(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

COURBEVOIE

(11) **N° de publication :** **3 130 018**

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) **N° d'enregistrement national :** **21 13017**

(51) Int Cl[8] : ***F 25 J 1/02*** *(2022.01), F 25 B 25/00*

(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION A1

(22) **Date de dépôt :** 06.12.21.

(30) **Priorité :**

(43) **Date de mise à la disposition du public de la demande :** 09.06.23 Bulletin 23/23.

(56) **Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire :** *Se reporter à la fin du présent fascicule*

(60) **Références à d'autres documents nationaux apparentés :**

( ) **Demande(s) d'extension :**

(71) **Demandeur(s) :** *ENGIE Société anonyme* — FR.

(72) **Inventeur(s) :** BENOIT Laurent, CHEVALIER Julien et HORTANED Thierry.

(73) **Titulaire(s) :** ENGIE Société anonyme.

(74) **Mandataire(s) :** Lavoix.

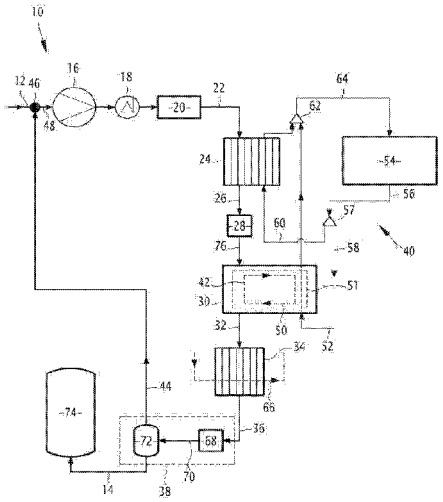
(54) Procédé de liquéfaction d'un gaz à traiter riche en méthane, et installation correspondante.

(57) Procédé de liquéfaction d'un gaz à traiter riche en méthane, et installation correspondante

Procédé de liquéfaction d'un gaz à traiter (12) comprenant au moins 50% en volume de méthane, comprenant les étapes suivantes :

- épuration du gaz à traiter,
- pré-refroidissement du gaz épuré (22) à température inférieure ou égale à -15°C par échange de chaleur avec un cycle frigorifique de pré-refroidissement (40),
- liquéfaction du gaz pré-refroidi (26), dans une unité de liquéfaction (30), en un courant de liquide (32), avec un sous-refroidissement inférieur ou égal à 5°C, l'unité de liquéfaction incluant un cycle frigorifique de Stirling (50) distinct du cycle frigorifique de pré-refroidissement, ce cycle mettant en œuvre un premier fluide réfrigérant (42) pré-refroidi par un cycle frigorifique de pré-refroidissement (40) distinct d'un cycle de Stirling,
- sous-refroidissement du courant de liquide, et
- détente du courant de liquide sous-refroidi (36) pour obtenir un gaz liquéfié (14).

Figure pour l'abrégé : Figure 1



FR 3 130 018 - A1

Description

Titre de l'invention : Procédé de liquéfaction d'un gaz à traiter riche en méthane, et installation correspondante

[0001] La présente invention concerne un procédé de liquéfaction d'un gaz à traiter comprenant au moins 50% en volume de méthane, le procédé comprenant une épuration du gaz à traiter pour obtenir un gaz épuré, un pré-refroidissement du gaz épuré pour obtenir un gaz pré-refroidi, une liquéfaction du gaz pré-refroidi pour obtenir un courant de liquide, un sous-refroidissement du courant de liquide pour obtenir un courant de liquide sous-refroidi, et une détente du courant de liquide sous-refroidi pour obtenir un gaz liquéfié.

[0002] L'invention concerne également une installation adaptée pour mettre en œuvre un tel procédé.

[0003] Le gaz à traiter est par exemple du gaz naturel (gaz fossile) ou un biogaz (issu de la fermentation de matières organiques). Le marché concerné est par exemple celui du GNL (Gaz Naturel Liquéfié) de détail, avec un stockage final du GNL produit à une pression inférieure à 3 bars absolus. Ce marché requiert des capacités de production de gaz liquéfié relativement faibles, typiquement inférieures à 2000 Nm^3/h de gaz à liquéfier.

[0004] Les procédés de liquéfaction existants peuvent être regroupés en quatre catégories.

[0005] Une première catégorie comprend les cycles à changement de phase, souvent appelés cycles à mélange réfrigérant (MR). Le froid est apporté en évaporant un fluide réfrigérant adapté au niveau de température de refroidissement exigé. Pour pouvoir vaporiser le fluide réfrigérant sur une grande plage de température, tout en réduisant autant que possible le nombre d'équipements, le fluide réfrigérant est composé d'un mélange qui s'évapore progressivement tout au long de la plage de température visée. Une fois totalement vaporisé, le fluide réfrigérant est condensé par étapes à l'aide, d'une part, de plusieurs étages de compression et, d'autre part, d'un pré-refroidissement sur lui-même.

[0006] Toutefois, les cycles à changement de phase, du fait de leur complexité technique, entraînent des coûts élevés. Pour réaliser un refroidissement adapté à chaque étage, les cycles à changement de phase requièrent une succession importante de compresseurs, et un mélange réfrigérant comportant des composés parfois explosifs, ce qui nécessite des technologies spécifiques de compresseurs. Ainsi, bien qu'efficace, ce type de cycle s'avère trop coûteux aux petites échelles de production visées.

