

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 132 851

②1 N° d'enregistrement national : **22 01633**

⑤1 Int Cl⁸ : **B 01 D 3/14** (2022.01), **B 01 J 19/32**, **F 25 J 3/00**,
F 28 F 3/00

⑫

DEMANDE DE CERTIFICAT D'UTILITE

A3

⑫② Date de dépôt : 24.02.22.

⑫③ Priorité :

⑫④ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 25.08.23 Bulletin 23/34.

⑫⑤ Les certificats d'utilité ne sont pas soumis à la
procédure de rapport de recherche.

⑫⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : L'AIR LIQUIDE SOCIETE ANONYME
POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PRO-
CEDES GEORGES CLAUDE Société Anonyme — FR.

⑦② Inventeur(s) : FRIMAT David, TRANIER Jean-Pierre,
WAGNER Marc et BEDNARSKI David.

⑦③ Titulaire(s) : L'AIR LIQUIDE SOCIETE ANONYME
POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PRO-
CEDES GEORGES CLAUDE Société Anonyme.

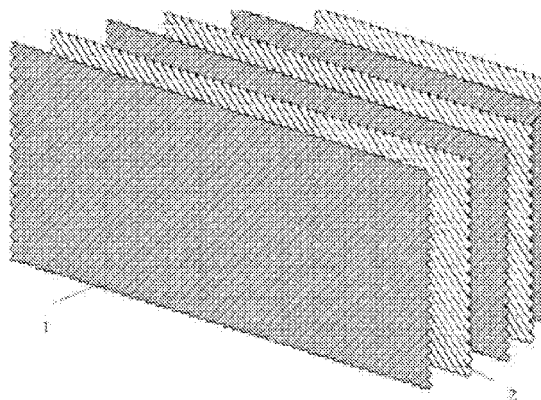
⑦④ Mandataire(s) : L'AIR LIQUIDE SOCIETE ANONYME
POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PRO-
CEDES GEORGES CLAUDE.

⑫④ Appareil de distillation.

⑫⑤ Titre: Appareil de distillation

Appareil de distillation comprenant un corps parallépi-
pédique formé d'un assemblage de plaques verticales pa-
rallèles définissant entre elles une multitude de passages
plats, chacun des passages plats contient plusieurs ondes-
entrecroisées (1, 2) superposées en tôle ondulée ayant une gé-
nératrice à un angle inférieur à 60° par rapport à la verticale,
et pour chacun des passages au moins certaines des crêtes
d'une onde sont brasées à au moins certaines des crêtes
des ondes auxquelles elle est contiguë.

Figure de l'abrégé : [Fig. 1]



