(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle
Bureau international

(43) Date de la publication internationale
20 octobre 2016 (20.10.2016)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2016/166468 A1

(51) Classification internationale des brevets :
F25J 3/06 (2006.01) *F25J 1/02* (2006.01)
F25J 1/00 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2016/050846

(22) Date de dépôt international :
13 avril 2016 (13.04.2016)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1553430 17 avril 2015 (17.04.2015) FR

(71) Déposant : **L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE** [FR/FR]; 75, Quai d'Orsay, 75007 Paris (FR).

(72) Inventeurs : **DEMOLLIENS, Bertrand**; 79 Avenue Philippe Auguste, 75011 Paris (FR). **BERNHARDT, Jean-Marc**; 103 rue de l'Isère, 38500 La Buisse (FR). **ALI SAID, Rawia**; 8 bis rue Servan, 38000 Grenoble (FR). **PICHOT, Delphine**; 198 boulevard Voltaire, 75011 Paris (FR). **HERNANDEZ, Antoine**; 40, avenue du Buisson Fleuri, 94510 La Queue En Brie (FR). **TSEVERY, Jean-Marc**; 134, rue des Grands Champs, 77127 Lieusaint (FR). **PEYRON, Jean-Marc**; 5, avenue de la Reine Blanche, 94000 Creteil (FR).

(74) Mandataire : **DE CUENCA, Emmanuel**; L'air Liquide S.A., Direction 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,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title : FACILITY AND METHOD FOR PRODUCING LIQUID HELIUM

(54) Titre : Installation et procédé de production d'hélium liquide

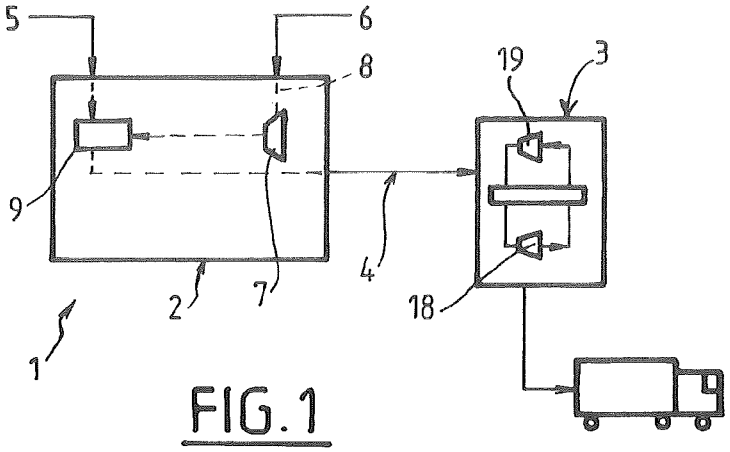


FIG.1

(57) Abstract : The invention relates to a facility for producing liquid helium from a source gas mixture (5) substantially comprising nitrogen and helium. The facility includes a cryogenic purifier (2) including a system (9) for separating the nitrogen from the source gas mixture with a view to producing helium at a temperature lower than the temperature of the source gas. The facility (1) also includes a helium liquefier (3) that subjects the helium to a work cycle including, in series: compressing the helium, cooling and decompressing the compressed helium, and reheating the cooled, decompressed helium. The facility includes a helium transfer pipe (4) connecting an outlet of the purifier (2) to an inlet of the liquefier in order to transfer helium produced by the purifier (2) into the work cycle of the liquefier (3). The facility is characterized in that the cryogenic purifier (2) includes a decompression system (8) that includes an inlet to be connected to a source (6) of pressurized nitrogen gas. Said system (8) for decompressing (7) the nitrogen gas exchanges heat with the separation system (9) in order to transfer cold from the decompressed nitrogen gas to said separation system (9).

