

ROYAUME DE BELGIQUE



MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

## BREVET D'INVENTION

N° 898.205

Classif. Internat.: BC1D/CO1B

Mis en lecture le:

10 -05- 1984

LE Ministre des Affaires Economiques,

*Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention;**Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle;*

*Vu le procès-verbal dressé le 10 novembre 1983 à 14 h. 05  
au Service de la Propriété industrielle*

## ARRÊTE :

**Article 1.** Il est délivré à la Sté dite : L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME  
POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES  
CLAUDE  
75, quai d'Orsay Paris (France)

repr. par les Bureaux Vander Haeghen à Bruxelles

T.40-D  
*un brevet d'invention pour: Procédé et installation de séparation par  
adsorption d'un gaz composite  
(Inv. : L. Hay)*

qu'elle déclare avoir fait l'objet d'une demande de  
brevet déposée en France le 12 novembre 1982,  
n° 82 19006

**Article 2.** Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 10 mai 1984  
PAR DELEGATION SPECIALE:

Le Directeur

L. WUYTS

390205

SERIE: 2.573 - A.L. - ML/LR  
21301 - B. 75 667 DS

Description jointe à une demande de

## BREVET BELGE

déposée par la société dite: L'AIR LIQUIDE, SOCIETE  
ANONYME POUR L'ETUDE ET  
L'EXPLOITATION DES  
PROCEDES GEORGES CLAUDE

ayant pour objet: Procédé et installation de séparation  
par adsorption d'un gaz composite

---

Qualification proposée: BREVET D'INVENTION

Priorité d'une demande de brevet déposée en France le  
12 novembre 1982 sous le n° 82 19006

Inventeur: Léon HAY

L'invention a pour objet un procédé de séparation par adsorption d'un gaz composite, constitué d'au moins deux composants, du genre où l'on dispose d'une pluralité, au moins égale à trois, de colonnes d'adsorbant (ou adsorbeurs), dans chacune desquelles se déroulent, de façon cyclique et décalée dans le temps d'une colonne d'adsorption à une autre colonne d'adsorption, les phases opératoires suivantes :

- a) une phase de production à pression dite haute avec circulation dite à co-courant dudit gaz composite et production d'un courant gazeux séparé et piégeage d'au moins un composant dans ladite colonne avec, pendant une partie de ladite phase de production, dérivation d'une fraction dudit courant gazeux séparé en vue d'une represurisation finale à contre-courant d'un adsorbeur en cours de repressurisation en accord avec la phase g) ci-dessous ;
- b) une phase de dépressurisation à co-courant, avec soutirage d'un courant gazeux en vue de la repressurisation par équilibrage à un niveau de pression intermédiaire d'un adsorbeur en cours de repressurisation, en accord avec la phase f) ci-dessous, ladite phase de dépressurisation correspondant à un équilibrage, pouvant le cas échéant, être décomposée en plusieurs étapes de dépressurisation, chacune d'elles, pour la repressurisation d'adsorbeurs différents, à des niveaux de pression intermédiaires toujours en accord avec la phase f) ;
- c) une phase de dépressurisation à co-courant jusqu'à une pression intermédiaire basse avec soutirage d'un courant gazeux, en vue de l'élation d'un adsorbeur en cours d'élation, en accord avec la phase e) ci-dessous ;
- d) une phase de dépressurisation finale à contre-courant jusqu'à la pression dite basse pouvant être la pression atmosphérique ;
- e) une phase d'élation à contre-courant à la pression de

régénération dite basse, le courant d'élution provenant d'un adsorbeur en cours de dépressurisation conforme à la phase c) ;

- 5 f) une phase de repressurisation à contre-courant par équilibrage des pressions avec un adsorbeur en cours de dépressurisation conforme à la phase b), ladite phase de repressurisation, pouvant le cas échéant, être décomposée en plusieurs étapes successives par équilibrage des pressions avec les différents adsorbeurs en cours de dépressurisation, conforme à la phase b) ;
- 10 g) une phase de repressurisation finale à contre courant, le courant de repressurisation provenant d'une dérivation d'une fraction du courant issu d'un adsorbeur en cours de production conforme à la phase a).

15 Cette technique est utilisée pour la production d'hydrogène très pur (99,999 %) à partir de mélanges aussi divers que gaz de réformage à la vapeur, gaz de "platforming", gaz de purge d'une installation de synthèse d'ammoniac ou du méthanol, gaz de lavage à l'azote, ammoniac craqué ou autres mélanges contenant une forte proportion d'hydrogène (50 à 98 %). Le nombre de colonnes d'adsorption et la complexité d'un cycle opératoire dépendent de la puissance nominale de l'installation et, dans certains cas, lorsque la production est de l'ordre de 50.000 m<sup>3</sup>/h d'hydrogène, on atteint un nombre élevé pouvant aller jusqu'à 20 dix et plus, de colonnes d'adsorption.

25

30 La présente invention a pour objet d'assurer encore un meilleur rendement et une plus grande pureté du gaz produit et cela est assuré, selon une caractéristique essentielle de l'invention, en ce que chaque équilibrage entre deux colonnes d'adsorption quelconques s'effectue en faisant passer le courant d'équilibrage dans une colonne auxiliaire à ségrégation longitudinale du composant piégé, et en inversant le sens de circulation dans ladite colonne 35 pour deux courants d'équilibrage successifs homologues,

c'est-à-dire avec les mêmes pressions initiale et finale. Par "ségrégation longitudinale du composant piégé", on entend un moyen de rétention du composant piégé, qui forme un front de concentration progressant dans le sens longitudinal de l'extrémité d'entrée en direction de l'extrémité de sortie de la colonne auxiliaire. De la sorte et grâce aux inversions de sens de circulation du courant d'équilibrage, on s'assure que, au cours d'un équilibrage, le courant qui est introduit dans une colonne d'adsorption voit sa teneur en composant piégé d'autant plus faible que la phase d'équilibrage se poursuit ; en d'autres termes, un adsorbeur est remis en pression avec du gaz à teneur en composant piégé de moins en moins élevée et comme cette remise en pression s'effectue à contre-courant du sens normal de production, dit co-courant, la plus forte concentration en impuretés a été repoussée plus loin que ne pouvait le faire la technique antérieure connue vers l'extrémité d'entrée de l'adsorbeur. Il en résulte que lors d'une phase suivante de production, ces impuretés apparaîtront plus tardivement et en commençant par la plus faible teneur à l'extrémité de sortie pendant cette phase de production, de sorte qu'on assure ainsi soit un meilleur rendement, soit une plus grande pureté du gaz produit.

Selon une forme complémentaire de l'invention, les phases opératoires de dépressurisation d'une colonne d'adsorption créant un courant gazeux détendu pour l'élution d'une autre colonne d'adsorption sont effectuées également par circulation du courant de gaz d'élution dans une autre colonne auxiliaire à ségrégation longitudinale du composant piégé, les courants d'élution de deux phases de dépressurisation successives ayant des sens de circulation opposés dans ladite colonne auxiliaire. On s'assure ainsi que l'élution s'effectue avec un courant de gaz ayant une teneur en impuretés qui est progressivement abaissée au cours de la phase d'élution. Grâce à cette seconde dis-

position, combinée avantageusement avec la précédente, les deux opérations successives d'élution et de repressurisation sur un même adsorbeur, qui s'effectuent à contre-courant sont réalisées avec un courant de gaz ayant une teneur en impuretés qui est progressivement abaissée au cours des deux phases consécutives, de sorte que la plus forte concentration en impuretés a été repoussée plus loin dans ledit adsorbeur. Il en résulte que lors de la phase suivante de production sur ledit adsorbeur, ces impuretés apparaîtront plus tardivement et en commençant par la plus faible teneur à l'extrémité de sortie, de sorte qu'on assure ainsi soit un meilleur rendement, soit une plus grande pureté du gaz produit.

