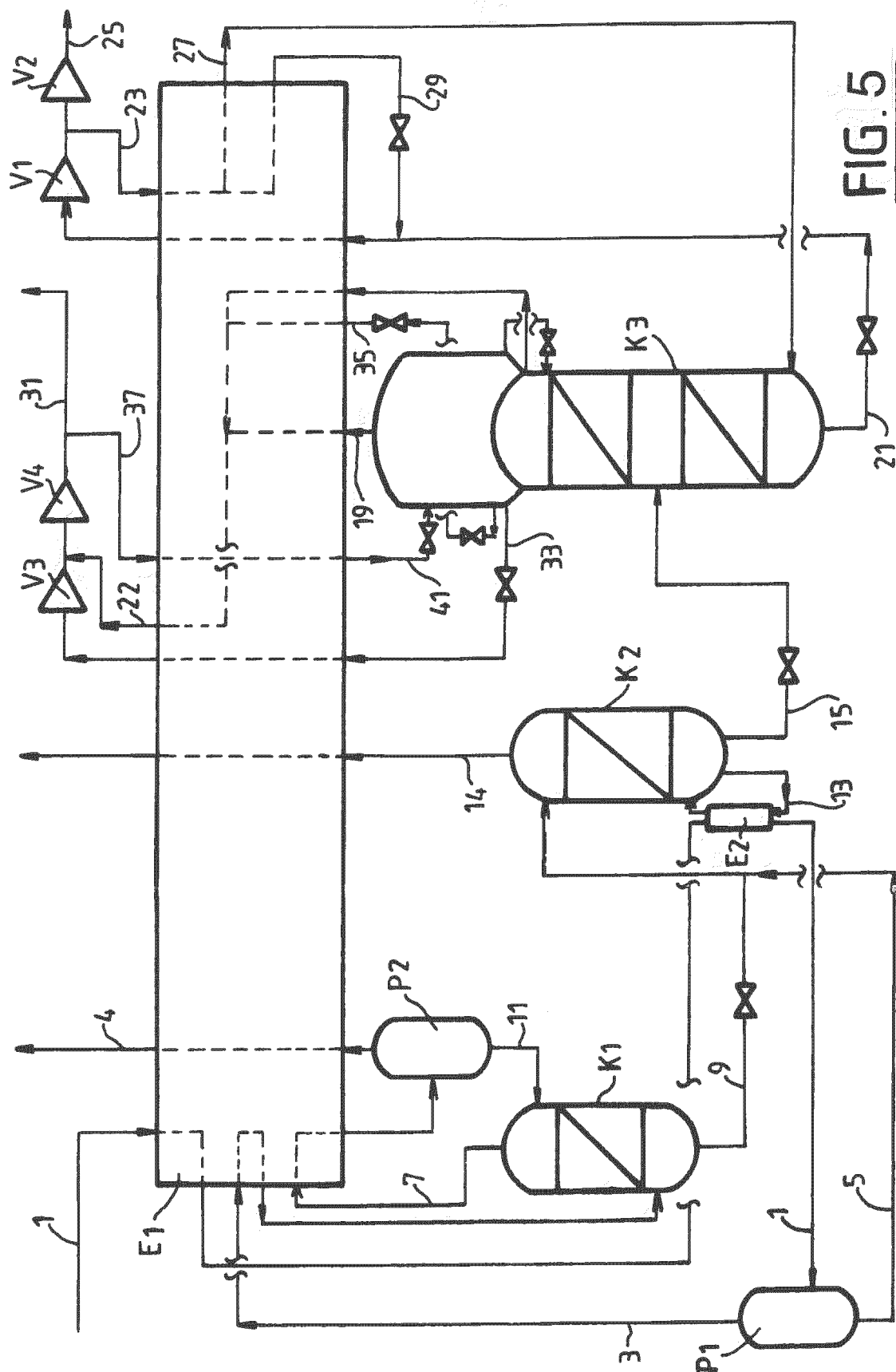


FIG. 4



515

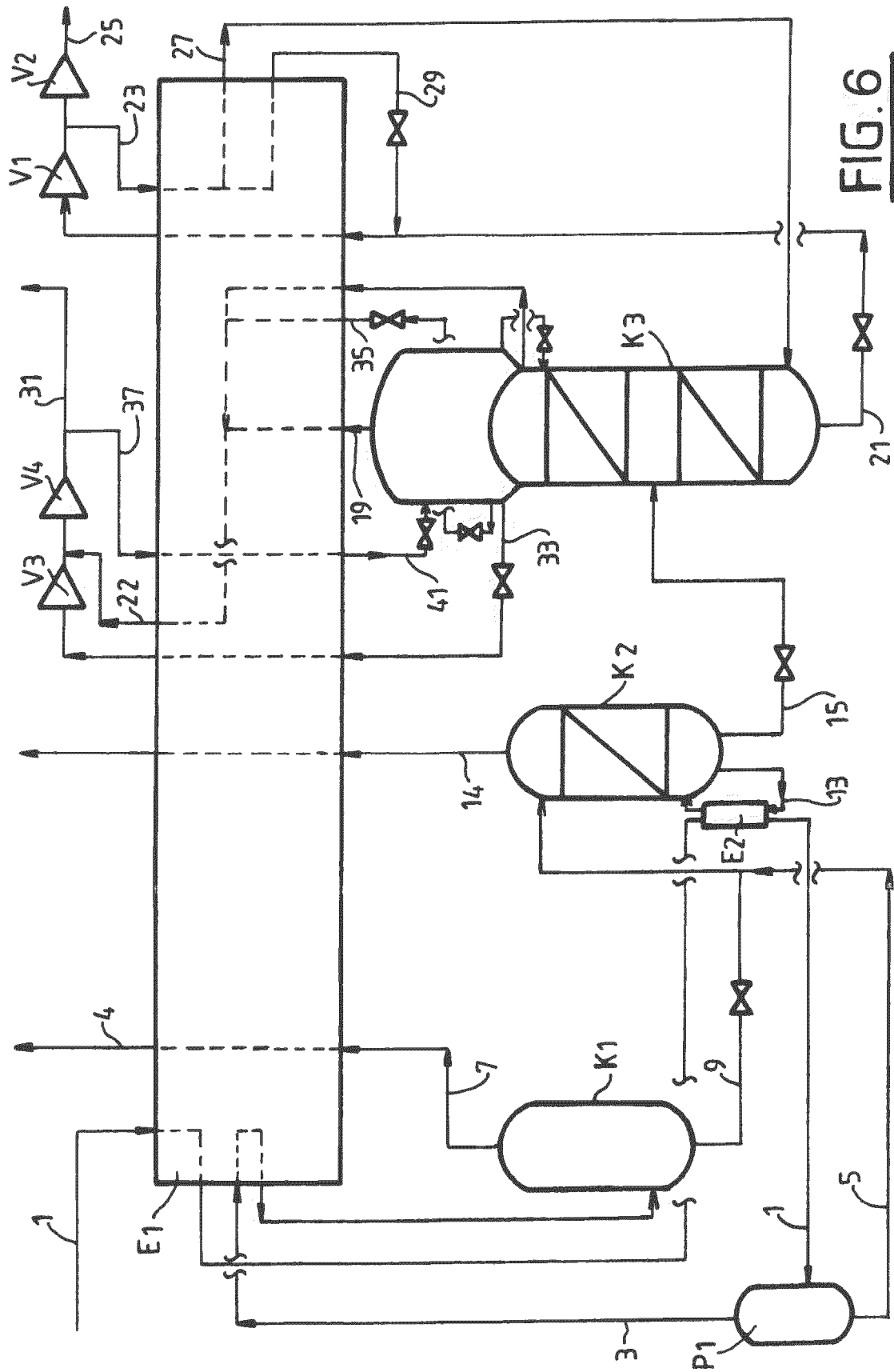


FIG. 6

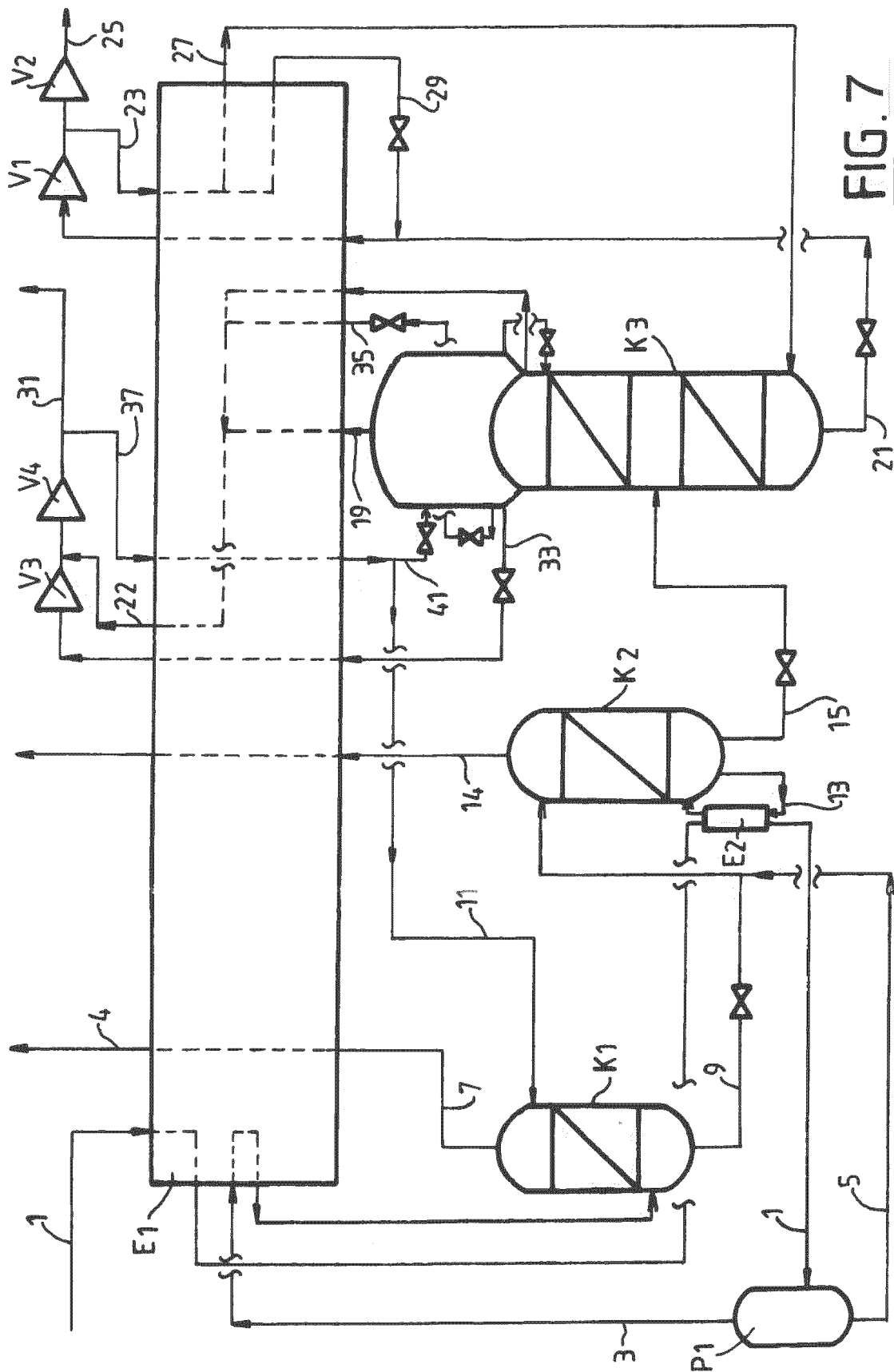


FIG. 7



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 19 18 4179

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
Y,D	FR 3 018 599 A1 (AIR LIQUIDE [FR]) 18 septembre 2015 (2015-09-18) * page 2, lignes 19-21; figures 2,5 * * page 2, lignes 14-15 * * page 3, lignes 32-33 * * page 4, lignes 23-24 * * page 6, lignes 32-34 *	1-14	INV. F25J3/02
Y,D	FR 2 754 541 A1 (AIR LIQUIDE [FR]) 17 avril 1998 (1998-04-17) * figure 2 *	1-4, 9-11,14 5-8,12, 13	
Y,D	EP 0 677 483 A1 (AIR LIQUIDE [FR]) 18 octobre 1995 (1995-10-18) * colonne 2, lignes 19-26; figure 1 * * colonne 3, lignes 9-44 *	1,2,4-14 3	
Y,D	FR 3 011 320 A1 (AIR LIQUIDE [FR]) 3 avril 2015 (2015-04-03) * figure 1 *	1,2,4, 9-11,14 3,5-8, 12,13	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