(57) Abrégé :

[Suite sur la page suivante]

WO 2016/166468 A1

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

Déclarations en vertu de la règle 4.17 :

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

Publiée :

— *avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))*

— *avec revendications modifiées (art. 19.1))*

Installation de production d'hélium liquide à partir d'un mélange de gaz source (5) comprenant essentiellement de l'azote et de l'hélium, l'installation comprenant un épurateur (2) cryogénique comprenant un circuit (9) de séparation de l'azote du mélange de gaz source en vue de produire de hélium à une température inférieure à la température du gaz source, l'installation (1) comprenant en outre un liquéfacteur (3) d'hélium soumettant l'hélium à un cycle de travail comprenant en série : une compression de l'hélium, un refroidissement et une détente de l'hélium comprimé et un réchauffement de l'hélium refroidi et détendu, l'installation comprenant une conduite (4) de transfert d'hélium reliant une sortie de l'épurateur (2) à une entrée du liquéfacteur pour transférer de hélium produit par l'épurateur (2) dans le cycle de travail du liquéfacteur (3), l'installation étant caractérisée en ce que l'épurateur (2) cryogénique comprend un circuit (8) de détente comprenant une entrée destinée à être raccordée à une source (6) d'azote gazeux sous pression, ledit circuit (8) de détente (7) de l'azote gazeux étant en échange thermique avec le circuit (9) de séparation pour transférer des frigories de l'azote gazeux détendu vers ledit circuit (9) de séparation.

Installation et procédé de production d'hélium liquide

La présente invention concerne une installation et un procédé de production d'hélium.

L'invention concerne la purification et la liquéfaction d'hélium.

L'invention concerne plus particulièrement une installation de production d'hélium liquide à partir d'un mélange de gaz source comprenant essentiellement de l'azote et de l'hélium, l'installation comprenant un épurateur cryogénique comprenant un circuit de séparation de l'azote du mélange de gaz source en vue de produire de hélium à une température inférieure à la température du gaz source, l'installation comprenant en outre un liquéfacteur d'hélium soumettant l'hélium à un cycle de travail comprenant en série : une compression de l'hélium, un refroidissement et une détente de l'hélium comprimé et un réchauffement de l'hélium refroidi et détendu, l'installation comprenant une conduite de transfert d'hélium reliant une sortie de l'épurateur à une entrée du liquéfacteur pour transférer de hélium produit par l'épurateur dans le cycle de travail du liquéfacteur.

L'invention concerne en particulier la production d'hélium liquide dans des installations générant un mélange d'hélium et d'azote et éventuellement d'autres résidus.

Ce gaz source constitué sensiblement à part égales d'azote et d'hélium peut notamment être disponible dans une usine de production de gaz naturel.

Dans ce type d'installation, de l'azote, qui a été séparé du gaz naturel en amont, est généralement disponible.

De l'azote liquide peut être utilisé dans des unités de liquéfaction d'hélium. Ceci permet de réduire la taille du cycle de travail d'hélium puisque, dans ce cas, l'hélium du cycle de liquéfaction peut être refroidi uniquement entre 80 K et 4 K environ (plutôt que depuis la température ambiante vers 4K). Néanmoins, cette solution nécessite de rajouter un échangeur supplémentaire dans l'installation et un pot pour vaporiser l'azote liquide dans une boîte sous vide afin de récupérer le froid de l'azote liquide.

La boîte froide sous vide du liquéfacteur comporte également typiquement des adsorbeurs afin de purifier l'hélium des traces de gaz de l'air pour éviter que

ceux-ci gèlent dans la partie aval du procédé. Ceux-ci peuvent dimensionner la boîte sous vide.

Un but de la présente invention est de pallier tout ou partie des inconvénients de l'art antérieur relevés ci-dessus.

A cette fin, l'installation selon l'invention, par ailleurs conforme à la définition générique qu'en donne le préambule ci-dessus, est essentiellement caractérisée en ce que l'épurateur cryogénique comprend un circuit de détente comprenant une entrée destinée à être raccordée à une source d'azote gazeux sous pression, ledit circuit de détente de l'azote gazeux étant en échange thermique avec le circuit de séparation pour transférer des frigories de l'azote gazeux détendu vers ledit circuit de séparation.