FR 3 132 851 - A3



Description

Titre de l'invention : Appareil de distillation

- [0001] La présente invention est relative à un appareil de distillation, et en particulier à un appareil comprenant un contacteur résistant à la pression.
- [0002] Les procédés de distillation sont largement répandus pour produire, séparer ou purifier des gaz et des liquides. Ces procédés utilisent des contacteurs afin de mettre en contact des phases liquide et gazeuse. Actuellement les contacteurs les plus utilisés sont les plateaux de distillation et les garnissages. Les plateaux de distillation créent des pertes de charges importantes dues à l'épaisseur de liquide que le gaz doit traverser ; les garnissages bien que plus efficaces présentent des phénomènes d'engorgement aux interfaces. Les garnissages présentent de meilleures performances, en effet le transfert de matière est amélioré et les pertes de charge sont réduites. L'architecture générale des colonnes peut varier et on a vu récemment des innovations importantes apparaître sur la géométrie de ces colonnes : colonnes partitionnées, colonnes intégrées thermiquement... Dans ce contexte d'intensification des procédés, on peut vouloir réaliser la distillation d'un mélange au sein même d'une structure du type échangeur à plaques brasées. L'invention décrit un contacteur adapté à cet usage et elle peut s'appliquer au cas de la séparation des gaz de l'air par distillation cryogénique.
- [0003] Plusieurs contraintes apparaissent lorsqu'on souhaite réaliser la distillation d'un mélange dans une structure de type échangeur à plaques brasées. Les ondes classiquement utilisées pour l'échange thermique peuvent s'avérer inefficaces pour la distillation car elles n'ont pas pour objectif de favoriser le contact entre les phases liquide et vapeur. En effet, elles ne sont pas optimisées pour un mélange diphasique où vapeur et liquide s'écoulent à contre-courant, elles n'ont pas de fonction d'homogénéisation des teneurs et ne garantissent pas toujours une bonne distribution des phases. Enfin, la structure brasée doit avoir une bonne résistance mécanique à la fois au moment de la fabrication et tout le long de l'utilisation dans le procédé qui peut nécessiter des pressions élevées. L'invention concerne la géométrie et la fixation d'ondes de garnissages structurés afin de rendre possible leur utilisation dans une structure de type échangeur à plaques brasées tout en permettant d'obtenir des très bonnes performances en distillation, en particulier à des pressions élevées, par exemple au-dessus de 5 bara.
- [0004] Plusieurs brevets mentionnent l'utilisation d'échangeur de chaleur de type à plaques brasées dans des applications de distillation. US3568462 justifie cette utilisation par comparaison à l'arrangement classique de garnissage structuré, car les ondes d'échangeur permettent d'atteindre des densités plus fortes et la structure est plus résistante aux hautes pressions. US2861432, US 3983 191 et US 3568 462 décrivent des appareils de distillation dans des échangeurs à plaques brasées. Ils présentent différents

arrangements pour constituer des plateaux avec des ondes agencées avec génératrice horizontale (en anglais « hard way ») ou avec des pièces spécifiques. US 3612494 décrit un appareil de distillation dans des ondes à décalage partiel (en anglais « serrated »). Ces ondes favoriseraient la distribution du liquide dans le sens latéral. Plusieurs tapis d'onde peuvent être assemblés entre les tôles séparatrices. « The structured heat integrated distillation column » de Bruinsma et al, Chemical Engineering Research and Design, avril 2012, pp 458-470 compare les résultats expérimentaux de distillation obtenus dans un passage d'échangeur avec des ondes droites d'échangeur de chaleur à un passage avec des ondes de garnissage ondulé croisé. La conclusion de cet article est que la disposition avec des ondes de garnissage ondulé croisé est le plus favorable à la distillation. Cependant, et c'est en partie l'objet de la présente invention, sa réalisation est plus complexe que l'arrangement à ondes droites.

[0005] US5718127 montre un appareil de distillation comprenant un corps parallélépipédique formé d'un assemblage de plaques verticales parallèles des barres latérales fermant les passages vers l'extérieur, des moyens pour envoyer un gaz à une région inférieure de chacun des passages, des moyens pour envoyer un liquide à une région supérieure des passages, éventuellement des moyens de condensation reliés à la région supérieure des passages pour condenser un gaz sortant des passages et pour y envoyer le gaz condensé et/ou des moyens de vaporisation reliés à la région inférieure des passages pour vaporiser un liquide sortant des passages et pour y envoyer le gaz vaporisé, chacun des passages plats contenant une seule onde-entretoise en tôle ondulée perforée ou ayant une génératrice à un angle inférieur à 60° par rapport à la verticale.

[0006] L'objet de l'invention est un appareil de distillation comprenant un empilement de plusieurs tôles ondulées croisées formant des passages délimités par des plaques séparatrices et des barres latérales. L'ensemble de cet empilement étant brasé dans un four à vide ce qui lui confère sa tenue mécanique, pour pouvoir supporter des pressions d'opération d'au moins 5 bars absolus.

[0007] Les tôles ondulées sont donc brasées entre elles et

[0008] Cette disposition permet de réaliser, dans chaque passage, la distillation d'un mélange grâce au transfert de matière qui s'effectue à l'interface entre une vapeur montante et un liquide descendant. De cette façon, on peut choisir de distiller des mélanges différents dans des passages successifs de façon à bénéficier des échanges thermiques qui ont lieu du fait des différences de températures dans les passages. On réalise alors ce qui est appelé une intégration thermique de l'appareil, qui améliore l'efficacité de la distillation et permet une réduction importante des besoins énergétiques. On peut utiliser des garnissages de densités différentes dans les passages, voire dans la hauteur d'un même passage de façon à optimiser l'intégration thermique.

