



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) EP 0 699 884 A1

(12) DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
06.03.1996 Bulletin 1996/10

(51) Int Cl.®: F25J 3/04

(21) Numéro de dépôt: 95401905.5

(22) Date de dépôt: 17.08.1995

(84) Etats contractants désignés:
BE DE ES FR GB IT NL PT SE

(30) Priorité: 29.08.1994 FR 9410364

(71) Demandeur: L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDES GEORGES CLAUDE F-75321 Paris Cédex 07 (FR)

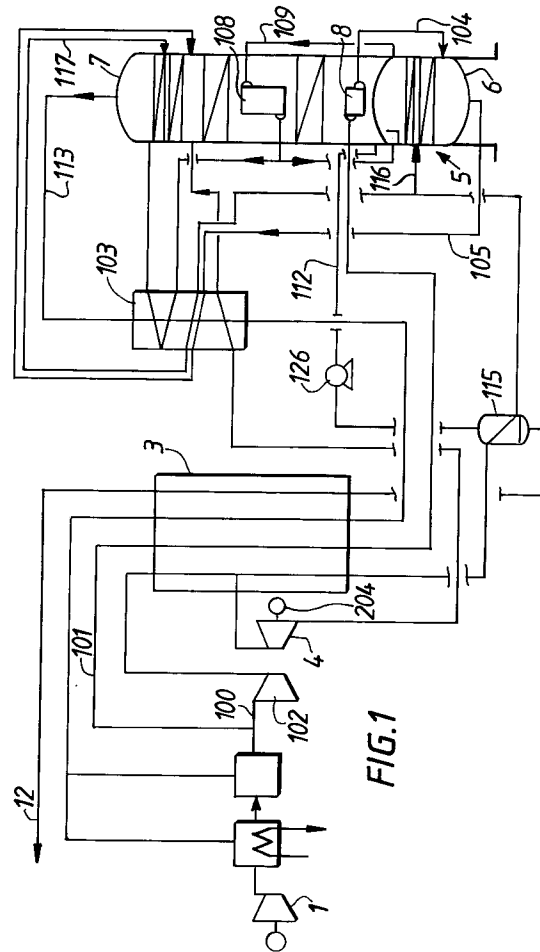
(72) Inventeur: Koeberle, Yves F-94170 Le Perreux sur Marne (FR)

(74) Mandataire: Mercey, Fiona Susan L'Air Liquide, Service Brevets et Marques, 75, quai d'Orsay F-75321 Paris Cédex 07 (FR)

(54) Procédé et installation de production d'oxygène par distillation cryogénique

(57) Dans une installation de production d'oxygène à partir d'un mélange gazeux avec une double colonne de distillation (5), on condense partiellement ou en totalité le mélange gazeux dans un condenseur (8) principal par vaporisation d'oxygène liquide de la cuve de colonne basse pression et on soutire sous forme liquide la totalité de l'oxygène gazeux de production que l'on comprime à sa pression d'utilisation.

Le condenseur est, de préférence, un échangeur de chaleur à ruissellement liquide dans lequel les fluides circulent à contre-courant.



EP 0 699 884 A1

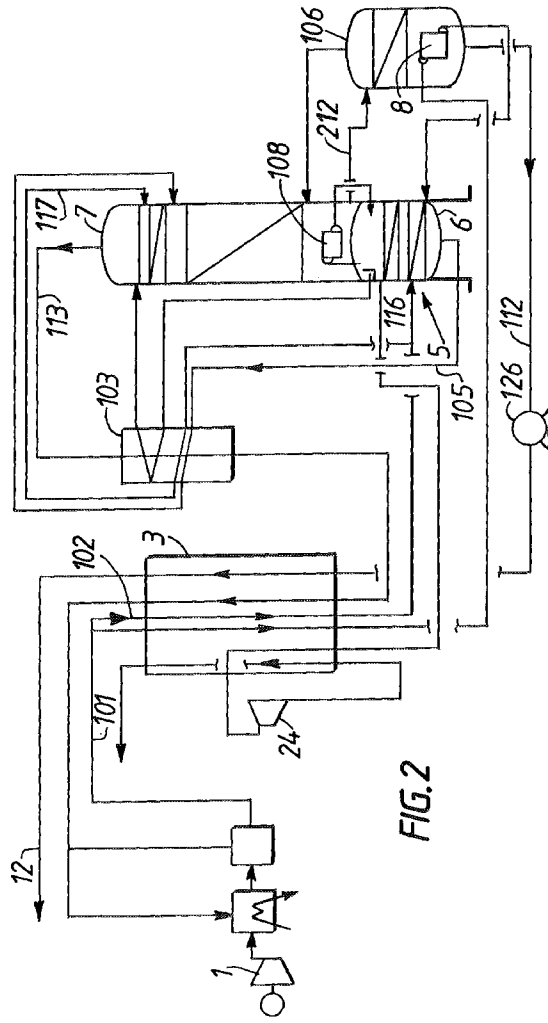


FIG. 2

Description

La présente invention est relative à un procédé et une installation pour la production de l'oxygène par distillation d'air et, en particulier, pour la production d'oxygène impur, par exemple avec une pureté de moins de 95%.