[0007] Une deuxième catégorie comprend les cycles de Brayton inversés. Le froid est produit en détendant, à l'aide d'une turbine, un fluide réfrigérant préalablement

comprimé. La grande différence avec le cycle à changement de phase est que, justement, dans le cycle de Brayton inversé, le fluide réfrigérant reste toujours gazeux. Le refroidissement du gaz à traiter s'opère grâce à la différence de température entre le gaz à traiter et le réfrigérant détendu.

[0008] Néanmoins, les cycles de Brayton inversés restent relativement complexes. Comme les cycles à changement de phase, ils requièrent une succession importante de compresseurs et même de plus grandes capacités et puissances que ceux des cycles à changement de phase, en raison de leur manque relatif d'efficacité énergétique. Il en résulte un coût important aux échelles de production visées. De plus, la machine clef qu'est la turbine de détente cryogénique est coûteuse et n'est pas disponible « sur étagère » à toutes les échelles, ce qui augmente son coût aux échelles de production concernées.

[0009] Une troisième catégorie comprend les cycles de Stirling. Le cycle de Stirling ressemble au cycle de Brayton inversé en ce qu'il ne fait pas appel à l'évaporation d'un fluide réfrigérant. En revanche, ses points de fonctionnement sont différents, car les étapes de détente du réfrigérant et de refroidissement du gaz à traiter se font en même temps, et les étapes de compression du fluide réfrigérant et de son refroidissement par une source externe se font également en même temps. Pour cette raison thermodynamique, mais également en raison de l'évolution technique des solutions Stirling existantes, le système global tient généralement dans un dispositif unique relativement intégré et compact, contrairement aux autres procédés dans lesquels chaque étape est réalisée par un équipement dédié.

[0010] Toutefois, les cycles de Stirling sont difficiles à mettre en œuvre pour des capacités élevées, notamment supérieures à 50 Nm^3/h de gaz à traiter riche en méthane. Ils présentent donc un coût élevé. Les cycles de Stirling incluent une compression et une détente isothermes, et requièrent donc une ligne d'échange compacte dont la capacité ne peut pas être augmentée facilement. Ainsi, le cœur du cycle est souvent dupliqué pour monter en capacité. Par conséquent, le coût spécifique ne profite pas véritablement de la montée en capacité (pas d'économie d'échelle).

[0011] En outre, les cycles de Stirling manquent d'efficacité énergétique. L'énergie nécessaire pour refroidir, liquéfier puis sous-refroidir le gaz à traiter, de la température ambiante à celle du stockage final, se rapproche de celle du cycle de Brayton inversé, d'où un nombre de cryo-générateurs Stirling requis importants et des coûts opérationnels élevés.

[0012] Une quatrième catégorie comprend les cycles ouverts. Au lieu de créer le froid à l'aide d'énergie mécanique, par la compression, puis la détente d'un fluide recyclé, on a recours à un vecteur de froid, c'est-à-dire à un consommable qui apporte le froid. Dans le cas de la liquéfaction d'un biogaz, un vecteur adapté est l'azote liquide.

L'azote liquide, une fois vaporisé, est rejeté à l'atmosphère, donc perdu, le cycle étant ouvert.

[0013] Les cycles ouverts présentent malheureusement un manque d'efficacité énergétique et un coût opérationnel élevé. La consommation du vecteur de froid, par exemple de l'azote liquide, pour réaliser le refroidissement nécessaire à la liquéfaction du gaz à traiter exige un débit massique d'azote liquide supérieur au double de celui du gaz à traiter.

[0014] Un but de l'invention est donc de proposer un procédé de liquéfaction permettant de réduire le coût de production global, en particulier pour des capacités inférieures à 2000 Nm^3/h.

[0015] A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de liquéfaction d'un gaz à traiter comprenant au moins 50% en volume de méthane, le procédé comprenant les étapes suivantes :

[0016] - épuration du gaz à traiter pour obtenir un gaz épuré,

[0017] - pré-refroidissement du gaz épuré pour obtenir un gaz pré-refroidi ayant une température inférieure ou égale à -15°C, le pré-refroidissement étant réalisé par échange de chaleur avec un cycle frigorifique de pré-refroidissement,

[0018] - liquéfaction du gaz pré-refroidi, dans une unité de liquéfaction, pour obtenir un courant de liquide, avec un sous-refroidissement du courant de liquide inférieur ou égal à 5°C en sortie de l'unité de liquéfaction, l'unité de liquéfaction incluant un cycle frigorifique de Stirling distinct dudit cycle frigorifique de pré-refroidissement et mettant en œuvre un premier fluide réfrigérant, le cycle frigorifique de Stirling comprenant un pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant par échange de chaleur avec un deuxième fluide réfrigérant d'un cycle frigorifique de pré-refroidissement distinct d'un cycle de Stirling,

[0019] - sous-refroidissement du courant de liquide pour obtenir un courant de liquide sous-refroidi, et

[0020] - détente du courant de liquide sous-refroidi pour obtenir un gaz liquéfié.

