



(43) Date de la publication internationale
24 septembre 2015 (24.09.2015)

WIPO | PCT

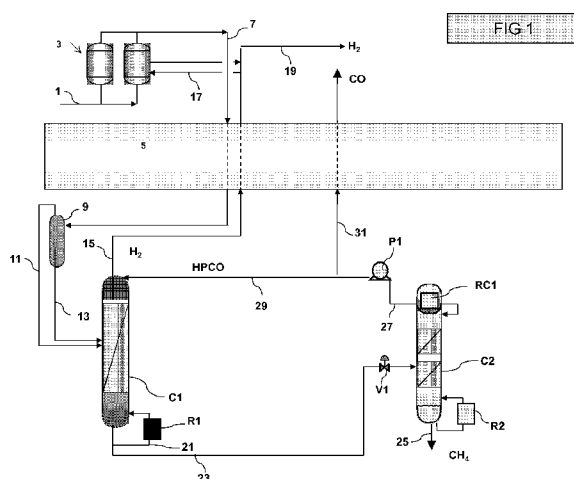
(10) Numéro de publication internationale
WO 2015/140460 A2

- (51) Classification internationale des brevets : Non classée
- (21) Numéro de la demande internationale : PCT/FR2015/050643
- (22) Date de dépôt international : 17 mars 2015 (17.03.2015)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité : 1452177 17 mars 2014 (17.03.2014) FR
- (71) Déposant : L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDES GEORGES CLAUDE [FR/FR]; 75, Quai d'Orsay, F-75007 Paris (FR).
- (72) Inventeurs : DEMOLLIENS, Bertrand; 79 Avenue Philippe Auguste, F-75011 Paris (FR). HERNANDEZ, Antoine; 40, avenue du Buisson Fleuri, F-94510 La Queue En Brie (FR).
- (74) Mandataire : MERCEY, Fiona; L'air Liquide S.A., Département de la Propriété Intellectuelle, 75, Quai d'Orsay, 75321 Paris Cedex 07 (FR).
- (81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title : METHOD AND DEVICE FOR CRYOGENICALLY SEPARATING A SYNTHESIS GAS CONTAINING CARBON MONOXIDE, METHANE AND HYDROGEN

(54) Titre : PROCÉDÉ ET APPAREIL DE SÉPARATION CRYOGÉNIQUE D'UN GAZ DE SYNTHÈSE CONTENANT DU MONOXYDE DE CARBONE, DU MÉTHANE ET DE L'HYDROGÈNE



(57) Abstract : A device for cryogenically separating a synthesis gas comprises a heat exchanger (5) in which the synthesis gas is cooled, a washing column (C1), at least one conduit for conveying the cooled synthesis gas to the washing column, a conduit (19) for discharging a gas enriched in hydrogen at the head of the washing column, a column (23) for discharging a liquid enriched in carbon monoxide and/or in methane from the tank of the washing column, a conduit (61) for conveying the tank liquid or a liquid derived from the tank liquid, optionally after expansion, to a CO/CH₄ separation column (C2), a conduit (25) for withdrawing a liquid enriched in methane from the tank of the CO/CH₄ separation column, a conduit for withdrawing a fluid enriched in carbon monoxide from the head of the CO/CH₄ separation column, means for pressurising at least a portion of the fluid enriched in carbon monoxide, a conduit for conveying at least a portion of the pressurised fluid to the head of the washing column, the washing column comprising a tank reboiler (R1) for heating the tank of the washing column.