On peut choisir également de distiller le même mélange dans tous les passages.

- [0009] Selon un objet de l'invention, il est prévu un appareil de distillation comprenant :
- un corps parallélépipédique formé d'un assemblage de plaques verticales parallèles ayant une largeur de plus qu'un mètre et une longueur de plus qu'un mètre définissant entre elles une multitude de passages plats d'une hauteur entre 2 et 10 cm, de préférence entre 2 et 5 cm et des barres latérales fermant les passages vers l'extérieur,
 - des moyens pour envoyer un gaz à une région inférieure de chacun des passages, des moyens pour envoyer un liquide à une région supérieure des passages,
 - éventuellement des moyens de condensation reliés à la région supérieure des passages pour condenser un gaz sortant des passages et pour y envoyer le gaz condensé et/ou
 - des moyens de vaporisation reliés à la région inférieure des passages pour vaporiser un liquide sortant des passages et pour y envoyer le gaz vaporisé,
- [0010] caractérisé en ce que chacun des passages plats contient plusieurs ondes-entretoise superposées en tôle ondulée à génératrice verticale ou ayant une génératrice à un angle inférieur à 60° par rapport à la verticale, et pour chacun des passages
- [0011] au moins certaines des crêtes de chaque onde sont brasées
- i. à au moins certaines des crêtes des ondes auxquelles elle est contiguë ou
 - ii. à l'onde à laquelle elle est contiguë et à la plaque à laquelle elle est contiguë.
- [0012] De préférence, chaque onde d'un passage est brasée à deux éléments choisis dans le groupe : une onde adjacente, une plaque adjacente.
- [0013] De préférence, deux ondes dans chaque passage sont brasées à l'onde adjacente et à la plaque adjacente.
- [0014] De préférence :
- le rayon de courbure des ondulations de la tôle ondulée est entre 1 et 2 mm.
 - la largeur des passages plats est entre 2 et 10 cm, de préférence entre 2 et 5 cm.
 - la hauteur d'une onde d'une crête à la crête opposée est entre 2 et 5 cm.
 - l'angle de pliage des ondulations est inférieur à 12°, de préférence égal à au plus 10°.
 - les ondulations de la tôle ondulée sont orientées à plus que 50°, de préférence à au moins 60° par rapport à l'horizontale.
 - l'appareil est disposé à l'intérieur d'une enceinte isolée ne contenant pas de colonne de distillation.
 - l'appareil comprend du métal d'apport de brasure disposé uniquement sur les crêtes des au moins deux ondes –entretoise comprenant un feuillard de

brasure disposé entre chaque paire d'ondes-entretoise des passages.

- au moins certains des passages plats contenant au moins deux ondes-entretoise en tôle ondulée identiques superposées,
- chacune a des ondulations ayant un rayon de courbure des ondulations de la tôle ondulée est entre 1 et 2 mm et donc chacune a une hauteur inférieure à 2,5 cm .
- les au moins deux ondes-entretoise sont imbriquées l'une dans l'autre ou les unes dans les autres.
- chaque passage comprend au moins cinq ondes-entretoises superposées
- chaque passage comprend au moins dix ondes-entretoises superposées
- les densités des au moins deux ondes sont d'au moins $500 \text{ m}^2 / \text{m}^3$.

[0015] Selon un autre objet de l'invention, il est prévu un procédé de distillation d'air dans lequel de l'air refroidi et séché à une pression absolue d'au moins 5 bars, voire d'au moins 6 bars est envoyé à un appareil selon l'une des revendications précédentes où il est séparé en se distillant dans les passages du contacteur, de préférence dans tous les passages du contacteur, en un fluide enrichi en azote et un fluide enrichi en oxygène, ledit contacteur étant capable de supporter des pressions absolues d'au moins 5 bars voire d'au moins 6 bars.