Selon une forme préférentielle de mise en oeuvre, chaque colonne à ségrégation longitudinale du courant piégé, est une colonne d'adsorption, mais cette colonne auxiliaire à ségrégation longitudinale du composant piégé peut également être un simple récipient de forme allongée ayant un volume au moins égal à celui du gaz dépressurisé.

L'invention a également pour objet une installation de séparation par adsorption de gaz composite, mettant en oeuvre le procédé ci-dessus.

Les caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront d'ailleurs de la description qui suit en référence aux dessins annexés dans lesquels :

- la figure 1 est une vue schématique d'une installation de séparation conforme à l'invention ;
- la figure 2 représente les diagrammes de pression en fonction du temps sur chacun des quatre adsorbeurs d'une installation conforme à la figure 1 fonctionnant cycliquement ;
- la figure 3 représente les diagrammes de pression en fonction du temps sur deux des six adsorbeurs d'une installation fonctionnant cycliquement ;
- 35 - les figures 4, 5, 6 et 7 représentent le diagramme de

pression en fonction du temps sur un quelconque des adsorbeurs d'une installation comportant respectivement, huit, dix, huit et quatre adsorbeurs, fonctionnant cycliquement, et constituant quatre autres variantes de mise en oeuvre de l'invention.

En se référant d'abord aux figures 1 à 2, une installation de séparation par adsorption conforme à l'invention comporte quatre colonnes d'adsorption 1, 2, 3, 4 ayant des extrémités d'entrée 5, 6, 7, 8 respectivement et des extrémités de sortie 9, 10, 11, 12, respectivement. Chaque extrémité d'entrée 5, 6, 7, 8 est raccordée par une conduite 13, 14, 15, 16 à une vanne d'arrêt 17, 18, 19, 20 respectivement à une conduite d'alimentation 21 en gaz composite. Egalement, chaque extrémité d'entrée 5, 6, 7, 8 est raccordée par une conduite <sup>de</sup> soutirage 26, 27, 28, 29 à vanne d'arrêt 30, 31, 32, 33 à une conduite d'élimination de gaz résiduaire 34.

Les extrémités de sortie 9, 10, 11, 12 des colonnes 1, 2, 3, 4 sont raccordées par une conduite de soutirage 35, 36, 37, 38 à vanne d'arrêt 39, 40, 41, 42 à une conduite de production 43. Egalement, chaque extrémité de sortie 9, 10, 11, 12 est raccordée à une extrémité 45 d'une colonne auxiliaire d'adsorption 46 par une conduite 47, 48, 49, 50 à vanne d'arrêt 51, 52, 53, 54 d'une part, à une autre extrémité 55 de la colonne auxiliaire 46 par une conduite 56, 57, 58, 59 à vanne d'arrêt 60, 61, 62, 63.

Les extrémités de sortie 9, 11 des colonnes d'adsorption 1, 3 sont raccordées par des conduites 65, 66 à vanne d'arrêt 67, 68 à une extrémité 69 d'une seconde colonne d'adsorption auxiliaire 70 dont une autre extrémité 71 est raccordée par des conduites 72, 73 à vanne d'arrêt 74, 75 à extrémité de sortie 10, 12 des colonnes d'adsorption 2, 4.

Enfin, la ligne de production 43 est raccordée par des conduites 76, 77, 78, 79 à vanne d'arrêt 80, 81,

82, 83 respectivement aux extrémités de sortie 9, 10, 11, 12 des colonnes d'adsorption 1, 2, 3, 4.

L'installation selon les figures 1 à 2 fonctionne de la façon suivante, et cela en supposant que

5 l'installation vient de démarrer, en d'autres termes, qu'il s'agit du premier cycle opératoire.

- A l'instant 0, l'adsorbeur 1 est en phase de production, c'est-à-dire que les vannes 17 et 39 sont ouvertes et le gaz séparé évacué en 43 ;
- 10 - l'adsorbeur 2 est en phase de début de recompression par équilibrage avec l'adsorbeur 4, les vannes 63 et 52 étant ouvertes, le courant d'équilibrage circulant au travers des conduites 59 et 48 et au travers de l'adsorbeur auxiliaire 46 dans le sens ( $F_1$ ) ;
- 15 - l'adsorbeur 3 commence sa phase de décompression finale par soutirage des résiduaires au travers des conduites 28 et 34, la vanne 32 étant ouverte et la conduite 34 évacuant les résiduaires ;
- l'adsorbeur 4 en début d'équilibrage de décompression 20 avec l'adsorbeur 2 comme indiqué précédemment.

Au bout d'un certain temps à l'intérieur de la durée  $T_1$ , qui correspond au quart de la durée du cycle, et plus précisément à l'instant  $\underline{a}$ , certaines modifications interviennent sur chacun des adsorbeurs :

- 25 - l'adsorbeur 1 voit une partie 90 de sa production isobare dérivée vers l'adsorbeur 2 de façon à assurer sa recompression finale à contre-courant, le courant de dérivation circulant au travers de la conduite 77, la vanne 81 étant ouverte ;
- 30 - l'adsorbeur 2, pour les raisons indiquées ci-dessus, monte en pression et cela jusqu'à la pression finale  $P$  à la fin du temps  $T_1$  ;
- l'adsorbeur 3 est parvenu à la pression basse  $P_0$  et une élution se produit par décompression de l'adsorbeur 4, 35 le courant de décompression une fois détendu formant le

courant d'élution circulant de l'adsorbeur 4 vers l'adsorbeur 3 au travers de l'adsorbeur auxiliaire 70, c'est à-dire par les conduites 72 et 66, les vannes 74 et 68 étant ouvertes, la circulation du gaz d'élution s'effectuant dans l'adsorbeur B selon le sens ( $F_3$ ) :

- 5 - l'adsorbeur 4 est donc pendant la phase de deuxième décompression, détendu jusqu'à la pression intermédiaire basse  $P_i$ .

Au début du temps de durée  $T_2$  qui commence à la 10 fin du temps de durée  $T_1$ , l'adsorbeur 1 est en phase de décompression par équilibrage avec l'adsorbeur 3 au travers de l'adsorbeur auxiliaire 46, le sens du courant d'équilibrage étant le sens  $F_2$  qui est opposé au sens  $F_1$  et, à cet effet, les vannes 51 et 62 étant ouvertes, le courant d'équilibrage circulant dans les conduites 47 et 58, puis à 15 l'instant b, en phase de deuxième décompression, le courant de décompression formant le courant d'élution détendu, circulant de l'adsorbeur 1 vers l'adsorbeur 4 au travers de l'adsorbeur auxiliaire 70 selon le sens  $F_4$ , c'est-à-dire 20 opposé au sens  $F_3$ , c'est-à-dire que les vannes 67 et 74 sont ouvertes.