Il concerne les procédés de production d'oxygène par distillation d'air dans une double colonne comprenant une colonne moyenne pression et une colonne basse pression, lesquelles colonnes sont en relation d'échange thermique au moyen de deux vaporisateurs/condenseurs, un vaporisateur principal vaporisant l'oxygène de cuve de colonne basse pression par condensation d'une fraction d'air d'alimentation avant son introduction dans la double colonne, et un vaporisateur intermédiaire condensant l'azote de tête de la colonne moyenne pression par vaporisation d'un liquide issu d'un niveau intermédiaire de la colonne basse pression.

Des procédés décrits dans l'art antérieur (US-A-3.113.854 ; US-A- 3.210.951 ; JP 61-105.581) présentent l'avantage, par rapport à une double colonne classique à un seul vaporisateur, de réduire la pression de l'air envoyé en colonne moyenne pression et donc de réduire l'énergie de compression de l'air envoyé dans les colonnes.

Les moyens utilisés consistent à condenser totalement (US-A- 3.210.951) une première fraction d'air d'alimentation à la pression de la colonne moyenne pression, en vaporisant tout l'oxygène de la cuve de la colonne basse pression, production incluse, l'air liquide ainsi produit étant envoyé dans la double colonne, et à alimenter la colonne moyenne pression par une deuxième fraction de l'air d'alimentation répartie au voisinage de son point de rosée.

Un autre moyen utilisé (US-A-3.113.854) consiste à vaporiser tout l'oxygène de cuve de colonne basse pression par la totalité de l'air d'alimentation, lequel est condensé partiellement et envoyé en colonne moyenne pression. L'avantage de cette solution par rapport à la précédente est de réduire la température moyenne de condensation de l'air et donc sa pression d'oxygène, d'où un gain sur l'énergie de compression par rapport au procédé précédent. En condensant environ 37 % de la première fraction de l'air, on arrive à réduire la pression de la colonne moyenne pression à 65 psia ($4,5 \times 10^5$ Pa). Les frigories dont le système a besoin sont fournies par une turbine d'azote.

Un autre moyen proposé (JP-A-61-259.077) constitue encore un gain sur l'énergie de compression de l'air par rapport au procédé précédent dans la mesure où le vaporisateur principal ne vaporise que l'oxygène de rebouillage de la colonne basse pression, la production étant soutirée sous forme liquide. Malheureusement, tout l'air d'alimentation n'est pas envoyé dans le vaporisateur principal. Une partie de cet air est envoyée en cuve de la colonne moyenne pression au travers une vanne de détente, ce qui prouve que l'air est comprimé à une

pression supérieure à celle de la colonne moyenne pression. Dans ces conditions, la fraction d'air envoyée dans le vaporisateur principal est moins condensée, qu'elle ne le serait si tout l'oxygène était vaporisé mais plus condensée qu'elle ne le serait si tout l'air d'alimentation était utilisé.

US-A-4.582.518 décrit un procédé basse énergie de production d'azote à haute pureté et d'oxygène impur basé sur le même principe, de condenser partiellement l'air moyenne pression en cuve d'une colonne basse pression fonctionnant autour de 4 bars, mais d'utiliser l'oxygène impur (20 % N_2) produit en cuve de la colonne basse pression pour augmenter le reflux de tête de cette colonne par vaporisation sous basse pression dans un condenseur de tête de la colonne basse pression.

L'objet de la présente invention est de réduire la dépense d'énergie d'un procédé de production d'oxygène sous pression par rapport à celle des procédés connus.

Selon l'invention, dans un procédé de production d'oxygène par distillation cryogénique d'un mélange d'alimentation contenant de l'oxygène et de l'azote dans une double colonne comprenant une colonne moyenne pression et une colonne basse pression, dans lequel on envoie une partie du mélange à la colonne basse pression on condense partiellement au moins une fraction du mélange d'alimentation dans un condenseur par vaporisation d'oxygène liquide de la cuve de la colonne basse pression, et on envoie ledit mélange partiellement condensé dans la double colonne et on soutire de l'oxygène de la colonne basse pression.

Il est souhaitable de faire fonctionner la colonne basse pression au voisinage de la pression atmosphérique.

De préférence, on condense moins de 30 % du mélange d'alimentation avant de l'envoyer à la colonne moyenne pression ou encore, mieux, moins de 25 % de ce mélange.