[0021] Selon des modes particuliers de réalisation, le procédé comprend l'une ou plusieurs des caractéristiques suivantes, prise(s) isolément ou selon toutes les combinaisons techniquement possibles :

[0022] - le cycle frigorifique de pré-refroidissement mis en œuvre dans l'étape de pré-refroidissement du gaz épuré et le cycle frigorifique de pré-refroidissement mis en œuvre pour le pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant forment un unique cycle frigorifique de pré-refroidissement ;

[0023] - l'unique cycle frigorifique de pré-refroidissement est un cycle à eau glycolée, un cycle au CO2, un cycle à ammoniac, un cycle au fréon, ou un cycle au propane ;

[0024] - l'unique cycle frigorifique de pré-refroidissement comprend : un refroidissement du

deuxième fluide réfrigérant pour produire un courant de deuxième fluide réfrigérant refroidi ; et une division du courant de deuxième fluide réfrigérant refroidi en au moins deux flux utilisés respectivement pour réaliser le pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant et le pré-refroidissement du gaz épuré ;

[0025] - la température du gaz pré-refroidi est supérieure ou égale à -50°C ;

[0026] - le sous-refroidissement comprend : un échange de chaleur avec un cycle ouvert mettant en œuvre de l'azote liquide ; et/ou un échange de chaleur avec une vapeur produite par la détente du courant de gaz liquéfié sous-refroidi ;

[0027] - la détente du courant de liquide sous-refroidi produit une vapeur, le procédé comprenant en outre un mélange du gaz à traiter avec au moins une partie de la vapeur pour obtenir un mélange ;

[0028] - le procédé comprend en outre, préalablement à la liquéfaction du gaz pré-refroidi, une détente du gaz pré-refroidi ; et

[0029] - ledit courant de liquide obtenu présente une température comprise entre -115°C et -90°C en sortie de l'unité de liquéfaction.

[0030] L'invention a aussi pour objet une installation adaptée pour mettre en œuvre un procédé tel que décrit ci-dessus, comprenant :

[0031] - une unité d'épuration adaptée pour épurer un gaz à traiter comprenant au moins 50% en volume de méthane et obtenir un gaz épuré,

[0032] - une unité de pré-refroidissement adaptée pour pré-refroidir le gaz épuré et pour obtenir un gaz pré-refroidi à une température inférieure ou égale à -15°C,

[0033] - au moins un cycle frigorifique de pré-refroidissement pour réaliser un échange de chaleur avec le gaz épuré,

[0034] - une unité de liquéfaction adaptée pour liquéfier le gaz pré-refroidi et obtenir un courant de liquide, avec un sous-refroidissement du courant de liquide inférieur ou égal à 5°C en sortie de l'unité de liquéfaction, l'unité de liquéfaction incluant un cycle frigorifique de Stirling distinct dudit cycle frigorifique de pré-refroidissement et étant adaptée pour mettre en œuvre un premier fluide réfrigérant, le cycle frigorifique de Stirling étant adapté pour réaliser un pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant,

[0035] - au moins un cycle frigorifique de pré-refroidissement distinct du cycle frigorifique de Stirling et adapté pour mettre en œuvre un deuxième fluide réfrigérant et pour réaliser un échange de chaleur avec le premier fluide réfrigérant afin d'obtenir ledit pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant, le cycle frigorifique de pré-refroidissement étant distinct d'un cycle de Stirling,

[0036] - une unité de sous-refroidissement du courant de liquide pour obtenir un courant de liquide sous-refroidi, et

[0037] - une unité de détente pour détendre le courant de liquide sous-refroidi et obtenir un gaz liquéfié.

[0038] L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui va suivre, donnée uniquement à titre d'exemple et faite en se référant au dessin annexé, sur lequel :

[0039] [Fig.1] la [Fig.1] est une vue schématique d'une installation selon l'invention adaptée pour mettre en œuvre un procédé selon l'invention.

[0040] Dans tout ce qui suit, on désignera par les mêmes références un courant circulant dans une conduite et la conduite qui le transporte. Les termes « amont » et « aval » s'étendent généralement par rapport au sens normal de circulation d'un fluide.

[0041] 1 Nm^3/h signifie dans le présent document un mètre cube par heure à une pression de 101325 Pa et une température de 0°C.

[0042] En référence à la [Fig.1], on décrit une installation 10 selon l'invention. L'installation est adaptée pour liquéfier un gaz à traiter 12 comprenant au moins 50% en volume de méthane et obtenir un gaz liquéfié 14 (c'est-à-dire un liquide), par exemple en vue de sa commercialisation sur le marché du GNL (Gaz Naturel Liquéfié) de détail. Le gaz liquéfié 14 est avantageusement stocké à une pression inférieure à 3 bar absolu (300 kPa).

[0043] Le gaz à traiter 12 est par exemple un biogaz, un gaz de réseau, un gaz de synthèse, ou plus généralement un gaz riche en méthane.

[0044] Dans le cas d'un biogaz, le gaz à traiter 12 peut contenir jusqu'à 45% en volume de CO2 et donc à peine 50 à 55% en volume de méthane.

[0045] Si le gaz à traiter 12 est un gaz fossile, sa teneur en méthane avant purification est généralement supérieure à 70% en volume.

[0046] Dans l'exemple représenté, l'installation 10 comprend un compresseur 16, suivi d'un refroidisseur 18, et une unité d'épuration 20 pour épurer le gaz à traiter 12 pour obtenir, de manière connue en soi, un gaz épuré 22 qui soit liquéfiable.

[0047] Selon des variantes non représentées, si le gaz à traiter 12 est à une pression suffisante, l'installation 10 est avantageusement dépourvue du compresseur 16 et du refroidisseur 18.