(57) Abrégé :

[Suite sur la page suivante]



SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :
— *sans rapport de recherche internationale, sera republiée dès réception de ce rapport (règle 48.2.g)*

Déclarations en vertu de la règle 4.17 :

— *relative à la qualité d'inventeur (règle 4.17.iv)*

Un appareil de séparation cryogénique d'un gaz de synthèse comprend un échangeur de chaleur (5) dans lequel on refroidit le gaz de synthèse, une colonne de lavage (C1), au moins une conduite pour envoyer le gaz de synthèse refroidi à la colonne de lavage, une conduite pour sortir un gaz enrichi en hydrogène (19) en tête de la colonne de lavage, une colonne pour sortir un liquide (23) enrichi en monoxyde de carbone et/ou en méthane de la cuve de la colonne de lavage, une conduite pour envoyer le liquide de cuve ou un liquide (61) dérivé du liquide de cuve, éventuellement après détente, à une colonne de séparation CO/CH₄ (C2), une conduite pour soutirer un liquide enrichi en méthane de la cuve de la colonne de séparation CO/CH₄ (25), une conduite pour soutirer un fluide enrichi en monoxyde de carbone de la tête de la colonne de séparation CO/CH₄, des moyens pour pressuriser au moins une partie du fluide enrichi en monoxyde de carbone, une conduite pour envoyer au moins une partie du fluide pressurisé à la tête de la colonne de lavage, la colonne de lavage comprenant un rebouilleur de cuve (R1) pour chauffer la cuve de la colonne de lavage.

Procédé et appareil de séparation cryogénique d'un gaz de synthèse contenant du monoxyde de carbone, du méthane et de l'hydrogène

5 La présente invention est relative à un procédé et à un appareil de séparation d'un gaz de synthèse contenant du monoxyde de carbone, du méthane et de l'hydrogène et éventuellement au moins un hydrocarbure choisi dans la liste suivante : éthane, propane, éthène, propène, butane, pentane.

 En particulier, il concerne un procédé de séparation, de récupération et de
10 liquéfaction d'hydrocarbures contenus dans le gaz de synthèse.

 Il est connu d'utiliser des procédés de type lavage au méthane, décrits dans EP-A-0 465 366, pour séparer un gaz de synthèse en ses différents constituants. Ce procédé repose notamment sur l'utilisation d'une fraction d'un fluide riche en méthane récupéré en cuve de colonne CO/CH₄ comme fluide de lavage des deux
15 premières colonnes, l'autre fraction de ce fluide étant alors récupérée sous forme de purge méthane.

 Par équilibre thermodynamique entre le méthane de lavage et le gaz de tête de colonne, une partie du méthane est alors perdue dans le gaz de tête de colonne. On privilégiera donc un lavage au CO, ce qui permettra d'abaisser la
20 teneur de méthane dans le gaz de tête de colonne de lavage pour maximiser la récupération de méthane.

 Il est également connu de produire le monoxyde de carbone sous forme liquide, de l'amener à la pression de production au moyen d'une pompe cryogénique et de le vaporiser dans la ligne d'échange principale afin de
25 s'affranchir d'un compresseur de CO tel que décrit dans WO-A-20080148971. Le CO étant porté sous pression afin de servir de fluide de lavage, la fraction de CO non utilisée pour le lavage pourra être directement produite sous pression pour le remélanger au gaz sortant de la première colonne.

 Certains procédés tels que le procédé Fischer-Tropsch permettent de
30 générer des hydrocarbures plus lourds à partir des briques élémentaires que sont le monoxyde de carbone et l'hydrogène (notamment de l'essence). La présence de méthane ou d'un composé inerte dans le gaz de synthèse alimentant le procédé n'est pas souhaitable, car la quantité de gaz à traiter est plus importante pour la même production d'essence.

Récupérer les hydrocarbures légers dans le gaz de synthèse en amont d'un procédé Fischer-Tropsch présente donc un double intérêt :

- Avantage au niveau du procédé Fischer-Tropsch,
 - Récupération des hydrocarbures eux-mêmes sous forme gazeuse ou
- 5 liquide (LNG) pour une coproduction essence/hydrocarbures légers.

Certains gaz de synthèse possèdent un pourcentage élevé d'hydrocarbures légers dans leur composition, comme par exemple en amont d'un gazéifieur au charbon à lit fixe et à fond sec (FBDB ®) de type Mark + ®. Un gaz typique de ce genre comprend plus que 12% mol, voire plus que 15% mol de méthane. Il est

10 donc intéressant de proposer un procédé pour valoriser les hydrocarbures qu'il contient.