Il peut être avantageux de condenser partiellement dans le condenseur soit tout le mélange destiné à la colonne moyenne pression, soit la totalité du mélange.

L'invention a également pour objet une installation de production d'oxygène par distillation cryogénique d'un mélange d'alimentation contenant de l'oxygène et de l'azote comprenant une double colonne avec une colonne moyenne pression et une colonne basse pression, des moyens d'envoi d'une première fraction du mélange à un vaporisateur/condenseur capable de condenser partiellement au moins une partie du mélange par échange de chaleur avec de l'oxygène liquide de la cuve de la colonne basse pression, des moyens pour soutirer de l'oxygène tout l'oxygène destiné à constituer la production de la cuve de la colonne basse pression, ladite fraction du mélange à la double colonne.

La colonne basse pression peut fonctionner au voisinage de la pression atmosphérique.

L'invention a également pour objet un échangeur de chaleur à ruissellement de liquide pour vaporiser un liquide par échange de chaleur avec un gaz qui se condense au moins partiellement caractérisé en ce qu'il

comprend des moyens pour faire circuler le liquide à vaporiser à contre-courant du gaz à condenser dans des passages d'échange de chaleur.

Quatre exemples de mise en oeuvre de l'invention vont maintenant être décrits en regard des dessins annexés, sur lesquels les figures 1, 2, 3 et 4 représentent schématiquement quatre modes de réalisation de l'installation de distillation d'air conforme à l'invention.

Considérant la figure 1, un procédé utilise une double colonne 5, dont la colonne moyenne pression 6 n'est qu'à $3,3 \times 10^5$ Pa et la colonne basse pression 7, à $1,3 \times 10^5$ Pa.

L'air à traiter est comprimé à $3,5 \times 10^5$ Pa par un compresseur d'air 1. Après être refroidi à température ambiante et épuré, l'air est divisé en deux portions 100, 101.

La première fraction (62 %) de l'air d'alimentation 101 traverse tout l'échangeur principal 3 avant d'être introduite dans un premier vaporiseur/condenseur 8 constituant le vaporiseur principal de la double colonne 5. Ce premier vaporiseur/condenseur sert à condenser partiellement la deuxième portion de l'air d'alimentation par échange de chaleur avec l'oxygène impur, contenu en cuve de la colonne basse pression 7. Généralement, on ne condense qu'environ 18 % de la première fraction. L'air partiellement condensé passe par la conduite 104 à la partie inférieure de la colonne moyenne pression 6 pour y être distillé.

La deuxième portion 100 (38 %) de l'air comprimé est envoyé à un surpresseur 102 et ensuite à l'échangeur principal 3 avant d'être divisée en deux débits. Un débit constituant 10 % de l'air comprimé est refroidi partiellement et envoyé à une turbine 4 (avec un frein 204) qui le détend à la pression de la colonne basse pression 7.

Le deuxième débit (28 %) de l'air comprimé poursuit son refroidissement dans l'échangeur 3 avant de se condenser totalement dans un vaporiseur/condenseur auxiliaire 115 à l'extérieur de la colonne 5 par échange de chaleur à contre-courant avec de l'oxygène liquide soutiré de la cuve de la colonne basse pression 7. L'oxygène liquide est pressurisé par hauteur hydrostatique.

Néanmoins, dans l'exemple illustré, il pourrait être pressurisé par une pompe 126 (illustrée en lignes mixtes) selon les besoins du client. L'air condensé est envoyé dans les colonnes moyenne et basse pression 6, 7, par les conduites 116, 117, respectivement.

L'air se sépare dans la colonne moyenne pression 6 pour produire en cuve une fraction de liquide riche en oxygène et en tête un gaz enrichi en azote. Le liquide riche est envoyé à la colonne basse pression 7 par la conduite 105, après sous-refroidissement dans l'échangeur 103. Ce liquide riche est injecté au niveau du point d'introduction de l'air d'insufflation, le gaz de tête est soutiré par la conduite 109 et envoyé à un deuxième vaporiseur/condenseur 108 où il se condense, le liquide condensé étant renvoyé partiellement à la partie supérieure de la colonne moyenne pression 5, par la conduite 106,

pour servir de reflux. L'autre partie du liquide condensé est sous-refroidie dans l'échangeur 103 avant d'être injectée en tête de la colonne basse pression 7 pour servir de reflux.

Le deuxième vaporiseur/condenseur 108 parvient à condenser le gaz de tête enrichi en azote, car le liquide qu'il vaporise ne contient que 80 % d'oxygène.