[0048] L'installation 10 comprend une unité de pré-refroidissement 24 pour pré-refroidir le gaz épuré 22 et obtenir un gaz pré-refroidi 26 à une température inférieure ou égale à -15°C, et avantageusement supérieure à -50°C. Selon un mode de réalisation particulier, la température du gaz pré-refroidi 26 est comprise entre -45°C et -15°C.

[0049] Dans l'exemple, l'installation 10 comprend aussi une unité de détente 28 pour détendre le gaz pré-refroidi 26.

[0050] L'installation 10 comprend une unité de liquéfaction 30 adaptée pour liquéfier le gaz pré-refroidi 26, et optionnellement détendu, et obtenir un courant de liquide 32, avec un sous-refroidissement du courant de liquide inférieur ou égal à 5°C, par exemple d'environ 3°C, en sortie de l'unité de liquéfaction 30.

[0051] L'installation 10 comprend une unité de sous-refroidissement 34 pour sous-refroidir

le courant de liquide 32 pour obtenir un courant de liquide sous-refroidi 36, et une unité de détente 38 pour détendre le courant de liquide sous-refroidi 36 et obtenir le gaz liquéfié 14.

[0052] Dans l'exemple, l'installation 10 comprend un unique cycle frigorifique de pré-refroidissement 40 pour réaliser, dans l'unité de pré-refroidissement 24, un échange de chaleur avec le gaz épuré 22, et pour réaliser, dans l'unité de liquéfaction 30, un pré-refroidissement d'un premier fluide réfrigérant 42 mis en œuvre par l'unité de liquéfaction 30.

[0053] Par « cycle frigorifique», on entend un ensemble de canalisations et d'éléments (non représentés), tels que des compresseurs ou des turbines, adaptés pour faire subir à un fluide une série de transformations dans le but de générer du froid à un endroit du cycle, de manière connue en elle-même (cf. le préambule du présent document).

[0054] Selon une variante non représentée, l'installation 10 comporte deux cycles frigorifiques de pré-refroidissement distincts l'un de l'autre (dont les fluides ne se mélangent pas), l'un étant adapté pour apporter du froid à l'unité de pré-refroidissement 24, et l'autre à l'unité de liquéfaction 30.

[0055] Dans l'exemple, l'unité de détente 38 étant également adaptée pour produire une vapeur 44 riche en méthane, connue sous le nom de « gaz de flash », l'installation 10 comprend en outre un mélangeur 46 adapté pour mélanger le gaz à traiter 12 avec la vapeur 44 pour obtenir un mélange 48. Dit de manière plus simple, la vapeur est recyclée dans le gaz à traiter en amont de la compression.

[0056] Le compresseur 16, suivi du refroidisseur à température ambiante 18, permet de comprimer à la fois le gaz à traiter 12 et la vapeur 44, par exemple entre 19 et 40 bars absolus.

[0057] En l'absence du compresseur 16, par exemple parce que le gaz à traiter 12 serait déjà à une pression suffisante, seule la vapeur 44 est comprimée par un compresseur dédié (non représenté) avant d'être mélangée au gaz à traiter 12.

[0058] L'unité d'épuration 20 rend le gaz compressé liquéfiable à des températures cryogéniques, typiquement inférieures à -80°C. L'unité d'épuration 20 est classiquement adaptée pour éliminer du gaz à traiter 12 les composés volatils et les hydrocarbures lourds (dits « C6+ »), par exemple grâce à des charbons actifs (non représentés et connus en eux-mêmes). Pour abaisser le taux d'eau du gaz à traiter 12, au sein du mélange 48, jusqu'à quelques milliers de ppmv (partie par million, en volume), l'unité d'épuration 20 comprend par exemple un système de condensation (non-représenté). Pour abaisser le taux de CO2 à moins de 2,5%mol, un système membranaire (non représenté) est par exemple utilisé. Pour abaisser le taux de CO2 en dessous de 50 ppmv et le taux d'eau en dessous de 2 ppmv, des tamis moléculaires peuvent être utilisés (non représentés).

[0059] Le gaz épuré 22 comporte au moins 90% en volume de méthane s'il est issu d'un gaz fossile, voire 99% en volume et plus s'il est issu d'un biogaz.

[0060] L'unité de détente 28 comprend par exemple une vanne de Joule-Thomson ou une turbine de détente gazeuse.

[0061] L'unité de liquéfaction 30 inclut un cycle frigorifique de Stirling 50 distinct du cycle frigorifique de pré-refroidissement 40 et mettant en œuvre le premier fluide réfrigérant 42. L'unité de liquéfaction 30 est adaptée pour que le courant de liquide 32 ait une température comprise entre -115°C et -90°C en sortie de l'unité de liquéfaction 30.

[0062] Par « cycle frigorifique de Stirling 50 », on entend ici un cycle frigorifique mis en œuvre par une machine de Stirling 51 connue en elle-même de l'homme du métier.

[0063] La machine de Stirling 51 est un dispositif thermomécanique configuré pour réaliser un cycle thermodynamique régénéré, fermé, alternatif, monophasique. Le cycle comprend successivement des phases de compression et de détente du fluide de travail, ici le premier fluide réfrigérant 42, à des niveaux de température différents.