[0016] L'invention sera décrite de manière plus détaillée en se référant aux figures dans lesquels :

[0017] [Fig.1] montre une pluralité d'ondes-entretoises adaptées à être installées dans un passage de l'appareil selon l'invention

[0018] [Fig.2] montre les paramètres géométriques d'une onde-entretoise adaptée à être utilisée selon l'invention

[0019] [Fig.3] montre au-dessus une onde entretoise classique et en dessous une onde entretoise aux crêtes aplaties selon un aspect de l'invention

[0020] [Fig.4] composée des figures 4a et 4b illustre au moins deux ondes entretoise superposées à disposer dans un passage d'appareil de distillation selon l'invention.

[0021] [Fig.1] montre une pluralité d'ondes-entretoise 1, 2 superposées en tôle ondulée ou ayant une génératrice à un angle inférieur à 60° par rapport à la verticale. Ces ondes de dimensions identiques sont destinées à être empilées pour être installées entre des paires de plaques revêtues des deux côtés de matière de brasage. Les plaques sont disposées verticalement et parallèlement les unes aux autres pour former un corps parallélépipédique ayant une largeur de plus qu'un mètre et une longueur de plus qu'un mètre. Les plaques définissent entre elles une multitude de passages plats d'une hauteur entre 2 et 10 cm, de préférence entre 2 et 5 cm. Des barres latérales ferment les passages vers l'extérieur. Un appareil de distillation comprend le corps parallélépipédique, des moyens pour envoyer un gaz à une région inférieure de chacun des

passages, des moyens pour envoyer un liquide à une région supérieure des passages, éventuellement des moyens de condensation reliés à la région supérieure des passages pour condenser un gaz sortant des passages et pour y envoyer le gaz condensé et/ou éventuellement des moyens de vaporisation reliés à la région inférieure des passages pour vaporiser un liquide sortant des passages et pour y envoyer le gaz vaporisé,

[0022] Chacun des passages plats contient plusieurs ondes-entretoise, par exemple au moins deux, au moins trois, au moins cinq, voire au moins dix ondes-entretoises. Pour chacun des passages

[0023] au moins certaines des crêtes de chaque onde sont brasées

- i. à au moins certaines des crêtes des ondes auxquelles elle est contiguë ou
- ii. à l'onde à laquelle elle est contiguë et à la plaque à laquelle elle est contiguë.

[0024] Ainsi pour les ondes se trouvant à l'extérieur du bloc d'ondes contiguës, elles sont brasées à la plaque ainsi qu'à l'onde adjacente alors que les ondes qui ne se trouvent pas l'extérieur du bloc d'ondes sont brasées à deux ondes adjacentes.

[0025] Les ondes sont brasées aux plaque au moyen de la brasure disposée sur la plaque. Pour braser deux ondes ensemble, il est nécessaire de déposer de la brasure sur les crêtes des ondes ou sinon de disposer une feuille de brasage entre les ondes.

[0026] Dans cette figure, on voit deux ondes entretoises contiguës et brasées ensemble

[0027] [Fig.2] montre les paramètres géométriques d'une onde entretoise en tôle ondulée 1 adaptée à être installée dans un passage, en particulier les paramètres suivants :

- α : L'angle d'inclinaison des canaux
- h: La hauteur des canaux
- R: Le rayon de courbure
- β : L'angle de pliage
- L: Longueur de tôle 1.
- ϵ : épaisseur de tôle 1

[0028] L'invention détermine les caractéristiques de l'onde de garnissage afin de :

- Rendre possible la pose efficace de brasure et assurer le maintien mécanique et l'étanchéité des passages.
- Optimiser l'étalement du liquide sur la tôle pour maximiser le contact liquide/gaz et le transfert de matière.
- Maîtriser les effets de bords et les comportements aux parois.
- Minimiser la perte de charge.