Dans un appareil selon l'invention, tel qu'illustré à la figure 1, on réduit la pression de la colonne moyenne pression, en soutirant l'oxygène de production sous forme liquide, ce qui a pour effet de condenser encore plus partiellement une première partie de l'air destiné à la colonne moyenne pression 6 dans le vaporiseur de cuve de la colonne basse pression 7, l'oxygène produit sous forme liquide est vaporisé à la pression d'utilisation en condensant totalement une deuxième partie de l'air à l'extérieur de la colonne 5. L'oxygène a une pureté maximale de 95%.

On constate que dans les appareils des figures 1 et de US-A-3.113.854, la quantité totale d'air condensé envoyée à la colonne moyenne pression est sensiblement la même, car dans la figure 1, le pourcentage d'air condensé est d'environ 38 % (= 28 % + 18 % de 62 %), la quantité d'air condensé envoyée à la colonne basse pression 7 par la conduite 117 étant plus faible.

Le système de la figure 1 permet de réduire encore la pression de la colonne moyenne pression 6 et donc celle du refoulement du compresseur 1. Comme la quantité d'oxygène liquide à vaporiser en cuve de la colonne basse pression est réduite par le soutirage d'oxygène liquide vers le vaporiseur auxiliaire 115, la condensation de l'air dans le vaporiseur 8 est réduite et peut donc s'effectuer à une température plus basse, et donc à une pression plus basse. La pression de refoulement du compresseur 1 descend donc à $3,5 \times 10^5$ Pa selon la variante de la figure 1, moyennant l'investissement du vaporiseur auxiliaire. Cette pression est donc de $1,1 \times 10^5$ Pa plus basse que celle du compresseur de US-A-3.113.854.

De plus, l'air sort du compresseur 1 à une température moins élevée et ainsi on peut réduire la taille du système de refroidissement.

Le procédé de la présente invention permet de produire de l'oxygène avec une consommation spécifique très basse comprise entre 0,25 et 0,30 kW/Nm³ d'oxygène pur, consommation qui est fonction de la pureté de l'oxygène et de la taille de l'unité de séparation d'air. L'exemple de la figure 1 conduit à une énergie de 0,26 kW/Nm³.

Le vaporiseur 8 est préférentiellement du type général décrit dans EP-A-130,122 mais peut éventuellement être remplacé par un vaporiseur à bain.

De préférence, la vaporiseur 8 est un vaporiseur à ruissellement liquide dans lequel le liquide à vaporiser (l'oxygène impur) et le gaz à condenser partiellement (l'air) circulent en sens opposés, c'est à dire à contre-courant. Ce type de vaporiseur est préférable aux vaporiseurs à co-courant tels que ceux illustrés en

EP-A-130,122 pour cette application particulière parce que les deux fluides qui échangent de la chaleur (l'air et l'oxygène) sont impurs et ne se vaporisent pas à une seule température. L'usage d'un échangeur à contre-courant permet dans ce cas de réduire les irréversibilités.

Dans une variante de l'appareil selon l'invention, illustrée à la figure 2, la première partie de l'air se condense partiellement dans un condenseur de cuve d'une colonne auxiliaire 206, à la pression de la colonne basse pression 7, avant d'être envoyée à la colonne moyenne pression 6. La colonne auxiliaire 206 est alimentée par de l'oxygène liquide impur provenant de la cuve de la colonne basse pression 7.

Cette variante permet de modifier une double colonne déjà en usage pour mettre l'invention en oeuvre.

Dans cette variante, la deuxième partie de l'air surpressé 102 se condense, non pas dans un vaporiseur indépendant, comme celui de la figure 1, mais dans l'échangeur principal 3 par échange de chaleur avec l'oxygène liquide pompé par la pompe 126. L'air ainsi condensé est envoyé aux colonnes 6, 7 par les conduites 116, 117, respectivement. Ainsi, tout l'air destiné à la distillation est soit partiellement condensé dans le condenseur 8, soit totalement condensé.

Les frigories dont l'appareil a besoin sont fournies par une turbine de détente 24 d'azote moyenne pression et la turbine d'insufflation de la figure 1 est supprimée.

Dans une variante de l'appareil selon l'invention, illustrée à la figure 3, la totalité de l'air se condense partiellement dans le vaporiseur principal de la colonne auxiliaire 206, avant d'être envoyée à la colonne moyenne pression 6.

Dans cette variante, l'oxygène liquide extrait de la colonne auxiliaire est vaporisé dans la ligne d'échange en condensant de l'azote gazeux extrait en tête de colonne moyenne pression réchauffé et comprimé à la pression de vaporisation de l'oxygène. Cet azote liquide obtenu par condensation est renvoyé en tête de colonne moyenne pression.

Dans une autre variante de l'invention, illustrée à la figure 4, la tenue en froid de l'installation est obtenue par détente d'une partie de l'air d'alimentation dans une turbine, couplée au compresseur de cycle 102, l'air détendu étant envoyé en insufflation dans la colonne basse pression.