[0064] Le cycle est dit « régénéré », car le premier fluide réfrigérant 42 traverse un régénérateur (non représenté) dont le but est de refroidir ou de chauffer le premier fluide réfrigérant 42 selon son sens de transit.

[0065] Le cycle est dit « fermé », car le mouvement du premier fluide réfrigérant 42 est entièrement contrôlé par la variation de volumes internes de la machine de Stirling 51, sans recours à des organes d'isolation des différentes parties occupées par le premier fluide réfrigérant 42, c'est-à-dire notamment sans recours à des vannes.

[0066] Le cycle est dit « alternatif », car, en chaque point des volumes internes occupé par le premier fluide réfrigérant 42, au moins une caractéristique thermodynamique du fluide, telle que la température ou la pression, n'est pas stationnaire durant le cycle.

[0067] Le cycle est dit « monophasique », en ce sens que le premier fluide réfrigérant 42 reste monophasique au cours du cycle.

[0068] Inversement, un cycle frigorifique est « distinct d'un cycle de Stirling » s'il n'est pas mis en œuvre par une machine de Stirling ou ne possède pas l'une des propriétés énoncées ci-dessus.

[0069] Le cycle frigorifique de Stirling 50 est en outre adapté pour réaliser un pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant 42 par échange de chaleur avec un deuxième fluide réfrigérant 52 mis en œuvre par le cycle frigorifique de pré-refroidissement 40, le deuxième fluide réfrigérant 52 s'échauffant par exemple de moins de 5°C au cours de cet échange de chaleur.

[0070] Le cycle frigorifique de Stirling 50 est avantageusement adapté pour pré-refroidir le premier fluide réfrigérant 42 à une température inférieure ou égale à -15°C.

[0071] Le cycle frigorifique de pré-refroidissement 40 utilisé n'est pas un cycle de Stirling. Le cycle frigorifique de pré-refroidissement 40 est par exemple un cycle à eau

glycolée, un cycle au CO2, un cycle à ammoniac, un cycle au fréon, ou un cycle au propane, connus en eux-mêmes et qui ne seront pas décrits en détail.

[0072] Dans l'exemple, le cycle frigorifique de pré-refroidissement 40 comprend un module de refroidissement 54 pour produire un courant de deuxième fluide réfrigérant refroidi 56, et un diviseur 57 pour diviser le courant de deuxième fluide réfrigérant refroidi 56 en deux flux 58, 60 utilisés respectivement pour réaliser le pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant 42 et le pré-refroidissement du gaz épuré. Le cycle frigorifique de pré-refroidissement 40 comprend par exemple un mélangeur 62 adapté pour mélanger les deux flux 58, 60 après leurs passages respectifs dans l'unité de liquéfaction 30 et dans l'unité de pré-refroidissement 24 et pour reconstituer un flux de deuxième fluide réfrigérant 64 dirigé vers le module de refroidissement 54.

[0073] Le module de refroidissement 54 est adapté pour refroidir le flux de deuxième fluide réfrigérant 64 et produire le courant de deuxième fluide réfrigérant refroidi 56.

[0074] L'unité de sous-refroidissement 34 est par exemple adaptée pour refroidir le courant de liquide 32 par échange de chaleur avec un cycle ouvert 66 mettant en œuvre de l'azote liquide.

[0075] En variante ou en complément non représentés, l'unité de sous-refroidissement 34 est adaptée pour refroidir le courant de liquide 32 par échange de chaleur avec la vapeur 44 produite par l'unité de détente 38.

[0076] L'unité de détente 38 comprend avantageusement un module de détente 68 adapté pour détendre le courant de liquide sous-refroidi 36 et obtenir un courant sous-refroidi détendu 70 à une pression inférieure à 3 bars absolus, par exemple une pression de 2 bars absolus. L'unité de détente 38 comprend par exemple un ballon de flash 72 pour séparer le courant sous-refroidi détendu 70 en le gaz liquéfié 14, par exemple reçu dans un stockage 74, et la vapeur 44 recyclée en amont du compresseur 16.

[0077] Un procédé selon l'invention, mis en œuvre par l'installation 10, va maintenant être décrit rapidement.

[0078] Dans l'exemple, le gaz à traiter 12 et la vapeur 44 issue du ballon de flash sont mélangés par le mélangeur 46 pour former le mélange 48.

[0079] Le gaz à traiter 12, au sein du mélange 48, est comprimé dans le compresseur 16, puis refroidi environ à la température ambiante, par exemple 20°C, dans le refroidisseur 18. Puis le gaz à traiter 12, dans l'exemple au sein du mélange 48, est épuré dans l'unité d'épuration 20 pour former le gaz épuré 22.

[0080] Le gaz épuré 22 est pré-refroidi dans l'unité de pré-refroidissement 24 jusqu'à une température inférieure à -15°C, par échange de chaleur avec le deuxième fluide réfrigérant 56, dans l'exemple avec le flux 60.

[0081] Optionnellement, le gaz pré-refroidi 26 est détendu dans l'unité de détente 28 pour obtenir un gaz pré-refroidi et détendu 76.