- l'adsorbeur 2 est dans une phase de production isobare comme l'adsorbeur 1 pendant le temps  $T_1$  et les mêmes phénomènes se déroulent avec un décalage dans le temps d'une 25 durée de  $T_1$ , la dérivation finale 90 s'effectuant alors vers l'adsorbeur 3 ;  
- l'adsorbeur 3 est d'abord en phase de recompres-  
sion initiale par équilibrage avec l'adsorbeur 1 comme décrit 30 précédemment puis, à l'instant b, en phase de recompres-  
sion finale par dérivation 90 d'un courant de production  
de l'adsorbeur 2 ;  
- l'adsorbeur 4 est d'abord en phase de décompression fi-  
nale comme indiqué précédemment pour l'adsorbeur 3, puis 35 à l'instant b en phase d'élution à la pression  $P_0$  par un courant détendu issu de la décompression de l'adsorbeur 1

circulant au travers de l'adsorbeur auxiliaire 70, selon le sens  $F_4$ , comme indiqué précédemment.

Au cours du temps  $T_3$  du cycle :

- l'adsorbeur 1 est d'abord en phase de décompression finale jusqu'à l'instant  $\underline{c}$  puis, en phase d'élution par un courant de détente provenant de l'adsorbeur 2, circulant au travers de l'adsorbeur 70 dans le sens  $F_3$ , c'est-à-dire que les vannes 75 et 67 sont ouvertes ;
- l'adsorbeur 2 est en phase de première décompression par équilibrage à travers l'adsorbeur auxiliaire 46 selon le sens de circulation  $F_1$  avec l'adsorbeur 4 et, à cet effet, les vannes 61 et 54 sont ouvertes jusqu'à l'instant  $\underline{c}$ , ensuite comme indiqué précédemment, cet adsorbeur 2 est en décompression à la pression intermédiaire  $P_i$  pour former le courant d'élution vers l'adsorbeur 1, via 70 (sens  $F_3$ ) ;
- l'adsorbeur 3 est en phase de production isobare avec, à partir du temps  $\underline{d}$ , une dérivation d'un courant de production 90 vers l'adsorbeur 4 pour assurer sa recompression finale ;
- l'adsorbeur 4 est d'abord en phase de recompression initiale par équilibrage de l'adsorbeur 2 au travers de l'adsorbeur auxiliaire 46 selon le sens de circulation  $F_1$  puis en phase de recompression finale par une dérivation 90 du courant de production issu de l'adsorbeur 3.

Pendant le temps de durée  $T_4$  qui fait suite au temps de durée  $T_3$  et à la fin duquel se termine un cycle opératoire, on retrouve les mêmes phases opératoires décalées dans le temps, c'est-à-dire que l'adsorbeur 1 est d'abord en recompression initiale par équilibrage avec l'adsorbeur 3 jusqu'au temps  $\underline{d}$  au travers de l'adsorbeur auxiliaire 46, le courant d'équilibrage circulant selon le sens  $F_2$ , puis en recompression finale par dérivation 90 d'une partie de courant de production issu de l'adsorbeur 4 ;

- l'adsorbeur 2 est en phase de décompression finale à

00000000

l'atmosphère, puis, à partir du temps d, en phase d'élation par un courant de gaz détendu provenant de l'adsorbeur 3, circulant au travers de l'adsorbeur auxiliaire 70 selon le sens de circulation  $F_4$  ;

- 5 - l'adsorbeur 3 est d'abord en phase de décompression par équilibrage avec l'adsorbeur 1, au travers de l'adsorbeur auxiliaire 46 dans le sens  $F_2$  comme indiqué précédemment, puis, à l'instant d, en phase de deuxième décompression au travers de l'adsorbeur auxiliaire 70 dans 10 le sens  $F_4$  comme indiqué précédemment.
- l'adsorbeur 4 est en phase de production isobare avec, à partir du temps d, une dérivation partielle 90 du courant de production vers l'adsorbeur 1.

Ainsi qu'il ressort de la description qui précède, on voit que les adsorbeurs auxiliaires 46 et 70 sont successivement mis en oeuvre pour ce qui concerne l'adsorbeur 46 au cours des équilibrages successifs, pour ce qui concerne l'adsorbeur 70 au cours des détentes successives formant le courant de gaz d'élation.

20 Quel que soit l'adsorbeur 46 ou 70, les courants d'équilibrage circulant dans l'adsorbeur 46 s'écoulent successivement dans le sens  $F_1$ ,  $F_2$ ,  $F_1$ ,  $F_2$ , etc ... De même, les courants d'élation s'écoulent successivement dans l'adsorbeur 70 dans des sens opposés  $F_3$ ,  $F_4$ ,  $F_3$ ,  $F_4$ , 25 etc ...

Il résulte de cette mise en oeuvre que les courants d'équilibrage circulant dans l'adsorbeur auxiliaire 46 ou les courants d'élation circulant dans l'adsorbeur auxiliaire 70 créent dans l'adsorbeur auxiliaire d'équilibre 46, ou dans l'adsorbeur auxiliaire d'élation 70 un front d'impuretés respectivement à chaque extrémité de l'adsorbeur, les deux fronts d'impuretés étant séparés par une certaine distance longitudinale de sorte que le début de l'émission d'un courant d'équilibrage ou d'un courant d'élation, s'effectue en sortie de 46 ou 70 avec

une teneur d'impuretés maximale par sortie du front d'impuretés, alors que la fin de l'émission du courant d'équilibrage ou d'élution s'effectue en sortie de 46 ou 70 avec une teneur d'impureté minimale, c'est-à-dire que toutes les opérations d'équilibrage (c'est-à-dire de recompression partielle d'un adsorbeur) et d'élution (c'est-à-dire de régénération) s'effectuent avec des courants qui ont tendance à être de plus en plus purs, contrairement à l'état antérieur de la technique où ces courants d'équilibrage et d'élution étaient de plus en plus pollués par des impuretés.

Il en résulte que, pour ce qui concerne les opérations d'élution et de repressurisation par équilibrage, qui s'effectuent successivement à contre-courant sur un même adsorbeur, les impuretés sont refoulées le plus près possible de l'extrémité d'entrée de l'adsorbeur, ce qui améliore ensuite ses caractéristiques de qualité de pureté du gaz produit.

L'installation qui permet de réaliser le cycle conforme au diagramme pression/temps schématisé sur la figure 3 pour deux adsorbeurs, comporte six adsorbeurs et trois colonnes auxiliaires. La période du cycle opératoire est divisée en autant de sous-périodes d'égale durée, qu'il y a d'adsorbeurs, soit six sous-périodes  $T_1$ ,  $T_2$ ,  $T_3$ ,  $T_4$ ,  $T_5$  et  $T_6$ . Chaque adsorbeur subit le même cycle que celui représenté sur la figure 3 pour l'adsorbeur 1 mais avec un décalage dans le temps, pour chaque adsorbeur par rapport à un précédent, d'une durée égale à la sous-période, comme représenté sur la figure 3 pour l'adsorbeur 2 par rapport à l'adsorbeur 1. Une des caractéristiques du cycle est la décomposition en deux étapes successives de la phase de décompression à co-courant avec équilibrage. Une autre caractéristique du cycle est l'étalement de la phase de production sur deux sous-périodes.