Revendications

1. Procédé de production d'oxygène par distillation cryogénique d'un mélange d'alimentation contenant de l'oxygène et de l'azote dans une double colonne (5) comprenant une colonne moyenne pression (6) et une colonne basse pression (7), dans lequel on envoie une partie du mélange à la colonne basse pression (7) on condense partiellement au moins une fraction du mélange d'alimentation dans un con-

denseur (8) par vaporisation d'oxygène liquide de la cuve de la colonne basse pression (7), on envoie ledit mélange partiellement condensé dans la double colonne (5) et on soutire de l'oxygène de la colonne basse pression (7).

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la colonne basse pression fonctionne au voisinage de la pression atmosphérique.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que l'on condense moins de 30 % de ladite fraction du mélange envoyé dans le condenseur (8).

4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'on condense moins de 25 % de ladite fraction du mélange envoyée dans le condenseur (8).

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'oxygène de production est vaporisé dans un vaporiseur auxiliaire (115 ; 3) extérieur à la double colonne (5).

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que le vaporiseur auxiliaire est intégré à l'échangeur (3)

7. Procédé selon l'une des revendications 5 ou 6, caractérisé en ce que de l'oxygène de production est soutiré sous forme liquide et vaporisé (115 ; 3) par condensation totale d'une deuxième fraction du mélange d'alimentation, porté à la pression de condensation par vaporisation d'oxygène.

8. Procédé selon l'une des revendications 5 ou 6, caractérisé en ce que de l'oxygène de production est vaporisé par condensation totale d'un mélange enrichi en azote recyclé, porté à sa pression de condensation puis introduit dans la double colonne (5).

9. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel tout le mélange d'alimentation destiné à la colonne moyenne pression se condense partiellement dans le condenseur (8).

10. Procédé selon la revendication 9, dans lequel tout le mélange d'alimentation se condense partiellement dans le condenseur (8).

11. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la totalité de l'oxygène destiné à former la production gazeuse est soutiré sous forme liquide de la cuve de la colonne basse pression et amenée à sa pression d'utilisation.

12. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel le condenseur (8) dans lequel se

condense partiellement au moins une fraction du mélange d'alimentation est un échangeur de chaleur à ruissellement d'oxygène liquide.

13. Procédé selon la revendication 12, dans lequel l'oxygène liquide de la cuve de la colonne basse pression circule dans l'échangeur (8) à contre-courant au mélange d'alimentation. 5
14. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la pureté maximale de l'oxygène produit est 95%. 10
15. Installation de production d'oxygène par distillation cryogénique d'un mélange d'alimentation contenant de l'oxygène et de l'azote comprenant une double colonne (5) avec une colonne moyenne pression (6) et une colonne basse pression (7), des moyens d'envoi d'une première fraction du mélange à un condenseur (8) capable de condenser partiellement au moins une partie du mélange par échange de chaleur avec de l'oxygène liquide de la cuve de la colonne basse pression (7), des moyens pour soutirer de l'oxygène destiné à constituer la production de la cuve de la colonne basse pression, ladite fraction du mélange à la double colonne (5). 15
16. Installation selon la revendication 15, dans laquelle la colonne basse pression (7) fonctionne au voisinage de la pression atmosphérique. 20
17. Installation selon l'une des revendications 15 et 16, caractérisée en ce qu'elle comprend un vaporiseur/condenseur auxiliaire (115 ; 3) extérieur à la double colonne, capable de vaporiser de l'oxygène soutiré sous forme liquide. 25
18. Installation selon la revendication 17, caractérisée en ce que le vaporiseur auxiliaire (115 ; 3) est capable de condenser soit une deuxième fraction du mélange d'alimentation, soit un débit d'un mélange enrichi en azote, la deuxième fraction ou le débit du mélange enrichi en azote étant porté à sa pression de condensation par vaporisation d'oxygène. 30
19. Installation selon l'une des revendications 15 à 18, caractérisée en ce que le condenseur (8) est situé dans une colonne auxiliaire (206). 35
20. Installation selon l'une des revendications 15 à 19, caractérisée en ce qu'elle comprend un compresseur à deux étages (1). 40
21. Installation selon l'une des revendications précédentes comprenant des moyens pour soutirer sous forme liquide tout l'oxygène, destiné à constituer la production gazeuse, de la cuve de la colonne basse pression (7). 45
22. Installation selon l'une des revendications précédentes dans laquelle le condenseur (8) est un échangeur de chaleur à ruissellement d'oxygène liquide. 50
23. Installation selon la revendication 22, dans laquelle l'échangeur permet une échange de la chaleur entre le mélange d'alimentation et l'oxygène liquide et comprend des moyens pour faire circuler le liquide à contre-courant du gaz. 55
24. Echangeur de chaleur à ruissellement de liquide pour vaporiser un liquide par échange de chaleur avec un gaz qui se condense au moins partiellement caractérisé en ce qu'il comprend des moyens pour faire circuler le liquide à vaporiser à contre-courant du gaz à condenser dans des passages d'échange de chaleur.
25. Echangeur de chaleur selon la revendication 24, dans lequel le liquide et le gaz sont impurs.
26. Echangeur de chaleur selon la revendication 25, dans lequel le liquide est l'oxygène impur ayant une pureté maximale de 95% et le gaz est l'air.
27. Installation de séparation d'air par distillation du type comprenant un première colonne de distillation (6) fonctionnant sous une pression relativement élevée et une deuxième colonne de distillation (7) fonctionnant sous une pression relativement faible et un échangeur de chaleur (8) permettant de mettre en relation d'échange thermique l'oxygène liquide de cuve de la deuxième colonne et au moins une partie de l'air à distiller caractérisée en ce que l'échangeur de chaleur est tel que défini dans l'une des revendications 24, 25 ou 26 et en ce que l'installation comprend des moyens d'alimentation en oxygène et en air des passages de l'échangeur.