[0029] Pour renforcer le maintien mécanique, la solution retenue est d'augmenter les zones de contacts entre les éléments. Le contact entre les tôles ondulées a lieu sur les crêtes des ondes. Par conséquent, des crêtes aplaties, c'est-à-dire des rayons de courbure élevés typiquement compris entre 1 et 2mm, favorisent le maintien mécanique. Pour renforcer encore cet effet, on peut choisir de réduire l'angle de pliage typiquement

jusqu'à 10°. [Fig.3] montre au-dessus une onde classique et en dessous une onde aux crêtes aplaties selon un aspect de l'invention. La pose de la brasure peut se faire alors sous la forme d'une pâte recouvrant uniquement les crêtes des tôles ondulées. Des tests de tenue en pression ont été réalisés. On peut envisager de superposer un nombre important de tôles – jusqu'à la limite de résistance mécanique de l'assemblage – de façon à augmenter la densité d'un passage. L'aplatissement des crêtes facilite énormément le brasage entre deux ondes adjacentes.

- [0030] En effet l'assemblage doit résister à la pression non seulement pendant le brasage mais aussi pendant son usage pour mettre en œuvre de la distillation à une pression d'au moins 5 bars abs, de préférence au moins 6 bars abs.
- [0031] La figure 4a illustre trois ondes à gauche destinées à être superposées et disposées dans le passage d'un appareil de séparation. Selon l'invention, au moins certaines des crêtes d'une première des deux ondes-entretoise sont brasées à au moins une des plaques verticales et au moins certaines des crêtes de la première des ondes-entretoises sont brasées à au moins certaines des crêtes d'une deuxième des deux ondes-entretoise.
- [0032] Dans ce cas, le métal de brasure peut être déposé uniquement sur les au moins certaines crêtes, voire uniquement sur les crêtes de la première et/ou de la deuxième onde.
- [0033] Même si la figure montre trois ondes, il sera compris que deux ondes suffisent.
- [0034] La présente invention décrit plusieurs solutions pour optimiser la mise en contact des deux phases. Un traitement de surface sur les tôles ondulées peut être réalisé de façon à favoriser le mouillage et l'étalement du liquide. Des motifs de type points ou lignes peuvent être réalisés. Une alternative consiste à perforer les tôles avec des motifs ronds ou en fente. Le taux de perforation pouvant atteindre 15%. L'efficacité de la distillation est directement corrélée à la densité du garnissage, pour cela des densités supérieures à 500m² /m³ sont recommandées. On mentionne également en variante, afin d'améliorer à la fois la densité, la distribution du liquide entre les tôles et le maintien mécanique, la possibilité d'imbriquer les tôles ondulées les unes dans les autres comme décrit dans le brevet US5413741. La figure 4b illustre cette disposition, avec trois ondes imbriquées les unes dans les autres. Avec cette alternative la pose de brasure entre les tôles peut se limiter aux endroits où sont situées les encoches. Cela permet donc de réduire les besoins en brasure.
- [0035] La configuration obtenue comporte davantage de parois qu'une configuration standard. Pour limiter la quantité de liquide s'écoulant aux parois, il est préférable d'augmenter l'angle d'inclinaison des canaux jusqu'à une valeur d'environ 60°. Cela a pour effet de réduire à la fois le temps de résidence du liquide et l'épaisseur du film liquide. La rétention liquide est, par conséquent, diminuée car l'écoulement se fait préférentiellement selon un angle de pente plus importante, ce qui limite le phénomène

d'accumulation liquide aux parois. De plus, pour éviter le court-circuitage du gaz le long des parois, la pose des ondes doit se faire dans une très bonne précision avec un jeu minimal inférieur à dix fois le diamètre hydraulique du garnissage. On notera cependant que les balayettes ne sont pas utiles car, contrairement à la géométrie cylindrique, la géométrie rectangulaire permet d'ajuster la position des tôles dans une plus grande précision sur les ouvertures des passages.