Le déroulement du cycle sur l'adsorbeur 1 s'effectue de la manière suivante :

55 a) Durant les sous-périodes  $T_1$  et  $T_2$ , l'adsor-

beur est en phase de production isobare 101 à la pression P et à cocourant. Une fraction du courant de production, prélevée en partie terminale des sous-périodes  $T_1$  et  $T_2$  sert à la recompression finale à contre-courant des adsorbeurs respectivement 2 et 3.

b) Durant la sous-période  $T_3$ , l'adsorbeur est en phase de décompression à cocourant jusqu'à une pression intermédiaire Pe assurée d'abord par un premier équilibrage de la pression P à la pression P'e avec l'adsorbeur 4 au travers d'une première colonne auxiliaire 111 (sens F1), puis par un second équilibrage de la pression P'e à la pression Pe avec l'adsorbeur 5 au travers d'une deuxième colonne auxiliaire 112 (sens F2).

c) Durant la sous-période  $T_4$ , l'adsorbeur est d'abord en décompression à cocourant de la pression Pe à la pression Pi avec soutirage d'un courant pour assurer l'élution de l'adsorbeur 6 au travers d'une troisième colonne auxiliaire 113 (sens F3), puis en décompression finale à contre-courant de la pression Pi à la pression Pf avec évacuation des résiduaires.

d) Durant la sous-période  $T_5$ , l'adsorbeur est d'abord en phase d'élution par utilisation du gaz soutiré de l'adsorbeur 2 qui se trouve en phase de décompression de Pe à Pi, puis en phase de première recompression jusqu'à Pe, par équilibrage avec l'adsorbeur 3 qui se trouve en phase de décompression de P'e à Pe.

e) Durant la sous-période  $T_6$ , l'adsorbeur est d'abord en phase de deuxième recompression jusqu'à P'e par équilibrage avec l'adsorbeur 4 qui se trouve en phase de décompression de P à P'e, puis en phase de recompression finale jusqu'à P par dérivation d'une partie de la production en provenance des adsorbeurs 5 et 6 qui se trouvent en phase production.

Le déroulement du cycle sur l'adsorbeur 2 est le même que celui qui a été décrit pour l'adsorbeur 1

(même succession de phases avec les mêmes pressions et les mêmes durées) mais décalé dans le temps de la durée d'une sous-période. Cependant, les sens de circulation au travers des colonnes auxiliaires 111, 112 et 113 des courants gazeux issus des trois phases de décompression à cocourant de l'adsorbeur 2 sont inversés (sens  $F'_1$ ,  $F'_2$  et  $F'_3$ ) par rapport aux sens de circulation des courants homologues issus des trois phases de décompression de l'adsorbeur 1, comme représenté sur la figure 3.

Pour l'adsorbeur 3, dont le cycle est décalé d'une sous-période par rapport à l'adsorbeur 2, les sens de circulation des courants de décompression au travers des colonnes 111, 112 et 113 sont à nouveau inversés par rapport aux sens de circulation des courants de décompression issus de l'adsorbeur 2. Il en est de même pour les adsorbeurs 4, 5 et 6, de sorte que les sens de circulation au travers des colonnes 111, 112 et 113 seront respectivement  $F_1$ ,  $F_2$  et  $F_3$  pour les courants de décompression issus des adsorbeurs 1, 3 et 5 et  $F'_1$ ,  $F'_2$  et  $F'_3$  pour les courants de décompression issus des adsorbeurs 2, 4 et 6. On réalise ainsi l'alternance des sens de circulation au travers de chaque colonne auxiliaire entre deux courants de décompression successifs et homologues.

On voit également que la production du gaz purifié est assurée simultanément par deux adsorbeurs, par suite de l'étalement sur deux sous-périodes consécutives de la phase de production du cycle. Ainsi pendant la sous période  $T_2$ , les schémas de la figure 3 montrent clairement une production sur les adsorbeurs 1 et 2. Pendant la sous période  $T_3$ , la production est assurée simultanément sur les adsorbeurs 2 et 3, et ainsi de suite pour les autres sous périodes. Cette disposition permet, pour une taille d'adsorbeur donnée, et avec seulement six adsorbeurs, de doubler le débit de gaz traité et la production de gaz purifié, par rapport à la solution comportant quatre adsorbeurs telle

qu'elle est définie par l'installation de la figure 1, fonctionnant selon le cycle de la figure 2 dans lequel la phase de production n'affecte qu'une sous-période du cycle.

La figure 4 montre, sans qu'on le décrive en détails, un cycle à huit adsorbeurs et trois colonnes auxiliaires 121, 122 et 123 dont deux seulement 121 et 122 avec des sens de circulation respectivement  $F_4$ ,  $F'_4$  et  $F_5$ ,  $F'_5$  alternativement mis en oeuvre, sont représentés. Comme le temps de transit du gaz au travers de la colonne 122 intervient pendant une durée supérieure à la sous-période du cycle, il est indispensable, pour le bon fonctionnement de l'installation d'avoir une autre colonne 123 (non représentée) qui joue le même rôle que la colonne 122, mais avec un décalage dans le temps d'une sous-période par rapport à la colonne 123, et des sens de circulation également alternativement mis en oeuvre. Le cycle comporte une seule étape d'équilibrage mais une phase de production étalée sur trois sous périodes, ce qui permet d'assurer à tout instant une production simultanée sur trois adsorbeurs.

La figure 5 montre un cycle à dix adsorbeurs et cinq colonnes auxiliaires 131, 132, 133, 134 et 135 (cette dernière non représentée mais jouant le même rôle que 134 comme expliqué ci-dessus) avec des sens de circulation alternés, respectivement  $F_6$ ,  $F'_6$  ;  $F_7$ ,  $F'_7$  ;  $F_8$ ,  $F'_8$  et  $F_9$ ,  $F'_9$ . Le cycle comporte trois étapes d'équilibrage, et une phase de production sur trois sous-périodes, c'est-à-dire une production simultanée sur trois adsorbeurs.

La figure 6 montre un cycle à huit adsorbeurs et trois colonnes auxiliaires 141, 142 et 143 (non représentée) avec des sens de circulation alternés, respectivement  $F_{10}$ ,  $F'_{10}$  et  $F_{11}$ ,  $F'_{11}$ . Le cycle assure une production simultanée sur trois adsorbeurs et comporte deux étapes d'équilibrage. La décompression fournissant le gaz d'élution est intercalée entre les deux étapes de décompression réalisant l'équilibrage des pressions. Par ailleurs

le courant de deuxième décompression fournissant le gaz d'élution, et le courant de troisième décompression réalisant un équilibrage, transitent au travers de la même colonne auxiliaire 142. La colonne auxiliaire 143 non représentée, à sens de circulation alternés, joue le même rôle que la colonne auxiliaire 142.

La figure 7 montre un cycle de quatre adsorbeurs avec seulement deux colonnes auxiliaires 151 et 152 et des sens de circulation alternés, respectivement  $F_{12}$ ,  $F'_{12}$  et 10  $F_{13}$ ,  $F'_{13}$ . Le cycle comporte, comme la figure 6, une phase de décompression pour élution, intercalée entre les deux étapes de décompression avec équilibrage, et comme en figure 6, les courants des deuxième et troisième décompressions pour élution et équilibrage, transitent au travers de 15 la même colonne auxiliaire 152.