Y	US 2 692 484 A (ALFRED ETIENNE) 26 octobre 1954 (1954-10-26) * colonne 1, lignes 27-53; figures 1,4 * * colonne 3, ligne 71 - colonne 4, ligne 18 *	1-14	F25J
Y	FR 2 953 004 A1 (AIR LIQUIDE [FR]) 27 mai 2011 (2011-05-27) * figures *	2	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche Munich		Date d'achèvement de la recherche 20 novembre 2019	Examineur Göritz, Dirk
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 19 18 4179

5 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 membres 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.

20-11-2019

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 3018599 A1	18-09-2015	FR 3018599 A1 WO 2015140460 A2	18-09-2015 24-09-2015
FR 2754541 A1	17-04-1998	CN 1186216 A EP 0837031 A2 FR 2754541 A1 JP H10213374 A KR 19980032790 A SG 63760 A1 TW 362037 B	01-07-1998 22-04-1998 17-04-1998 11-08-1998 25-07-1998 30-03-1999 21-06-1999
EP 0677483 A1	18-10-1995	CA 2146939 A1 CN 1117129 A DE 69504398 D1 DE 69504398 T2 EP 0677483 A1 ES 2122469 T3 FR 2718725 A1 JP 3782128 B2 JP H0859204 A US 5509271 A	14-10-1995 21-02-1996 08-10-1998 12-05-1999 18-10-1995 16-12-1998 20-10-1995 07-06-2006 05-03-1996 23-04-1996
FR 3011320 A1	03-04-2015	AUCUN	
US 2692484 A	26-10-1954	BE 502428 A DE 921156 C FR 1016621 A GB 694904 A NL 71286 C US 2692484 A	20-11-2019 09-12-1954 18-11-1952 29-07-1953 20-11-2019 26-10-1954
FR 2953004 A1	27-05-2011	CN 102893110 A EP 2504646 A2 FR 2953004 A1 JP 2013511697 A US 2012279254 A1 WO 2011067492 A2	23-01-2013 03-10-2012 27-05-2011 04-04-2013 08-11-2012 09-06-2011

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

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- CN 101688753 [0004]
- FR 2754541 [0004] [0005]
- EP 677483 A [0005]
- FR 3011320 [0005]
- FR 3018599 [0005]