- [0036] Pour répondre au critère de minimisation de la perte de charge, on notera que la réduction de l'angle de pliage, préconisé dans le paragraphe sur le maintien mécanique, trouve un intérêt supplémentaire pour limiter la perte de charge inutile comme le décrit l'article suivant : « Effect of channel opening angle on the performance of structured packings », Luo et al. *Chemical Engineering Journal*, Elsevier, 2008, 144 (2), pp.227-234.
- [0037] A noter que, dans cette configuration et contrairement au cas d'une colonne de distillation cylindrique classique, les éléments de garnissage ne sont pas tournés à 90° les uns par rapport aux autres. Cela nuit à la distribution du liquide dans les trois directions de l'espace ainsi qu'à l'homogénéisation des teneurs. En revanche, cela réduit considérablement les pertes de charges aux interfaces. Une amélioration supplémentaire consiste alors à redresser les canaux de l'onde à l'interface pour que les canaux d'une tôle débouchent sur les canaux de la tôle suivante selon la trajectoire plus régulière possible et sans arêtes vives. Enfin, comme variante, on peut chercher à dimensionner la hauteur d'un élément de garnissage de façon à augmenter le nombre de canaux débouchant.

Revendications

- [Revendication 1] Appareil de distillation comprenant un corps parallélépipédique formé d'un assemblage de plaques verticales parallèles ayant une largeur de plus qu'un mètre et une longueur de plus qu'un mètre définissant entre elles une multitude de passages plats d'une hauteur entre 2 et 10 cm, de préférence entre 2 et 5 cm et des barres latérales fermant les passages vers l'extérieur, des moyens pour envoyer un gaz à une région inférieure de chacun des passages, des moyens pour envoyer un liquide à une région supérieure des passages, éventuellement des moyens de condensation reliés à la région supérieure des passages pour condenser un gaz sortant des passages et pour y envoyer le gaz condensé et/ou des moyens de vaporisation reliés à la région inférieure des passages pour vaporiser un liquide sortant des passages et pour y envoyer le gaz vaporisé, chacun des passages plats contenant plusieurs ondes-entretoise (1, 2) superposées en tôle ondulée à génératrice verticale ou ayant une génératrice à un angle inférieur à 60° par rapport à la verticale, et pour chacun des passages au moins certaines des crêtes de chaque onde sont brasées à au moins certaines des crêtes des ondes auxquelles elles sont contiguës l'appareil comprenant :
- i) du métal d'apport de brasure disposé uniquement sur les crêtes des au moins deux ondes –entretoise ou
 - ii) un feuillard de brasure disposé entre chaque paire d'ondes-entretoise des passages .
- [Revendication 2] Appareil selon la revendication 1 dans lequel le rayon de courbure des ondulations de la tôle ondulée des ondes-entretoise est entre 1 et 2 mm.
- [Revendication 3] Appareil selon la revendication 1 ou 2 dans lequel la largeur des passages plats est entre 2 et 5 cm.
- [Revendication 4] Appareil selon l'une des revendications précédentes dans lequel la hauteur d'une onde d'une crête à la crête opposée est entre 2 et 5 cm.
- [Revendication 5] Appareil selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'angle de pliage des ondulations est inférieur à 12° , de préférence égal à au plus 10° .
- [Revendication 6] Appareil selon l'une des revendications précédentes dans lequel les ondulations de la tôle ondulée sont orientées à plus que 50° , de préférence à au moins 60° par rapport à l'horizontale.
- [Revendication 7] Appareil selon l'une des revendications précédentes comprenant une

enceinte isolée ne contenant pas de colonne de distillation, le corps parallélépipédique étant disposée à l'intérieur de l'enceinte isolée.