REVENDICATIONS

1. - Procédé de séparation par adsorption d'un gaz composite, constitué d'au moins deux composants, du genre où l'on dispose d'une pluralité au moins égale à trois, de colonnes d'adsorbant, dans chacune desquelles se déroulent, de façon cyclique et décalée dans le temps d'une colonne d'adsorption à une autre colonne d'adsorption, les phases opératoires successives suivantes :
- a) une phase opératoire de production avec circulation dite à co-courant dudit gaz composite et production d'un courant gazeux séparé et piégeage d'au moins un composant dans ladite colonne avec, pendant une partie de ladite phase de production, dérivation d'une fraction dudit courant gazeux séparé en vue d'une repressurisation finale à contre-courant d'un second adsorbeur en cours de repressurisation en accord avec la phase g) ci-dessous.
  - b) une phase de dépressurisation à co-courant, avec soutirage d'un courant gazeux, en vue de la repressurisation par équilibrage à un niveau de pression intermédiaire d'un adsorbeur en cours de repressurisation, en accord avec la phase f) ci-dessous, ladite phase de dépressurisation, correspondant à un équilibrage, pouvant le cas échéant, être décomposée en plusieurs étapes de dépressurisation, chacune d'elles, pour la repressurisation d'adsorbeurs différents, à des niveaux de pression intermédiaire, toujours en accord avec la phase f) ;
  - c) une phase de dépressurisation à co-courant jusqu'à une pression intermédiaire basse avec soutirage d'un courant gazeux, en vue de l'élation d'un adsorbeur en cours d'élation, en accord avec la phase e) ci-dessous ;
  - d) une phase de dépressurisation finale à contre-courant jusqu'à la pression dite basse pouvant être la pression atmosphérique ;
  - e) une phase d'élation à contre-courant à la pression de régénération dite basse, le courant d'élation provenant d'un adsorbeur en cours de dépressurisation conforme à

la phase c) ;

- f) une phase de repressurisation à contre-courant par équilibrage des pressions avec un adsorbeur en cours de dépressurisation conforme à la phase b), ladite phase de repressurisation, pouvant, le cas échéant, être décomposée en plusieurs étapes successives par équilibrage des pressions avec les différents adsorbeurs en cours de dépressurisation, conforme à la phase b) ;
- g) une phase de repressurisation finale à contre-courant, le courant de repressurisation provenant d'une dérivation d'une fraction du courant issu d'un adsorbeur en cours de production conforme à la phase a), caractérisé en ce que les phases successives d'équilibrage entre deux colonnes d'adsorption quelconques s'effectuent en faisant passer le courant d'équilibrage dans une colonne auxiliaire à ségrégation longitudinale du ou des composants indésirables, les courants correspondant à deux équilibrages successifs, circulant dans ladite colonne selon des sens de circulation opposés.

20 2. - Procédé de séparation par adsorption d'un gaz composite, selon la revendication 1, caractérisé en ce que les phases successives de dépressurisation d'une colonne d'adsorption pour l'élution d'une autre colonne d'adsorption sont effectuées également par circulation du gaz d'élution dans une colonne auxiliaire à ségrégation longitudinale du ou des composants indésirables, les courants d'élution de deux phases de dépressurisation successives ayant des sens de circulation opposés.

30 3. - Procédé de séparation d'un gaz composite selon la revendication 1, caractérisé en ce que la ou les colonnes à ségrégation longitudinale du composant piégé sont des colonnes d'adsorption, remplies d'adsorbant approprié pour arrêter sélectivement le ou les composants indésirables du gaz que l'on veut obtenir à l'état purifié.

35 4. - Procédé de séparation d'un gaz composite

090205

selon les revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la ou les colonnes auxiliaires à ségrégation longitudinale du ou des composants indésirables sont des simples récipients de forme allongée ayant un volume au moins égal à celui du gaz dépressurisé.

5        5. - Procédé de séparation d'un gaz composite selon les revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la ou les colonnes à ségrégation longitudinale sont des récipients chargés d'un matériau de remplissage inerte, laissant des espaces morts dont le volume est au moins égal à celui du gaz dépressurisé.

10        6. - Installation de séparation par adsorption de gaz composite, du genre comprenant une pluralité de colonnes d'adsorption au moins égale à trois, des conduites de raccordement à vanne d'arrêt d'une première extrémité ou extrémité d'entrée de chaque colonne à une source de gaz composite, des conduites de production de gaz traité à vannes d'arrêt issues d'une seconde extrémité ou extrémité de sortie, opposée à ladite première extrémité, de chaque colonne d'adsorption, des conduites de soutirage à vannes d'arrêt à l'extrémité d'entrée, caractérisée par au moins un récipient à ségrégation longitudinale du ou des composants indésirables, raccordé à une extrémité par conduites à vannes d'arrêt à l'extrémité de sortie d'au moins une première partie des dites colonnes d'adsorption d'une part et à une autre extrémité à l'extrémité de sortie d'au moins une seconde partie des dites colonnes d'adsorption, qui est complémentaire ou égale à ladite première partie.

25        7. - Installation de séparation selon la revendication 6, caractérisée en ce qu'elle comporte quatre adsorbeurs et deux récipients à ségrégation longitudinale des gaz piégés.

30        8. - Installation de séparation selon la revendication 6, caractérisée en ce qu'elle comporte six adsorbeurs et trois récipients à ségrégation longitudinale des gaz traités.

9. - Installation de séparation selon la revendication 6, caractérisée en ce qu'elle comporte huit adsorbeurs et trois récipients à ségrégation longitudinale des gaz traités.

35        10. - Installation de séparation selon la revendication 6, caractérisée en ce qu'elle comporte dix adsorbeurs et cinq récipients à ségrégation longitudinale des gaz traités.

CONFIDENTIEL

11. - Procédé et installation de séparation selon une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que le gaz traité est un mélange de gaz dont le constituant principal est l'hydrogène, en vue de sa purification.

5           12. - Procédé et installation de séparation selon une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que le gaz traité est un mélange de gaz dont l'un des constituants n'est pas adsorbé (tel l'hélium), ou est relativement peu adsorbé vis-à-vis des autres constituants du mélange, en vue de la purification de ce  
10 constituant.