Par ailleurs, des modes de réalisation de l'invention peuvent comporter l'une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- le circuit de séparation de l'épurateur comprend au moins un échangeur de chaleur en échange thermique avec le mélange de gaz source en vue de son refroidissement et au moins un pot séparateur, le circuit (8) de détente de l'azote gazeux sous pression est en échange thermique avec le au moins un échangeur de chaleur du circuit de séparation,

- le circuit (8) de détente de l'azote gazeux sous pression comprend au moins deux turbines de détente de l'azote gazeux et deux portions distinctes en échange thermique avec le au moins un échangeur de chaleur du circuit de séparation, les deux portions distinctes étant situées respectivement en aval des deux turbines de détente,

- le circuit de séparation comprend au moins un dispositif de purification de type à adsorption pour séparer l'azote du mélange,

- le liquéfacteur d'hélium comprend une station de compression destinée à assurer la compression de l'hélium dans le cycle de travail et une boîte froide destinée à assurer un refroidissement et une détente de l'hélium comprimé dans le cycle de travail, le dispositif de refroidissement de l'hélium de cycle provenant de la station de compression étant intégrée à l'épurateur cryogénique dans un carter commun isolé thermiquement, la boîte froide du liquéfacteur est située dans un carter distinct isolé thermiquement et comprenant une isolation sous vide,

- au moins une partie de la station de compression est intégrée à l'épurateur (3) cryogénique dans un carter commun isolé thermiquement et distinct du carter intégrant la boîte froide du liquéfacteur,

- la boîte froide du liquéfacteur d'hélium contient quatre turbines de détente du gaz hélium dans le cycle de travail et la station de compression contient un étage de compresseurs du gaz de travail dans le cycle de travail,

L'invention concerne également un procédé de production d'hélium liquide à partir d'un mélange de gaz source comprenant essentiellement de l'azote et de l'hélium au moyen d'une installation conforme à l'une quelconque des caractéristiques ci-dessus ou ci-après, dans lequel le mélange de gaz source comprenant de l'azote et l'hélium dans des concentrations molaires comprises respectivement entre 50 et 65% (par exemple entre 55 et 60% notamment 57%) % et 35 et 50% (par exemple entre 40 et 45% notamment 42%), le mélange de gaz source comprenant éventuellement de façon résiduelle au moins l'un des éléments ci-dessous : argon, oxygène, néon dans des proportions par exemple comprises entre 0,15% et 0.5%, notamment 0,22%, ce mélange de gaz source ayant une pression comprise entre 15 et 35 bar et une température comprise entre 273 et 323K et par exemple 300K.

Selon d'autres particularités possibles :

- l'entrée d'azote gazeux de l'épurateur est alimentée en azote gazeux sous pression à une pression comprise entre 15 et 50bar, par exemple 40 bar et une température comprise entre 273 et 323K,

- l'hélium produit par l'épurateur à sa sortie a une pression comprise entre 15 et 35 bar et une température par exemple comprise entre 77 et 90 K et par exemple 80 à 85K, notamment 82K,

- le liquéfacteur d'hélium est configuré ne pour refroidir l'hélium dans le cycle de travail que de la valeur de la température à la sortie de l'épurateur jusqu'à la température de 4K.

L'invention peut concerner également tout dispositif ou procédé alternatif comprenant toute combinaison des caractéristiques ci-dessus ou ci-dessous.

D'autres particularités et avantages apparaîtront à la lecture de la description ci-après, faite en référence aux figures dans lesquelles :

- la figure 1 représente une figure schématique et partielle illustrant la structure et le fonctionnement de l'installation selon l'invention,

- les figures 2 et 3 illustrent, de façon, schématique et partielle, la structure et le fonctionnement de deux exemples de réalisation possible de l'invention.

L'installation 1 de production d'hélium liquide représentée schématiquement à la figure 1 comprend un épurateur 2 cryogénique (« Cryogenic upgrader » en anglais). Cet épurateur 2 est alimenté en mélange de gaz source 5 (hélium et azote) pour produire, après épuration (séparation cryogénique), de l'hélium pur ou quasi pur, c'est-à-dire de l'hélium susceptible d'alimenter un liquéfacteur 3 d'hélium.