Un objet de l'invention est de réduire le nombre de colonnes du procédé de séparation du méthane (lavage au CO) décrit dans US-A- 4 488 890 ou DE-A- 10 2007 062 213 de trois colonnes à deux.

15 Un autre objet de l'invention est d'augmenter de rendement de produit.

La colonne d'épuisement (en anglais « stripping ») est ici remplacée par un rebouilleur en cuve de colonne de lavage au CO. Le rebouilleur est alimenté soit par l'azote de cycle soit par le gaz de synthèse lui-même. La cuve de colonne de lavage traitera un débit de liquide important et un faible débit gazeux tandis que la

20 tête de colonne de lavage traitera un débit de liquide plutôt faible et un débit gazeux important.

On peut ensuite choisir de produire le méthane sous forme gazeuse après l'avoir réchauffé dans la ligne d'échange ou sous forme liquide après l'avoir sous-refroidi dans la ligne d'échange.

25 Selon un objet de l'invention, il est prévu un procédé de séparation cryogénique d'un gaz de synthèse contenant de l'hydrogène, du méthane et du monoxyde de carbone et éventuellement au moins un hydrocarbure choisi dans la liste suivante : éthane, propane, éthène, propène, butane, pentane et éventuellement de l'azote dans lequel :

- 30 i) on refroidit le gaz de synthèse dans un échangeur de chaleur,
- ii) on envoie le gaz de synthèse refroidi ou au moins un fluide dérivé du gaz de synthèse refroidi à une colonne de lavage,
- iii) on sort un gaz enrichi en hydrogène en tête de la colonne de lavage,

iv) on sort un liquide enrichi en monoxyde de carbone et/ou en méthane de la cuve de la colonne de lavage,

v) on envoie le liquide de cuve ou dans le cas où le gaz de synthèse contient de l'azote, un liquide dérivé du liquide de cuve, éventuellement après
5 détente, à une colonne de séparation CO/CH₄,

vi) on soutire un liquide enrichi en méthane de la cuve de la colonne de séparation CO/CH₄,

vii) on soutire un fluide enrichi en monoxyde de carbone de la tête de la colonne de séparation CO/CH₄,

10 viii) on pressurise au moins une partie du fluide enrichi en monoxyde de carbone, le fluide pouvant être un gaz ou un liquide, on liquéfie le fluide s'il s'agit d'un gaz après ou avant pressurisation, et on en envoie au moins une partie du fluide pressurisé à la tête de la colonne de lavage caractérisé en ce que on chauffe la cuve de la colonne de lavage au moyen d'un rebouilleur de cuve,
15 chauffé au moyen d'un gaz calorigène.

Selon d'autres caractéristiques optionnelles :

- le fluide est un liquide enrichi en monoxyde de carbone provenant de la tête de la colonne de séparation CO/CH₄.

- le liquide qui alimente la colonne de séparation CO/CH₄ est dérivé du
20 liquide de cuve de la colonne de lavage en l'appauvrissant en azote, par exemple par distillation.

- on vaporise une partie du liquide enrichi en monoxyde de carbone provenant de la tête de la colonne de séparation CO/CH₄ dans l'échangeur de chaleur, éventuellement après pressurisation.

25 - le gaz de synthèse comprend au moins 12% voire 15% mol de méthane.

- le gaz calorigène est constitué par au moins une partie du gaz de synthèse ou un gaz de cycle, par exemple de l'azote.

- le liquide enrichi en méthane et éventuellement en éthane ou en
30 propane de la cuve de la colonne de séparation CO/CH₄ sert de produit final.

- au moins une partie des gaz de tête de la colonne de lavage et au moins une partie du gaz de tête de la colonne de séparation CO/CH₄ sont mélangées et envoyées à un procédé de conversion Fischer-Tropsch ou à un procédé de production de méthanol.