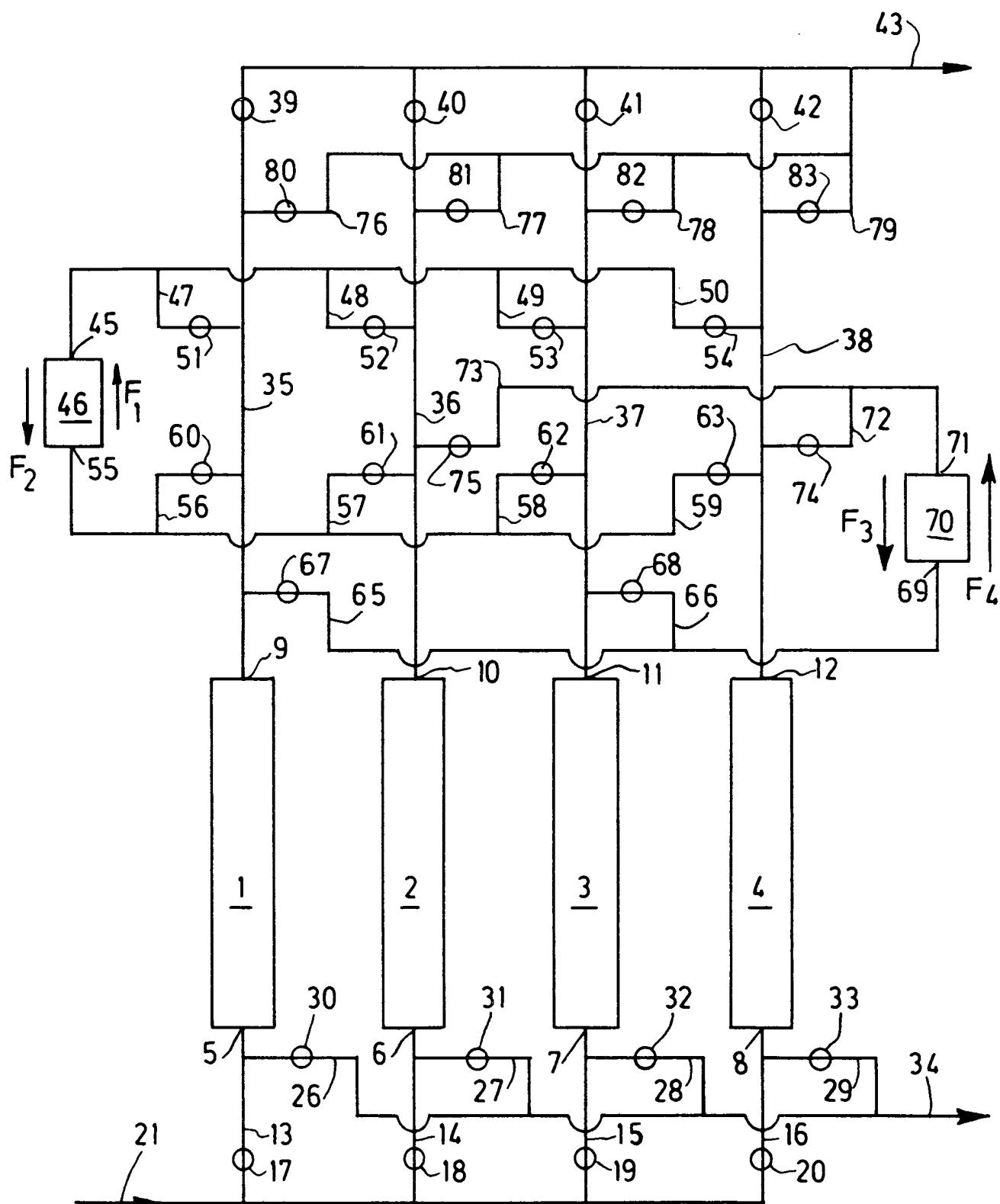
BRUXELLES, le 10 NOV. 1983

P. Pon L'Air Liquide Société  
Anonyme pour l'étude et l'  
Exploitation des Procédés  
George Claude

P. Pon BUREAU VANDEN HAEGHEN



L'Air Liquide, Société Anonyme pour l'Etude et l'Exploitation des Procédés Georges Claude



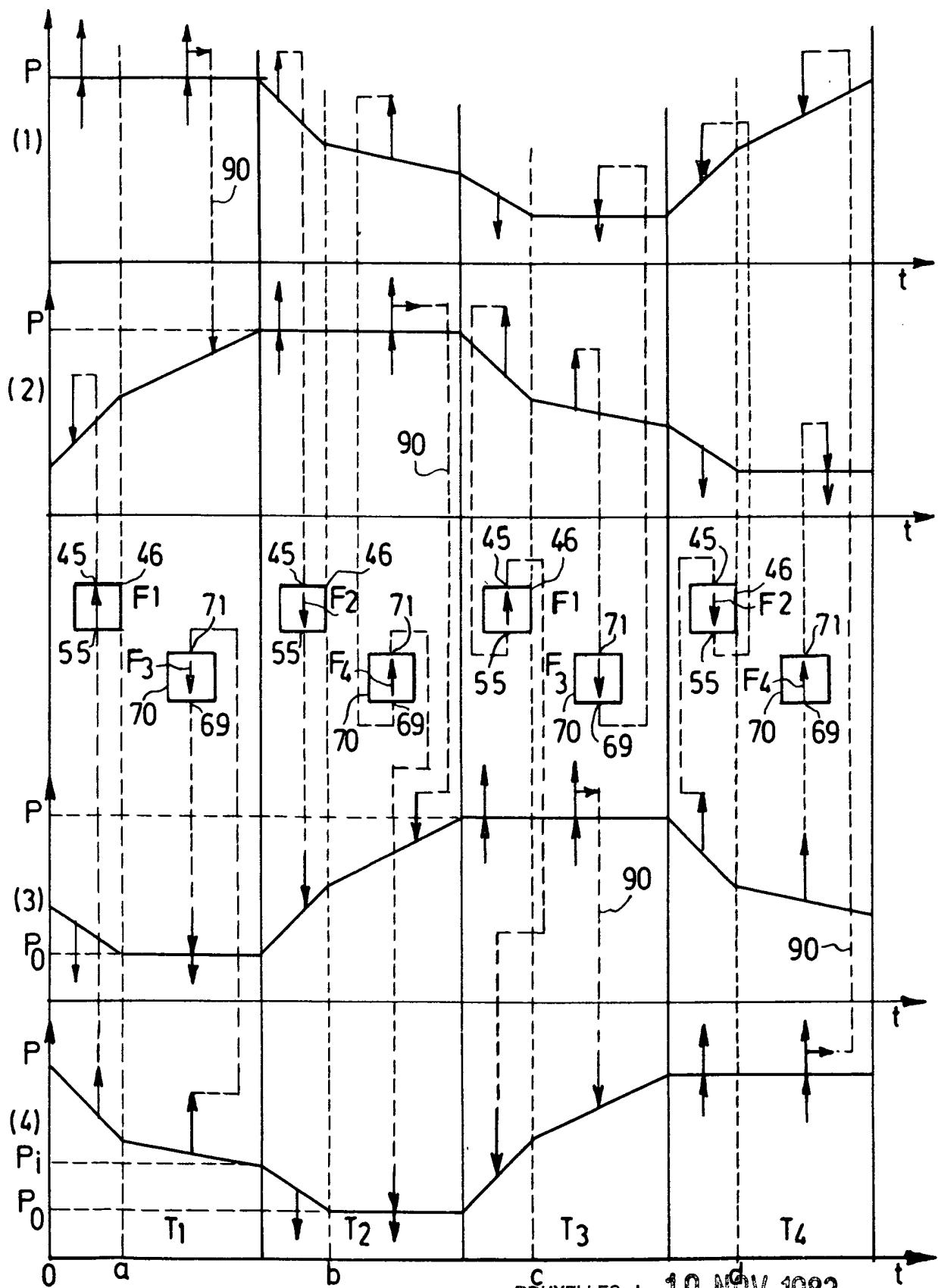
**FIG.1**

BRUXELLES, le 10 NOV. 1983

P. Pon à l'Usine Liquide Société  
Snowmire pour l'étude et  
l'exploitation des procédés  
Georges Blaude  
P. Pon BUREAU VANDER MECHEN

P. Pon BUREAU VANDER MECHEN

S'Air Liquide, Société Anonyme pour l'étude  
et l'exploitation des Procédés Georges Blaauw



BRUXELLES, le 10 NOV. 1983.