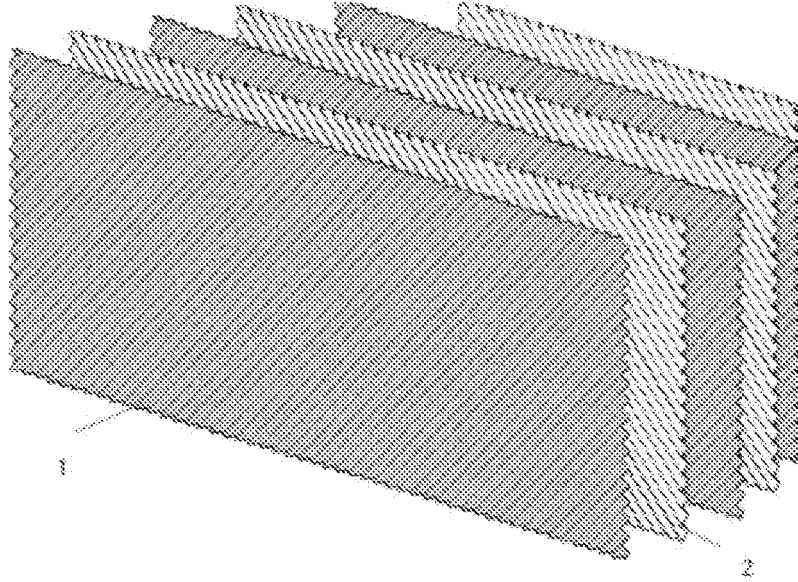
[Revendication 8]

Appareil selon l'une des revendications précédentes dans lequel au moins deux ondes-entretoise d'un passage sont imbriquées l'une dans l'autre ou les unes dans les autres.

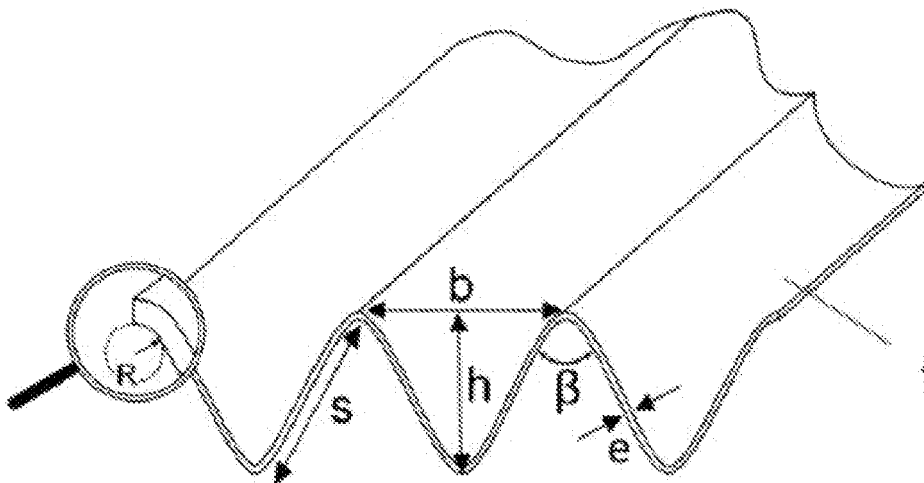
[Revendication 9]

Procédé de distillation d'air dans lequel de l'air refroidi et séché à une pression absolue d'au moins 5 bars, voire d'au moins 6 bars est envoyé à un appareil selon l'une des revendications précédentes où il est séparé en se distillant dans les passages du contacteur, de préférence dans tous les passages du contacteur, en un fluide enrichi en azote et un fluide enrichi en oxygène, ledit contacteur étant capable de supporter des pressions absolues d'au moins 5 bars voire d'au moins 6 bars.