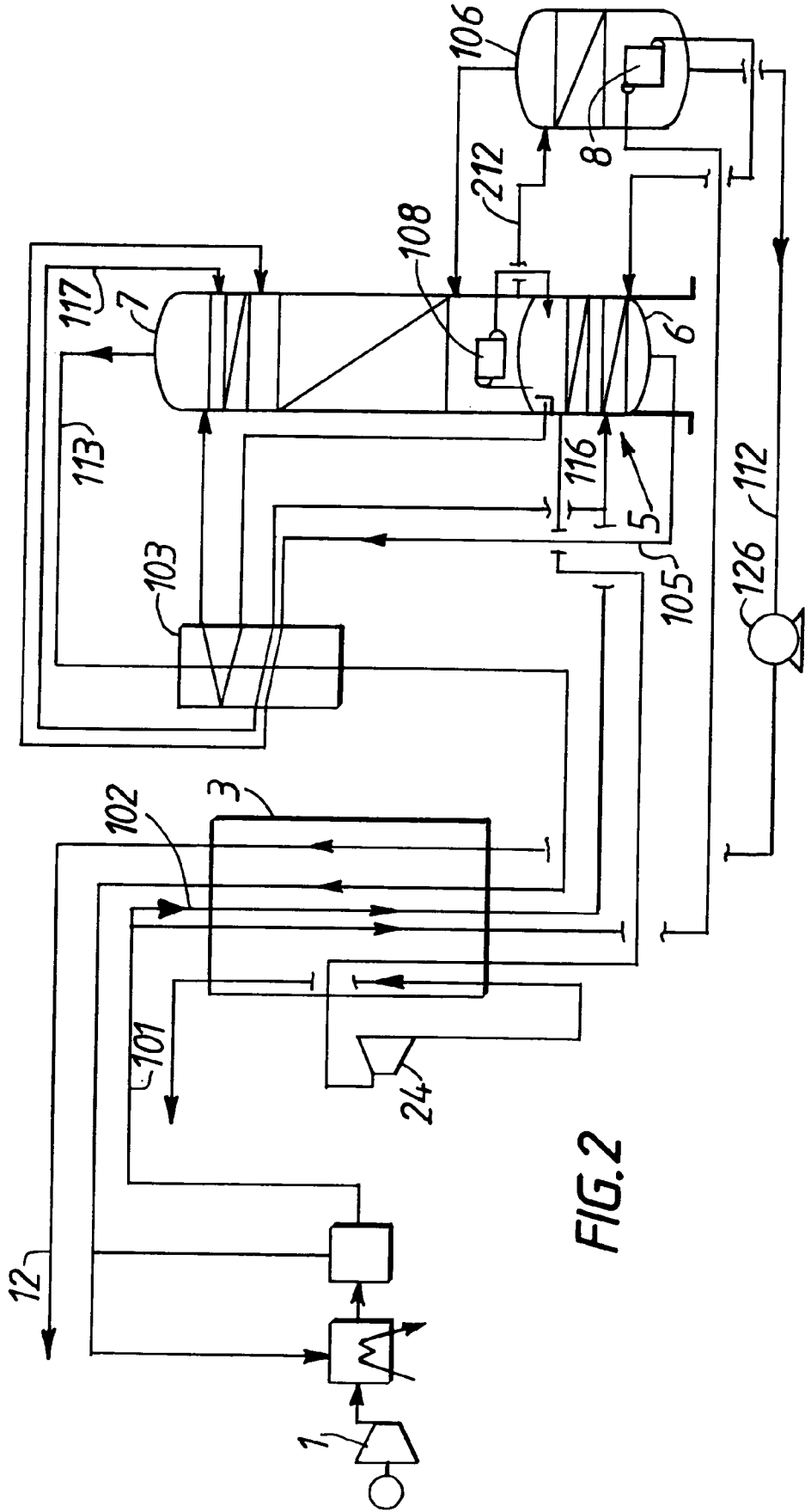


FIG. 2

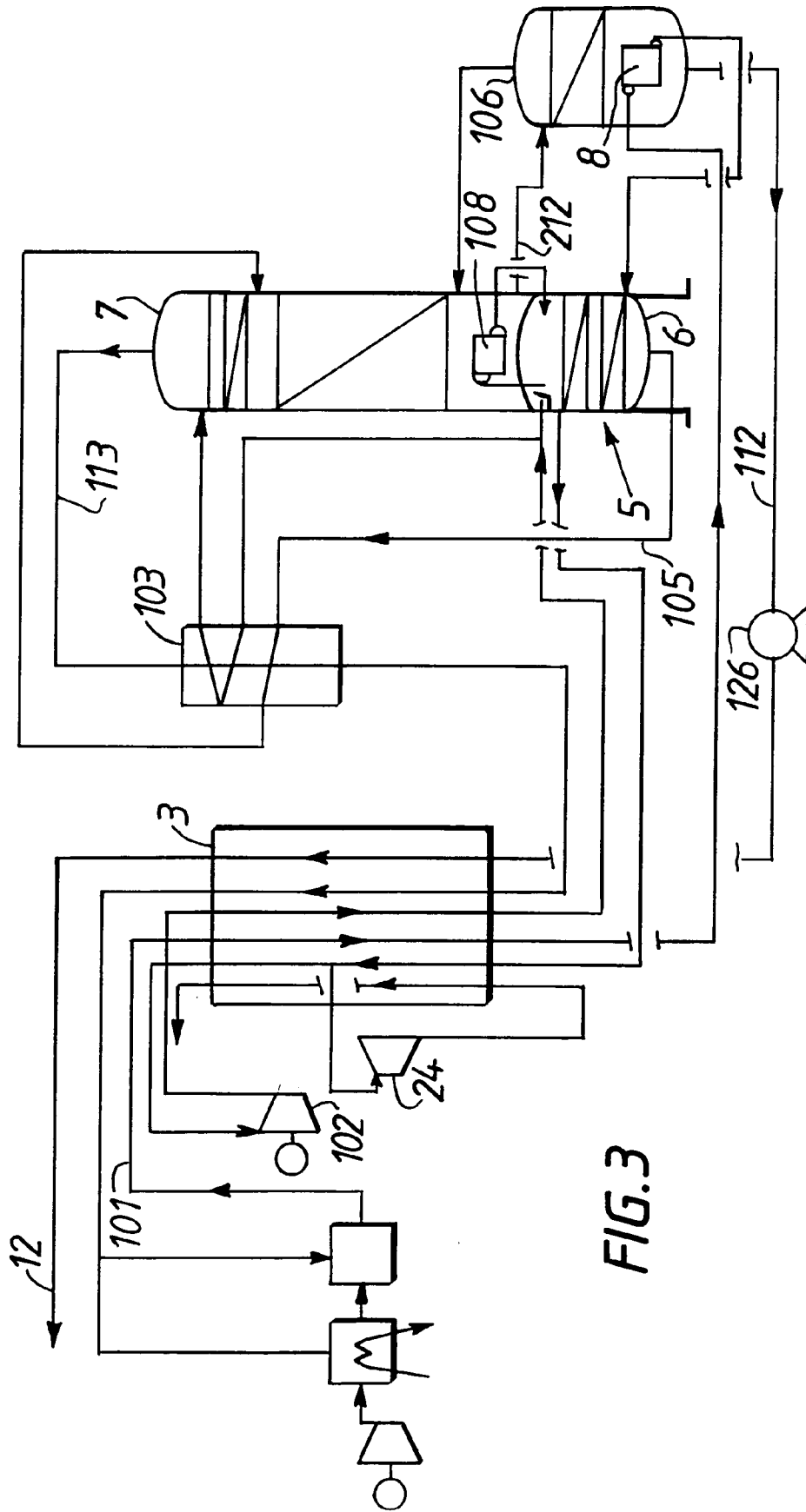


FIG. 3

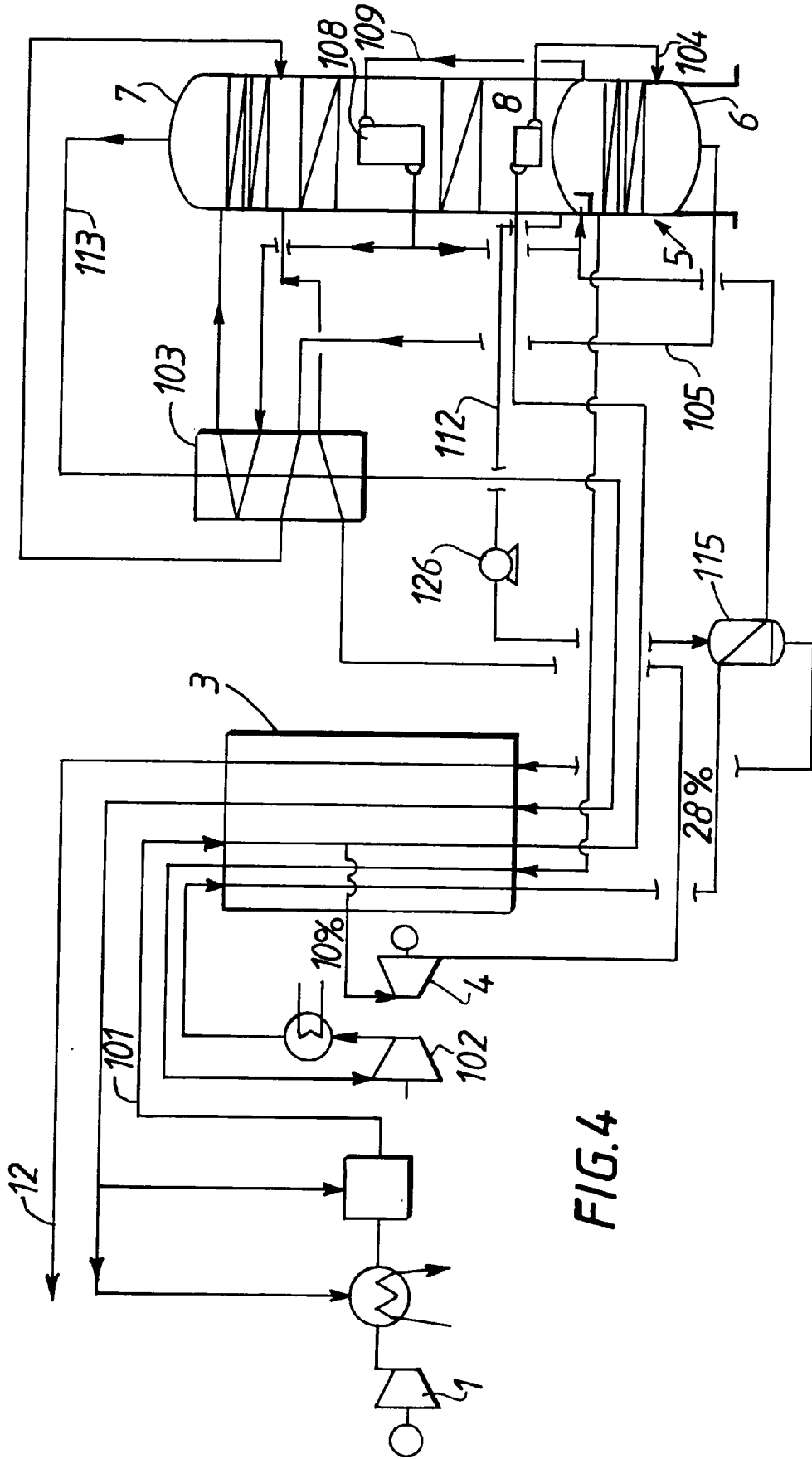


FIG. 4



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 95 40 1905

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
X	EP-A-0 584 419 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS) * résumé * * colonne 2, ligne 45 - colonne 3, ligne 57 * * colonne 6, ligne 22 - colonne 7, ligne 48 * * figure 1 * ---	1,5,7, 11,15, 17,18,21	F25J3/04
X	EP-A-0 556 516 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS) * résumé * * page 5, ligne 52 - page 6, ligne 57 * * page 9, ligne 9 - ligne 45 * * figure 14 * ---	1,8,10, 11,14, 15,17, 18,21	
X	US-A-4 702 757 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS) * résumé * * figure * * colonne 2, ligne 8 - colonne 4, ligne 66 * ---	1,2,5,7, 11,14, 15,17, 18,21	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6) F25J
A,D	EP-A-0 130 122 (L'AIR LIQUIDE) * résumé * * page 1, alinéa 1 * * page 1, alinéa 6 - page 2, alinéa 1 * * page 3, ligne 13 - page 4, ligne 20 * * page 5, alinéa 2 - page 6, alinéa 4 * * figures 1,6 * -----	1,12,22	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 23 Novembre 1995	Examinateur Siem, T
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>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</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 01/82 (P/M/C/D)