FIG. 2  
E. Pon S'Air Liquide Société  
Anonyme pour l'étude et l'  
exploitation des Procédés  
Georges Blaauw  
E. Pon G. VANDEN HAEGHEN

S. A. R. Liquide, Société Anonyme pour l'Etude  
et l'Exploitation des Procédés Georges Claude

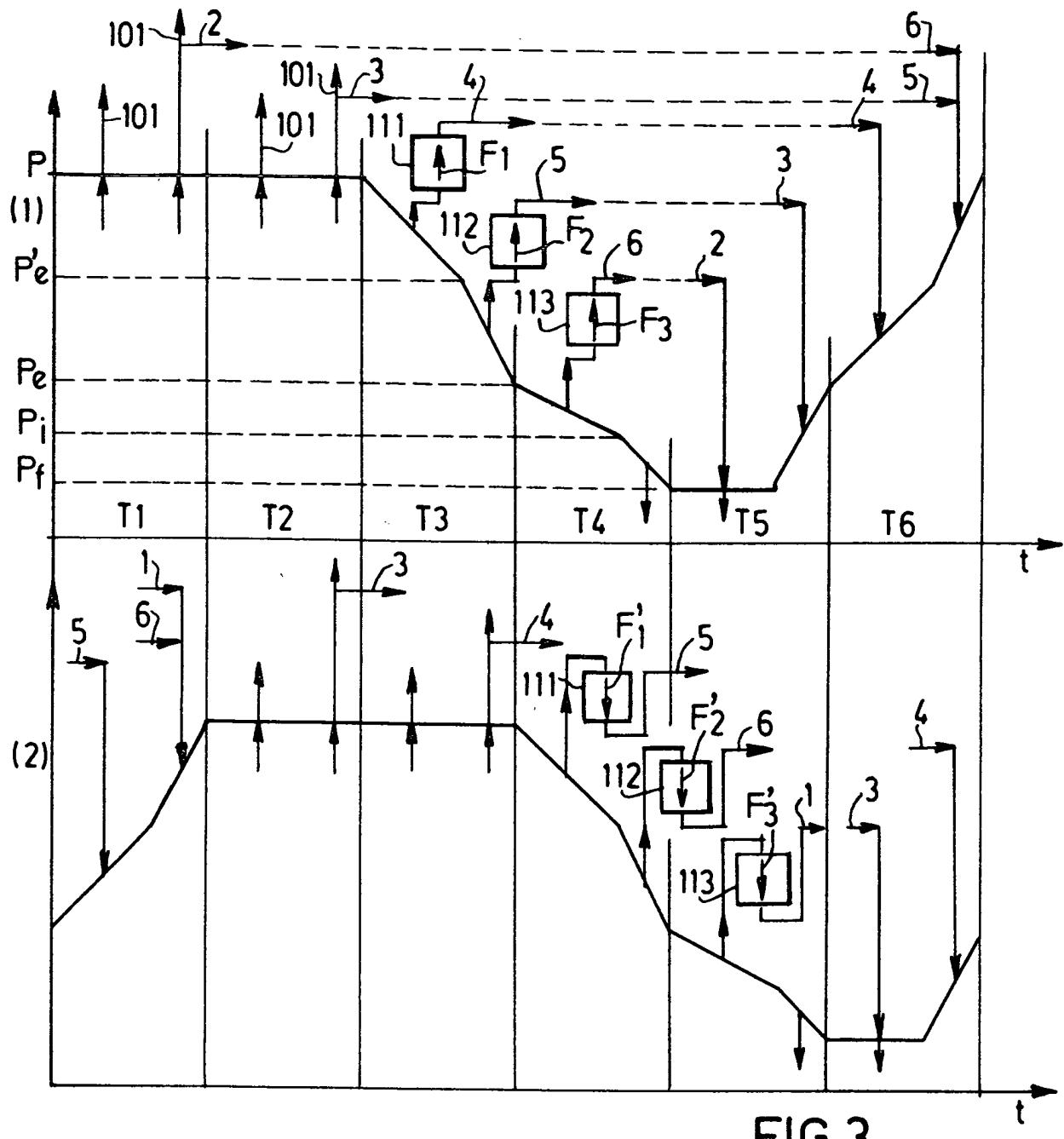


FIG.3

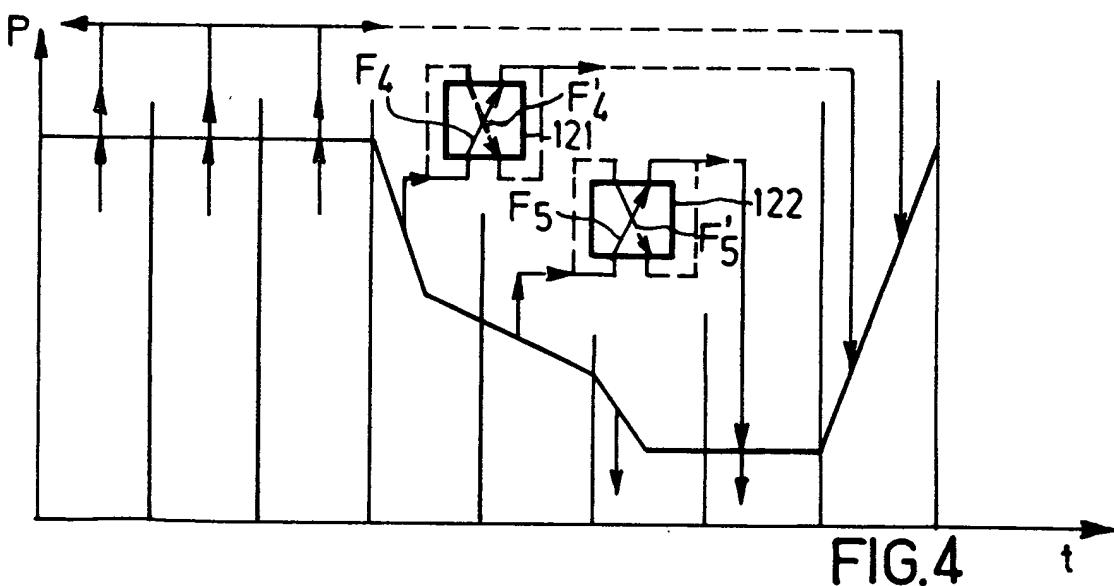


FIG.4

S. S. Sir Liquide, Société Anonyme pour l'Etude  
et l'Exploitation des Procédés Georges Blaude

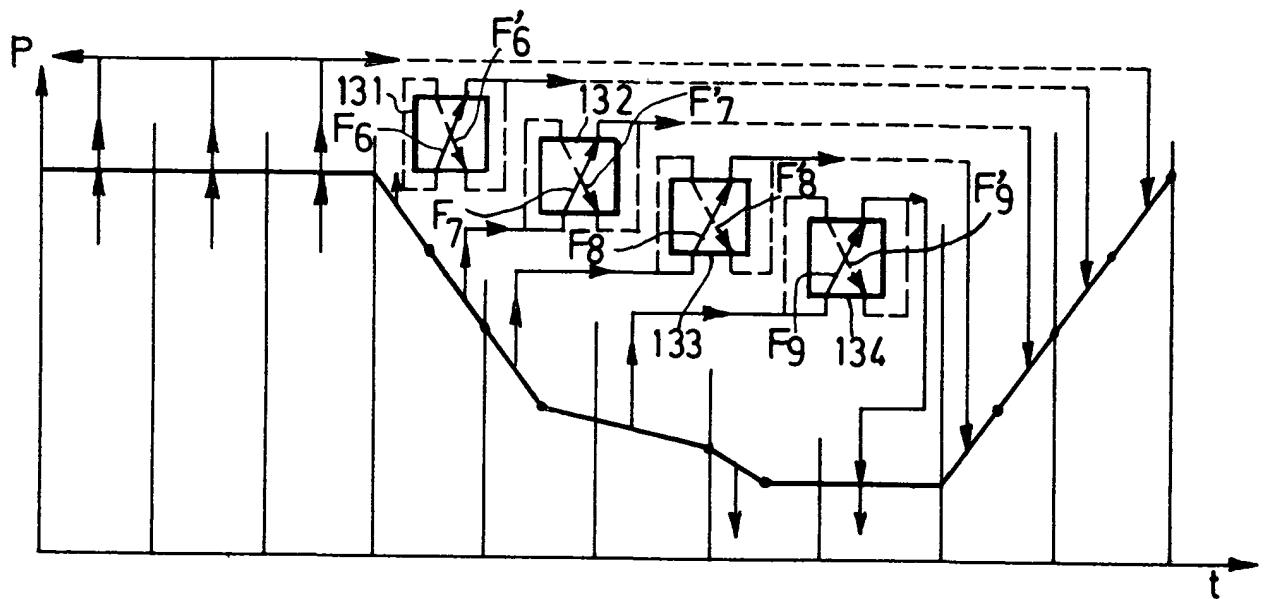
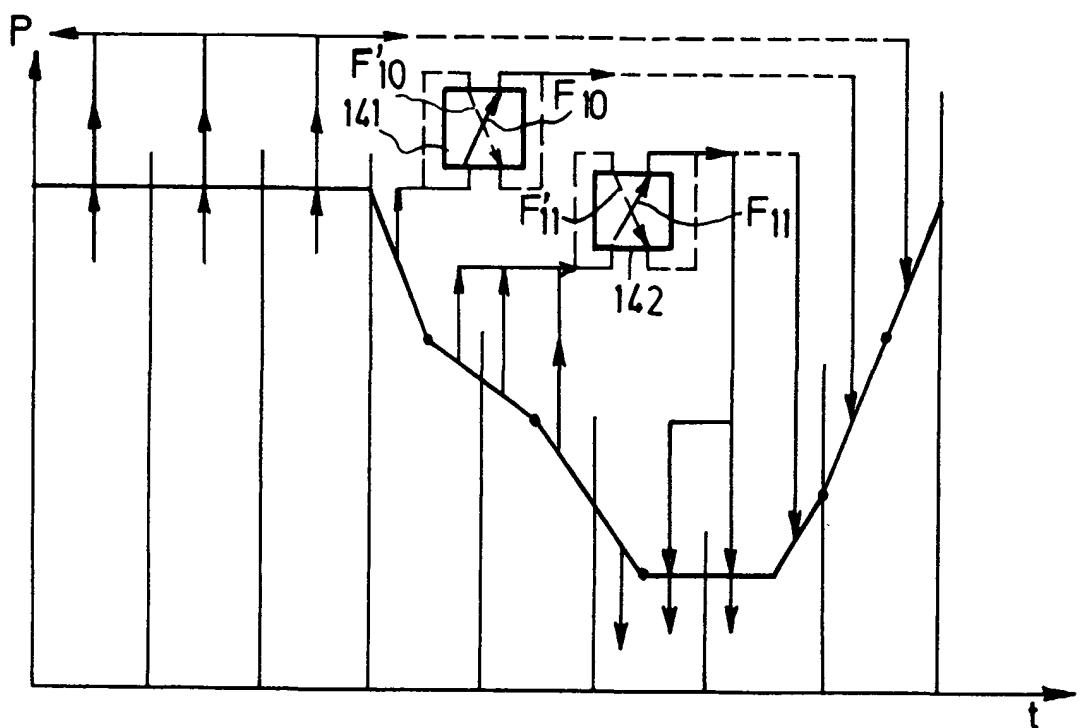


FIG. 5