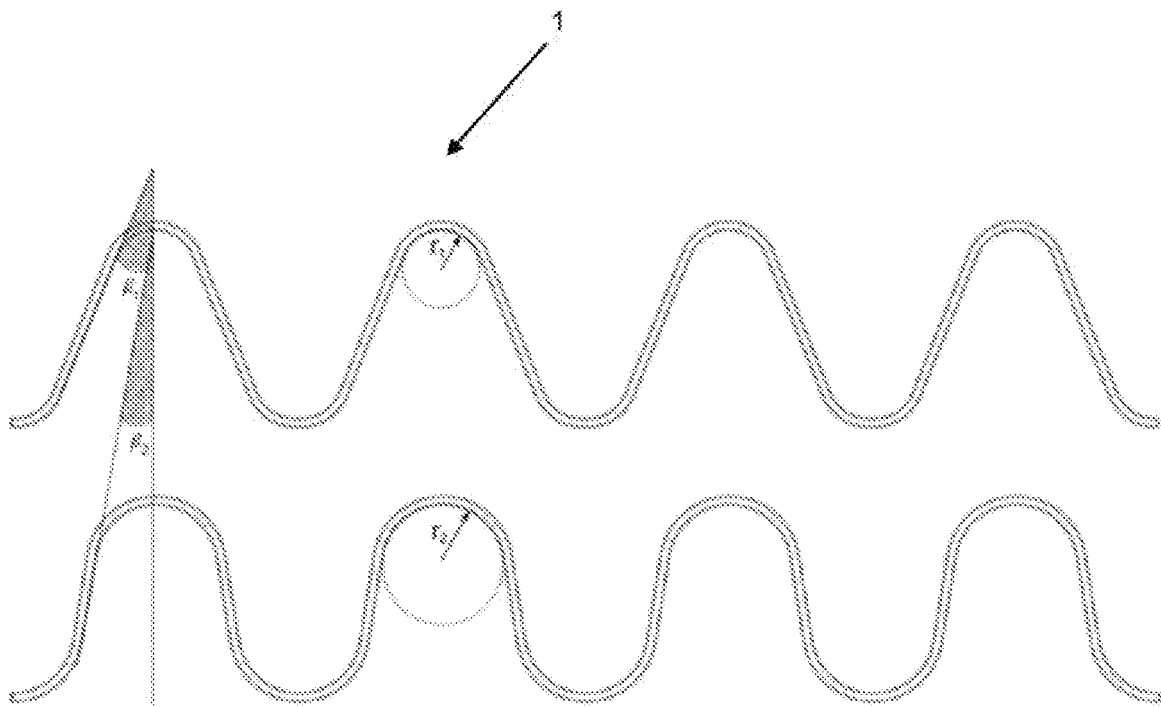
[Fig. 1]

Figure 1

[Fig. 2]

Figure 2

[Fig. 3]

Figure 3

[Fig. 4]

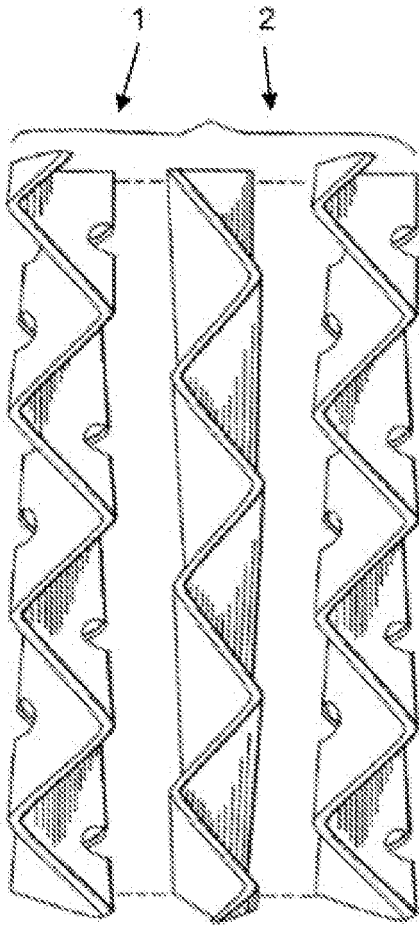


Figure 4a

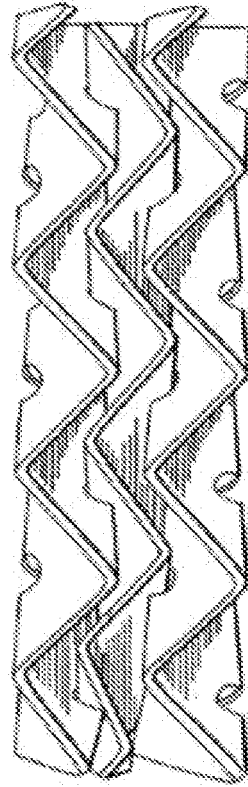


Figure 4b