- on comprime un gaz riche en monoxyde de carbone provenant de la colonne de séparation CO/CH₄, et on le condense pour servir de liquide de lavage dans la colonne de lavage.

- le procédé est tenu en froid par un cycle de monoxyde de carbone.
- 5 - le procédé est tenu en froide par un cycle d'azote.
- le gaz de synthèse contient au moins un hydrocarbure choisi dans la liste suivante : éthane, propane, éthène, propène, butane, pentane.

Selon un autre objet de l'invention, il est prévu un appareil de séparation cryogénique d'un gaz de synthèse contenant de l'hydrogène, du méthane et du monoxyde de carbone et éventuellement au moins un hydrocarbure choisi dans la liste suivante : éthane, propane, éthène, propène, butane, pentane et éventuellement de l'azote comprenant un échangeur de chaleur dans lequel on refroidit le gaz de synthèse, une colonne de lavage, au moins une conduite pour envoyer le gaz de synthèse refroidi ou au moins un fluide dérivé du gaz de synthèse refroidi à la colonne de lavage, une conduite pour sortir un gaz enrichi en hydrogène en tête de la colonne de lavage, une colonne pour sortir un liquide enrichi en monoxyde de carbone et/ou en méthane de la cuve de la colonne de lavage, une conduite pour envoyer le liquide de cuve ou dans le cas où le gaz de synthèse contient de l'azote, un liquide dérivé du liquide de cuve, éventuellement après détente, à une colonne de séparation CO/CH₄, une conduite pour soutirer un liquide enrichi en méthane de la cuve de la colonne de séparation CO/CH₄, une conduite pour soutirer un fluide enrichi en monoxyde de carbone de la tête de la colonne de séparation CO/CH₄, des moyens pour pressuriser au moins une partie du fluide enrichi en monoxyde de carbone, le fluide pouvant être un gaz ou un liquide, des moyens pour liquéfier le fluide s'il s'agit d'un gaz après ou avant pressurisation, une conduite pour envoyer au moins une partie du fluide pressurisé à la tête de la colonne de lavage caractérisé en ce que la colonne de lavage comprend un rebouilleur de cuve pour chauffer la cuve de la colonne de lavage, le rebouilleur de cuve étant relié à une conduite d'amenée d'un gaz calorigène.

La colonne CO/CH₄ peut comprendre un rebouilleur de cuve et un condenseur de tête.

Le gaz de synthèse peut provenir d'un gazéifieur au charbon.

L'appareil décrit ci-dessus peut être combiné avec un appareil de conversion Fischer-Tropsch ou de production de méthanol ainsi que des moyens pour mélanger au moins une partie du gaz de tête de la colonne de lavage et au moins une partie du gaz de tête de la colonne CO/CH₄, ces moyens étant reliés à l'entrée de l'appareil de conversion ou de production de méthanol. L'invention sera décrite en plus de détail en se référant aux figures qui représentent des procédés selon l'invention.

Dans la Figure 1, le gaz de synthèse 1 provient d'un gazéifieur au charbon et contient du CO₂ et du méthanol, de l'hydrogène, du monoxyde de carbone, du méthane et au moins un hydrocarbure choisi dans la liste suivante : éthane, propane, éthène, propène, butane, pentane. Le gaz 1 peut contenir au moins 12% mol voire 15% mol de méthane. Il peut également contenir au moins 15% mol de monoxyde de carbone. Il peut contenir de l'azote.

Après épuration dans les lits d'adsorbants 3, le gaz épuré 7 est refroidi dans un échangeur de chaleur 5. Le gaz partiellement condensé est envoyé à un séparateur de phases 9. Le gaz 11 et le liquide 13 du séparateur de phases 9 sont envoyés à des niveaux différents d'une colonne de distillation C1 qui est une colonne de lavage au monoxyde de carbone liquéfié. Un liquide 21 de la cuve de la colonne C1 est vaporisé dans un rebouilleur R1 afin de d'augmenter le rendement hydrogène/CO et de réduire l'investissement, car le procédé ne comprend que deux colonnes.