BRUXELLES, le 10 NOV. 1993

P. Pon S. S. Sir Liquide, Société  
Anonyme pour l'Etude et  
l'Exploitation des Procédés  
Georges Blaude

P. Pon BUREAU VANDER HAEGHEN

FIG. 6

J. De Liquide, Société Anonyme pour l'Exploitation des Procédés Geengen-Baumé et l'Exploitation des Procédés Geengen-Baumé

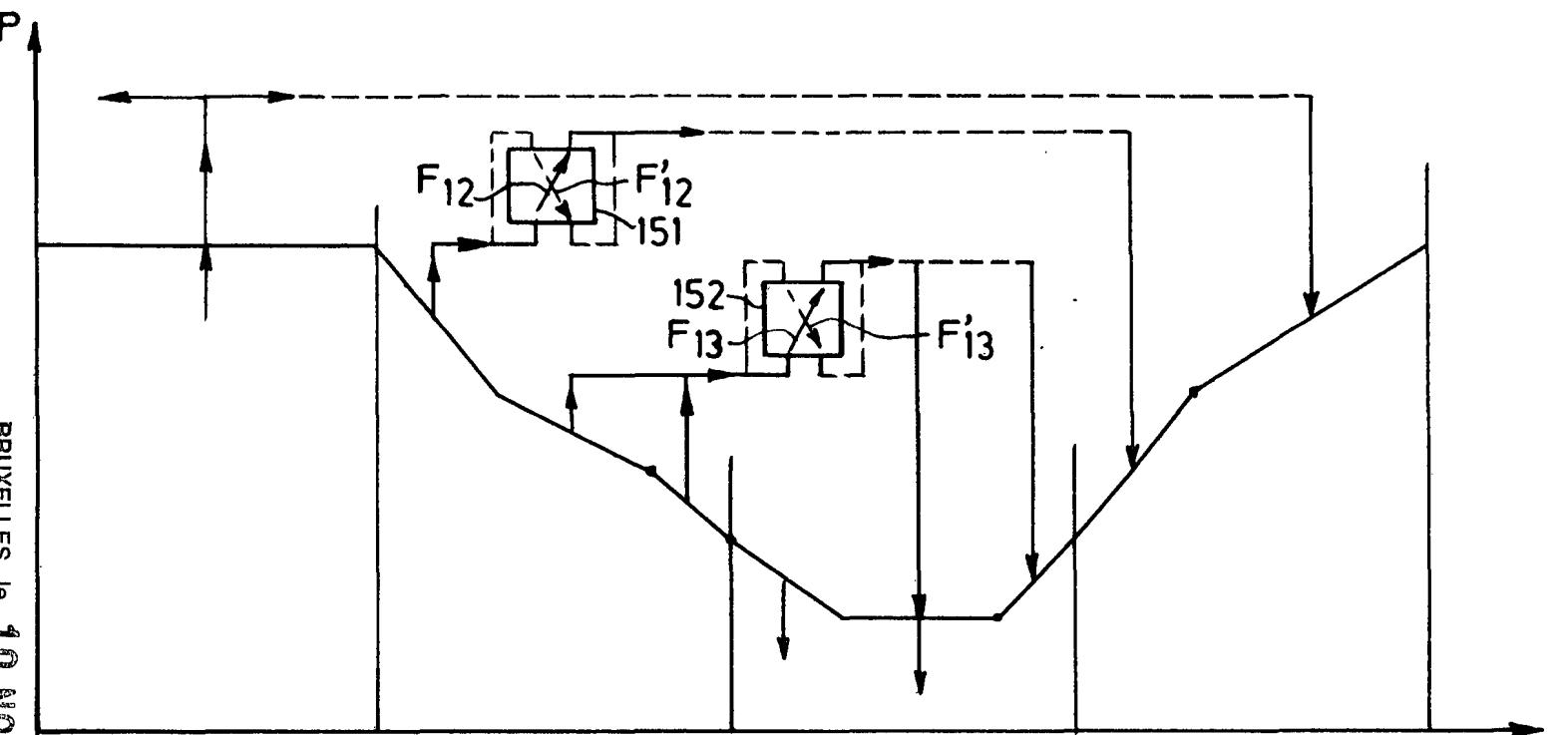


FIG. 7

BRUXELLES, le 10 NOV. 1983  
P. Pon J. De Liquide, Société  
Anonyme pour l'Exploitation des Procédés Geengen-Baumé et  
l'Exploitation des Procédés Geengen-Baumé  
P. De VUYN VANDER HAEGHE, Geengen-Baumé