[0082] Ensuite, le gaz pré-refroidi et détendu 76 (ou le gaz pré-refroidi 26, en l'absence de la détente optionnelle) est liquéfié par l'unité de liquéfaction 30, avec un sous-refroidissement minime, inférieur ou égal à 5°C, par exemple d'environ 3°C. Dit autrement, la température du courant de liquide 32 en sortie de l'unité de liquéfaction 30 est de 3°C en dessous de la température de bulle du gaz pré-refroidi et détendu 76 (ou du gaz pré-refroidi 26, en l'absence de la détente optionnelle). La température du courant de liquide 32 en sortie de l'unité de liquéfaction 30 est comprise de préférence entre ◆115°C et -90°C.

[0083] L'unité de liquéfaction 30 met en œuvre le cycle frigorifique de Stirling 50, qui apporte le froid permettant la liquéfaction du gaz pré-refroidi 26.

[0084] Le cycle frigorifique de Stirling 50 réalise notamment un pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant 42 à une température inférieure à -15°C, par échange de chaleur avec le flux 58 de deuxième fluide réfrigérant. Durant cet échange de chaleur, le deuxième fluide réfrigérant 52 s'échauffe de moins de 5°C.

[0085] Le courant de liquide 32 est ensuite sous-refroidi dans l'unité de sous-refroidissement 34, détendu dans le module de détente 68 à, par exemple, 2 bars absolus, et envoyé dans le ballon de flash 72. Le gaz liquéfié 14 est par exemple récupéré en pied du ballon de flash 72 et envoyé dans le stockage 74. Dans l'exemple représenté, le courant de liquide 32 est refroidi par échange de chaleur avec le cycle ouvert 66 à azote liquide. Dit autrement, de l'azote liquide est vaporisé et cède son froid à l'unité de sous-refroidissement 34.

[0086] La vapeur issue du ballon de flash 72, comme indiqué plus haut, est recyclée dans le gaz à traiter 12.

[0087] Dans le cycle frigorifique de pré-refroidissement 40 représenté, le flux de deuxième fluide réfrigérant 64 est refroidi par le module de refroidissement 54 pour produire le flux de deuxième fluide réfrigérant refroidi 56. Le courant de deuxième fluide réfrigérant refroidi 56 est divisé en les deux flux 58, 60. Le flux 60 passe dans l'unité de pré-refroidissement 24 pour céder du froid au gaz épuré 22 et réaliser le pré-refroidissement du gaz épuré. Le flux 58 passe dans l'unité de liquéfaction 30 pour céder du froid au cycle frigorifique de Stirling 50 et réaliser le pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant 42. Après leurs passages respectifs dans l'unité de liquéfaction 30 et dans l'unité de pré-refroidissement 24, les deux flux 58, 60 sont mélangés pour reconstituer le flux de deuxième fluide réfrigérant 64.

[0088] Dans l'exemple, le pré-refroidissement du gaz épuré 22 et le pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant 42 sont donc réalisés en parallèle par l'unique cycle frigorifique de pré-refroidissement 40.

Exemples de procédé

[0089] Ces exemples comprennent l'une ou plusieurs des caractéristiques suivantes, selon

toutes les combinaisons possibles.

[0090] Le gaz à traiter 12 est comprimé entre 19 et 40 bars absolus, par exemple à 40 bars absolus.

[0091] Le gaz épuré 22 est pré-refroidi entre ◆15°C et -50°C, par exemple à -35°C, par l'unité de pré-refroidissement 24.

[0092] Il n'y a pas de détente du gaz pré-refroidi 26 avant son entrée dans l'unité de liquéfaction 30.

[0093] La température du courant de liquide 32 en sortie de l'unité de liquéfaction 30 est entre -115°C et -90°C, par exemple de ◆90°C.

[0094] Le courant de liquide 32 est sous-refroidi par l'unité de sous-refroidissement 34 à une température permettant d'obtenir un taux d'évaporation molaire dans le ballon de flash 72 compris entre 20% et 50%, de préférence entre 20% et 25%.

[0095] Grâce aux caractéristiques décrites ci-dessus, le procédé permet de réduire le coût de production global du gaz liquéfié 14, en particulier pour des capacités de production inférieures à 2000 Nm^3/h.

[0096] En effet, le pré-refroidissement du gaz épuré 22 jusqu'à une température entre -15°C et -50°C, et le sous-refroidissement du courant liquide 32 sont réalisés par des systèmes dédiés (distincts de l'unité de liquéfaction 30) et à faible coûts. Dans l'unité de liquéfaction 30, le cycle frigorifique de Stirling 50 est lui-même pré-refroidi à une température inférieure à -15°C par un cycle frigorifique de pré-refroidissement 40 distinct, qui n'est pas un cycle de Stirling. Ceci améliore la performance du cycle frigorifique de Stirling 50.

[0097] Le sous-refroidissement du courant liquide 32 qui intervient dans l'unité de liquéfaction 30 est avantageusement réduit à 5°C ou moins. Le véritable sous-refroidissement est réalisé dans l'unité de sous-refroidissement 34 dédiée, et non par le cycle frigorifique de Stirling 50 de l'unité de liquéfaction 30.

[0098] Tout ceci minimise la dépense thermique de l'unité de liquéfaction 30, qui concentre à elle seule la moitié de la dépense énergétique globale dans l'art antérieur.

[0099] La liquéfaction est réalisée par le cycle frigorifique de Stirling 50, qui est peu complexe. Ce cycle est bien adapté à un refroidissement ciblé et intègre avantageusement en une seule machine tous les éléments d'un refroidissement autonome.

[0100] Le sous-refroidissement, avantageusement réalisé à l'azote liquide, augmente encore les économies réalisées.