Un autre liquide 23 de la cuve de la colonne C1 est envoyé à une colonne C2 après détente dans une vanne V1. Un débit riche en méthane 25 et en éthane est soutiré de la cuve de la colonne C2 comme produit final. La colonne C2 comprend un rebouilleur de cuve R2 et un condenseur de tête RC1.

Du monoxyde de carbone liquide 27 est soutiré en tête de la colonne C2 et est pressurisé dans une pompe P1 jusqu'à une pression d'au moins la pression de la colonne C1. Le liquide pressurisé est divisé en deux. Une partie 29 est envoyée en tête de la colonne C1 comme liquide de lavage. Le reste 31 se vaporise sous pression dans l'échangeur de chaleur 5 pour fournir un débit 31.

Le gaz de tête 15 de la colonne C1, enrichi à l'hydrogène, se réchauffe dans l'échangeur de chaleur 5. Une partie 17 du gaz réchauffé sert à régénérer les lits d'adsorption et se rejoint au reste pour former le débit 19 riche en hydrogène.

Pour le système de la figure, un cycle d'azote est nécessaire pour maintenir le procédé en froid. De l'azote de ce cycle peut servir à chauffer le rebouilleur R1.

Le monoxyde de carbone peut provenir de la compression de monoxyde de carbone gazeux de la colonne C2 suivi de sa liquéfaction pour former le liquide de lavage.

Le séparateur de phases 9 n'est pas obligatoirement présent. Le gaz 7 peut se refroidir jusqu'à un niveau intermédiaire de l'échangeur de chaleur 5, réchauffer le rebouilleur R1 à la place de l'azote de cycle, en se refroidissant partiellement, être refroidi dans l'échangeur de chaleur 5 jusqu'au bout froid et puis être envoyé à la colonne C1.

Il est possible de mélanger les débits 19,31 pour former un gaz de synthèse à envoyer à une conversion Fischer-Tropsch ou à une production de méthanol. On pourra mélanger les débits 19 et 31, à froid, à un niveau intermédiaire de l'échangeur de chaleur ou après réchauffement total dans l'échangeur.

La Figure 2 diffère de la Figure 1 en ce qu'un cycle de monoxyde de carbone tient le procédé en froid. Le monoxyde de carbone gazeux 33 se réchauffe dans l'échangeur de chaleur 5, est comprimé dans un compresseur A et est renvoyé se refroidir dans l'échangeur de chaleur. Une partie 35 du gaz de cycle est détendue dans une première turbine B et réchauffé pour être envoyée vers le compresseur A. Une autre partie 37 prise à une température plus froide de l'échangeur 5 est détendue dans une deuxième turbine C où il se condense partiellement. Après séparation dans un séparateur de phases 41, le gaz formé 37 est renvoyé vers le compresseur A. Le liquide formé est détendu dans une vanne V2 et se mélange avec le débit 39 provenant du compresseur A qui s'est refroidi entièrement dans l'échangeur 5 et a été détendu dans une vanne V3. Le mélange formé 45 est envoyé au niveau du rebouilleur condenseur RC1.

Dans la Figure 3, la pompe P1 est supprimée, puisque le monoxyde de carbone est pris dans la colonne C2 sous forme gazeuse.

Le monoxyde de carbone 33 sous forme gazeuse se réchauffe dans l'échangeur de chaleur 5 et est comprimé dans le compresseur A. Une partie 45 du monoxyde de carbone sert de produit sous pression. Le reste 47 se refroidit entièrement dans l'échangeur 5 où il se condense. Le liquide est divisé en deux parties La partie 49 est détendue dans la vanne V2 est renvoyée au condenseur

RC1. Le reste 29 est détendu dans la vanne V3 et renvoyée en tête de la colonne C1 pour servir de liquide de lavage.