Revendications

[Revendication 1] Procédé de liquéfaction d'un gaz à traiter (12) comprenant au moins 50% en volume de méthane, le procédé comprenant les étapes suivantes :
- épuration du gaz à traiter (12) pour obtenir un gaz épuré (22),
- pré-refroidissement du gaz épuré (22) pour obtenir un gaz pré-refroidi (26) ayant une température inférieure ou égale à -15°C, le pré-refroidissement étant réalisé par échange de chaleur avec un cycle frigorifique de pré-refroidissement (40),
- liquéfaction du gaz pré-refroidi (26), dans une unité de liquéfaction (30), pour obtenir un courant de liquide (32), avec un sous-refroidissement du courant de liquide (32) inférieur ou égal à 5°C en sortie de l'unité de liquéfaction (30), l'unité de liquéfaction (30) incluant un cycle frigorifique de Stirling (50) distinct dudit cycle frigorifique de pré-refroidissement (40) et mettant en œuvre un premier fluide réfrigérant (42), le cycle frigorifique de Stirling (50) comprenant un pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant (42) par échange de chaleur avec un deuxième fluide réfrigérant (52) d'un cycle frigorifique de pré-refroidissement (40) distinct d'un cycle de Stirling,
- sous-refroidissement du courant de liquide (32) pour obtenir un courant de liquide sous-refroidi (36), et
- détente du courant de liquide sous-refroidi (36) pour obtenir un gaz liquéfié (14).

[Revendication 2] Procédé selon la revendication 1, dans lequel le cycle frigorifique de pré-refroidissement (40) mis en œuvre dans l'étape de pré-refroidissement du gaz épuré (22) et le cycle frigorifique de pré-refroidissement (40) mis en œuvre pour le pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant (42) forment un unique cycle frigorifique de pré-refroidissement (40).

[Revendication 3] Procédé selon la revendication 2, dans lequel l'unique cycle frigorifique de pré-refroidissement (40) est un cycle à eau glycolée, un cycle au CO2, un cycle à ammoniac, un cycle au fréon, ou un cycle au propane.

[Revendication 4] Procédé selon la revendication 2 ou 3, dans lequel l'unique cycle frigorifique de pré-refroidissement (40) comprend :
- un refroidissement du deuxième fluide réfrigérant (52) pour produire un courant de deuxième fluide réfrigérant refroidi (56), et
- une division du courant de deuxième fluide réfrigérant refroidi (56) en

au moins deux flux (58, 60) utilisés respectivement pour réaliser le pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant (42) et le pré-refroidissement du gaz épuré (22).

[Revendication 5] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel la température du gaz pré-refroidi (26) est supérieure ou égale à -50°C.

[Revendication 6] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel le sous-refroidissement comprend :
- un échange de chaleur avec un cycle ouvert (66) mettant en œuvre de l'azote liquide, et/ou
- un échange de chaleur avec une vapeur (44) produite par la détente du courant de gaz liquéfié sous-refroidi.

[Revendication 7] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, dans lequel la détente du courant de liquide sous-refroidi (36) produit une vapeur (44), le procédé comprenant en outre un mélange du gaz à traiter (12) avec au moins une partie de la vapeur (44) pour obtenir un mélange (48).

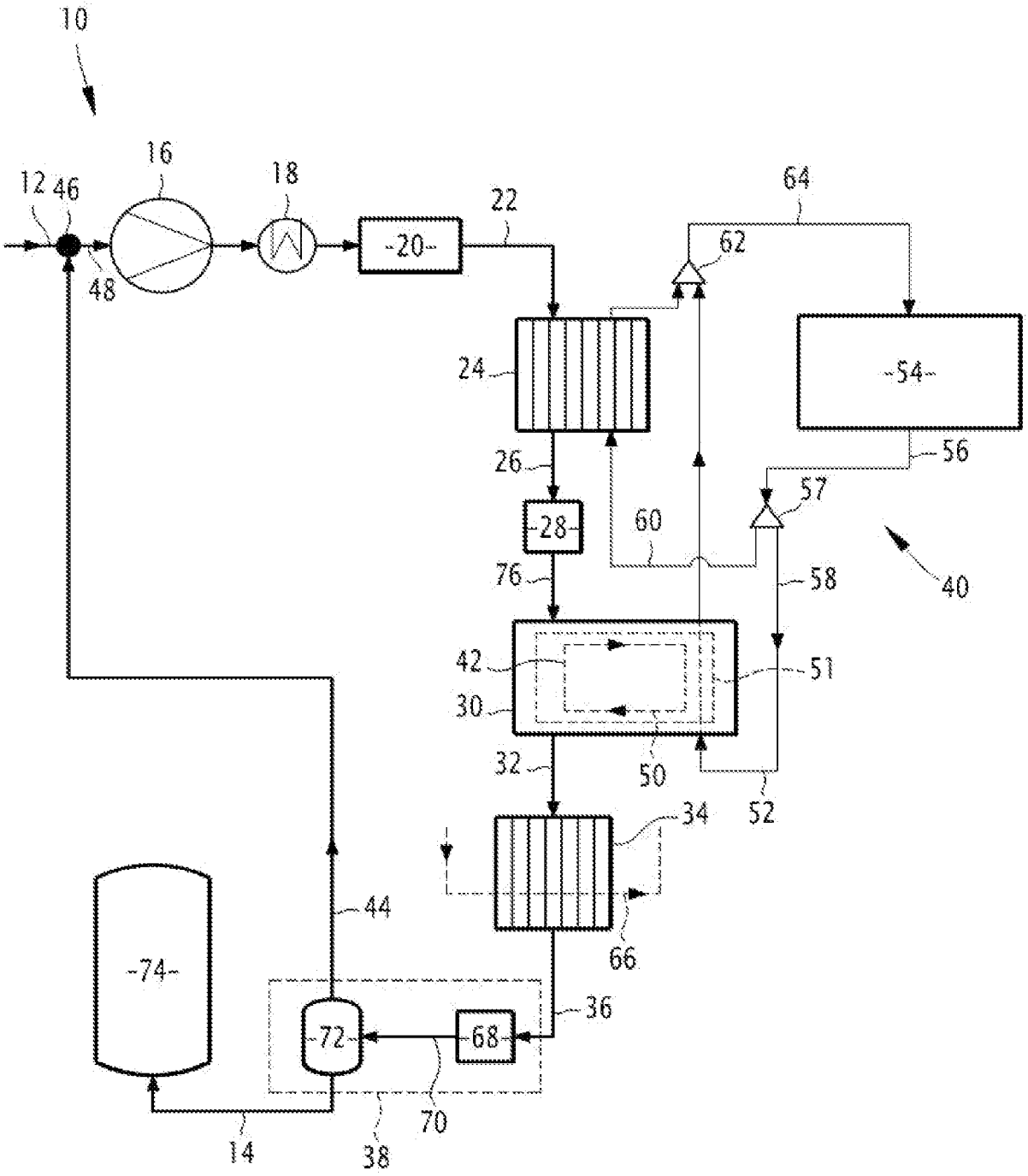
[Revendication 8] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, comprenant en outre, préalablement à la liquéfaction du gaz pré-refroidi (26), une détente du gaz pré-refroidi (26).