La Figure 4 diffère de la Figure 3 en ce que le gaz 1 contient de l'azote et le gaz de tête de la colonne C2 est envoyé à une colonne C3 qui est une colonne de déazotation. Dans la colonne C3 comprenant un rebouilleur de cuve R3 et un condenseur de tête RC2, un liquide riche en monoxyde de carbone 55 est produit en cuve et se vaporise dans l'échangeur 5. Le gaz de tête 57 est enrichi en azote et se réchauffe dans l'échangeur 5.

Dans la Figure 5, à la différence de la Figure 4, la déazotation a lieu entre le lavage et la séparation CO/CH₄. La colonne de déazotation C3, ayant un rebouilleur et condenseur comme pour la Figure 4, reçoit le liquide de cuve 23 de la colonne 1, le séparer pour former un gaz 57 riche en azote et un liquide de cuve 61 appauvri en azote. Le liquide est ensuite séparé dans la colonne C2.

Dans la Figure 6, le réchauffage du rebouilleur de cuve de la Figure 2 est réalisé par le gaz de synthèse. Le gaz de synthèse provenant de l'épuration 3 et refroidi partiellement dans l'échangeur 5 se refroidit dans le rebouilleur R1 et se condense partiellement. Envoyé au séparateur de phase 9, le gaz 11 se refroidit dans l'échangeur 5 et est envoyé à un deuxième séparateur de phases 9A. Le gaz 11A et le liquide 13A du séparateur 9A sont envoyés pour se séparer dans la colonne C1. Le liquide 13 du séparateur 9 est également envoyé au séparateur 9A.

C'est le cycle de monoxyde de carbone qui réchauffe le rebouilleur de cuve R2 de la colonne C2, le débit 37 s'y refroidissant avant d'être envoyé à la turbine C.

Revendications

- 5 1. Procédé de séparation cryogénique d'un gaz de synthèse contenant de l'hydrogène, du méthane et du monoxyde de carbone et éventuellement au moins un hydrocarbure choisi dans la liste suivante : éthane, propane, éthène, propène, butane, pentane et éventuellement de l'azote dans lequel :
- 10 i) on refroidit le gaz de synthèse dans un échangeur de chaleur (5),
- ii) on envoie le gaz de synthèse refroidi ou au moins un fluide dérivé du gaz de synthèse refroidi à une colonne de lavage (C1),
- iii) on sort un gaz enrichi en hydrogène (19) en tête de la colonne de lavage,
- iv) on sort un liquide (23) enrichi en monoxyde de carbone et/ou en
- 15 méthane de la cuve de la colonne de lavage,
- v) on envoie le liquide de cuve (23) ou, dans le cas où le gaz de synthèse contient de l'azote, un liquide (61) dérivé du liquide de cuve, éventuellement après détente, à une colonne de séparation CO/CH₄ (C2),
- vi) on soutire un liquide enrichi en méthane de la cuve de la colonne de
- 20 séparation CO/CH₄ (25),
- vii) on soutire un fluide (27,33) enrichi en monoxyde de carbone de la tête de la colonne de séparation CO/CH₄,
- viii) on pressurise au moins une partie du fluide enrichi en monoxyde de carbone, le fluide pouvant être un gaz ou un liquide, on liquéfie le fluide (33) s'il
- 25 s'agit d'un gaz après ou avant pressurisation, et on en envoie au moins une partie du fluide pressurisé à la tête de la colonne de lavage caractérisé en ce que on chauffe la cuve de la colonne de lavage au moyen d'un rebouilleur de cuve (R1), chauffé au moyen d'un gaz calorigène (7).
- 30 2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel le fluide est un liquide (27) enrichi en monoxyde de carbone provenant de la tête de la colonne de séparation CO/CH₄ (C2).

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 dans lequel on vaporise une partie du liquide enrichi en monoxyde de carbone provenant de la tête de la colonne de séparation CO/CH₄ dans l'échangeur de chaleur (5), éventuellement après pressurisation.

5

4. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel le gaz de synthèse (1,7) comprend au moins 12% voire 15% mol de méthane.

5. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel le gaz calorigène (7) est constitué par au moins une partie du gaz de synthèse ou un gaz de cycle, par exemple de l'azote.

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel le liquide enrichi en méthane (25) et éventuellement en éthane ou en propane de la cuve de la colonne de séparation CO/CH₄ sert de produit final.

7. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel au moins une partie des gaz de tête (19) de la colonne de lavage et au moins une partie du gaz de tête (33) de la colonne de CO/CH₄ sont mélangées et envoyées à un procédé de conversion Fischer-Tropsch ou à un procédé de production de méthanol.

8. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel le gaz de synthèse contient au moins un hydrocarbure choisi dans la liste suivante : éthane, propane, éthène, propène, butane, pentane.

9. Procédé selon d'une des revendications précédentes tenu en froid par un cycle de monoxyde de carbone.

10. Procédé selon l'une des revendications précédentes tenu en froid par un cycle d'azote.

11. Appareil de séparation cryogénique d'un gaz de synthèse contenant de l'hydrogène, du méthane et du monoxyde de carbone et éventuellement au moins un hydrocarbure choisi dans la liste suivante :éthane, propane, éthène, propène, butane, pentane et éventuellement de l'azote comprenant un échangeur de
5 chaleur (5) dans lequel on refroidit le gaz de synthèse, une colonne de lavage (C1), au moins une conduite pour envoyer le gaz de synthèse refroidi ou au moins un fluide dérivé du gaz de synthèse refroidi à la colonne de lavage, une conduite pour sortir un gaz enrichi en hydrogène (19) en tête de la colonne de lavage, une colonne pour sortir un liquide (23) enrichi en monoxyde de carbone et/ou en
10 méthane de la cuve de la colonne de lavage, une conduite pour envoyer le liquide de cuve ou ,dans le cas où le gaz de synthèse contient de l'azote, un liquide (61) dérivé du liquide de cuve, éventuellement après détente, à une colonne de séparation CO/CH₄ (C2), une conduite pour soutirer un liquide enrichi en méthane de la cuve de la colonne de séparation CO/CH₄ (25), une conduite pour soutirer
15 un fluide enrichi en monoxyde de carbone de la tête de la colonne de séparation CO/CH₄, des moyens pour pressuriser au moins une partie du fluide enrichi en monoxyde de carbone, le fluide pouvant être un gaz ou un liquide, des moyens pour liquéfier le fluide s'il s'agit d'un gaz après ou avant pressurisation, une conduite pour envoyer au moins une partie du fluide pressurisé à la tête de la
20 colonne de lavage caractérisé en ce que la colonne de lavage comprend un rebouilleur de cuve (R1) pour chauffer la cuve de la colonne de lavage, le rebouilleur de cuve étant relié à une conduite d'amenée d'un gaz calorigène (7).

12. Appareil selon la revendication 11 dans lequel la colonne CO/CH₄ (C2)
25 comprend un rebouilleur de cuve (R2) et un condenseur de tête (RC1).

13. Appareil selon la revendication 11 ou 12 relié à un gazéifieur au charbon pour recevoir le gaz de synthèse qui en parvient.

30 14. Appareil intégré comprenant un appareil selon l'une des revendications 11, 12 ou 13 et un appareil de conversion Fischer-Tropsch ainsi que des moyens pour mélanger au moins une partie du gaz de tête (19) de la colonne de lavage (C1) et au moins une partie du gaz de tête (33) de la colonne CO/CH₄, ces moyens étant reliés à l'entrée de l'appareil de conversion.

15. Appareil intégré comprenant un appareil selon l'une des revendications 11, 12 ou 13 et un appareil de production de méthanol ainsi que des moyens pour mélanger au moins une partie du gaz de tête (19) de la colonne de lavage (C1) et
- 5 au moins une partie du gaz de tête (33) de la colonne CO/CH₄, ces moyens étant reliés à l'entrée de l'appareil de production de méthanol.