[Revendication 9] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans lequel ledit courant de liquide (32) obtenu présente une température comprise entre -115°C et -90°C en sortie de l'unité de liquéfaction (30).

[Revendication 10] Installation adaptée pour mettre en œuvre un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, comprenant :
- une unité d'épuration (20) adaptée pour épurer un gaz à traiter (12) comprenant au moins 50% en volume de méthane et obtenir un gaz épuré (22),
- une unité de pré-refroidissement (24) adaptée pour pré-refroidir le gaz épuré (22) et pour obtenir un gaz pré-refroidi (26) à une température inférieure ou égale à -15°C,
- au moins un cycle frigorifique de pré-refroidissement (40) pour réaliser un échange de chaleur avec le gaz épuré (22),
- une unité de liquéfaction (30) adaptée pour liquéfier le gaz pré-refroidi (26) et obtenir un courant de liquide (32), avec un sous-refroidissement du courant de liquide (32) inférieur ou égal à 5°C en sortie de l'unité de liquéfaction (30), l'unité de liquéfaction (30) incluant un cycle frigorifique de Stirling (50) distinct dudit cycle frigorifique de pré-refroidissement (40) et étant adaptée pour mettre en œuvre un premier fluide réfrigérant (42), le cycle frigorifique de Stirling (50) étant adapté

pour réaliser un pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant (42),
- au moins un cycle frigorifique de pré-refroidissement (40) distinct du cycle frigorifique de Stirling (50) et adapté pour mettre en œuvre un deuxième fluide réfrigérant (52) et pour réaliser un échange de chaleur avec le premier fluide réfrigérant (42) afin d'obtenir ledit pré-refroidissement du premier fluide réfrigérant (42), le cycle frigorifique de pré-refroidissement (40) étant distinct d'un cycle de Stirling,
- une unité de sous-refroidissement (34) du courant de liquide (32) pour obtenir un courant de liquide sous-refroidi (36), et
- une unité de détente (38) pour détendre le courant de liquide sous-refroidi (36) et obtenir un gaz liquéfié (14).

[Fig. 1]


10
12
46
16
18
48
-20-
22
64
62
24
-54-
26
56
57
-28-
60
40
76
58
42
51
30
50
32
52
34
44
-74-
66
36
72
68
70
14
38

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement national

FA 900503
FR 2113017

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	US 2015/153100 A1 (ZIA JALAL HUNAIN [US] ET AL) 4 juin 2015 (2015-06-04)	1-5,8-10	F25J1/02 F25B25/00
Y	* dernière ligne, alinéa 34 * * alinéas [0047] - [0050] * * alinéas [0076] - [0082]; figures 3,7 *	6,7	
Y	CN 111 238 163 A (TECHNICAL INST PHYSICS & CHEMISTRY CAS) 5 juin 2020 (2020-06-05) * figures 1,5 *	6,7	
Y	CN 203 683 494 U (HANGZHOU KELAOTE CRYOGENIC EQUIPMENT CO LTD) 2 juillet 2014 (2014-07-02) * figure 2 *	7	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			F25J

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
22 juillet 2022	Göritz, Dirk

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS

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 bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons
.....
& : membre de la même famille, document correspondant

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2113017 FA 900503

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **22-07-2022**
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2015153100 A1	04-06-2015	AUCUN	
CN 111238163 A	05-06-2020	AUCUN	
CN 203683494 U	02-07-2014	AUCUN	

EPO FORM P0465