Par exemple, l'azote et l'hélium sont présents dans ce mélange de gaz source dans des concentrations molaires comprises respectivement entre 50 et 65% (par exemple entre 55 et 60% notamment 57%) % et 35 et 50% (par exemple entre 40 et 45% notamment 42%). Le mélange de gaz source comprend éventuellement de façon résiduelle au moins l'un des éléments ci-dessous (argon, oxygène, néon) dans des proportions par exemple comprises entre 0,15% et 0.5% (notamment 0,22%). Ce mélange de gaz source peut avoir une pression comprise entre 15 et 35 bar et une température comprise entre 273 et 323K et par exemple 300K.

L'épurateur 2 comprend classiquement un circuit 9 de séparation de l'azote du mélange de gaz source en vue de produire de l'hélium à une température inférieure à la température du gaz source. Le circuit 9 de séparation comprend classiquement des étapes de refroidissement (notamment par échange thermique avec un échangeur 10 de refroidissement) et un ou des passages dans un pot 11, 12 séparateur, une détente (vanne 20). De plus, le mélange peut subir une ou plusieurs étapes de purification par adsorption (par un ou plusieurs dispositif 14, 15 de type à adsorption à variation de pression « PSA » notamment) pour purifier le mélange de son azote.

Comme visible à la figure 2, le circuit 9 de séparation de l'épurateur 2 peut comprendre au moins un échangeur 10 de chaleur en échange thermique avec le mélange de gaz source en vue de son refroidissement et deux pots 11, 12 séparateurs. L'azote récupéré, notamment l'azote liquéfié 21 obtenu peut être récupéré dans un stockage de récupération (non représenté aux figures).

Le circuit 8 de détente de l'azote gazeux sous pression peut être en échange thermique avec le au moins un échangeur 10 de chaleur du circuit 9 de séparation.

L'épurateur peut être notamment être dépourvu de colonne de distillation.

L'installation 1 comprend en outre un liquéfacteur 3 d'hélium soumettant classiquement de l'hélium à un cycle de travail comprenant en série : une compression de l'hélium (dans une station de compression), un refroidissement et une détente de l'hélium comprimé (dans une boîte froide) et un réchauffement de l'hélium refroidi et détendu en vue de son retour dans la station de compression pour recommencer un cycle.

L'installation 1 comprend une conduite 4 de transfert d'hélium reliant une sortie de l'épurateur 2 à une entrée du liquéfacteur 3. Cette conduite 4 de transfert est prévue pour transférer de l'hélium produit par l'épurateur 2 dans le cycle de travail du liquéfacteur 3.

Selon une particularité avantageuse, l'épurateur 2 cryogénique comprend une entrée d'azote gazeux destinée à être raccordée à une source 6 d'azote gazeux sous pression disponible au niveau de l'installation.

Comme illustré à la figure 2, l'épurateur 2 comprend à cet effet un circuit 8 de détente 7 de l'azote gazeux sous pression. Ce circuit 8 de détente est en échange thermique avec le circuit 9 de séparation pour permettre le transfert de frigories de l'azote gazeux détendu vers ledit circuit 9 de séparation. C'est-à-dire que de l'énergie de l'azote gazeux est transférée dans le processus d'épuration et de refroidissement du mélange source.

Plus précisément, le circuit 8 de détente 7 de l'azote gazeux sous pression peut être en échange thermique avec l'échangeur 10 de chaleur du circuit 9 de séparation, pour fournir des frigories utilisées dans la séparation cryogénique de l'azote du mélange source.

Le circuit 8 de détente 7 de l'azote gazeux sous pression peut comprendre une ou de préférence au moins deux turbines 13 de détente de l'azote gazeux et deux portions distinctes en échange thermique avec l'échangeur 10 de chaleur du circuit 9 de séparation. Les deux portions distinctes en échange thermique avec l'échangeur 10 sont situées par exemple respectivement en aval des deux turbines 13 de détente de l'azote.

Cet azote gazeux sous pression est par exemple disponible à une pression comprise 15 et 50bar (par exemple 40 bar) et une température comprise entre 273 et 323K.

L'hélium produit par l'épurateur 3 à sa sortie a une pression par exemple comprise entre 15 et 35 bar et une température par exemple comprise entre 77 et 90 K et par exemple 80 à 85K. (82K typiquement).

Selon cette configuration, l'hélium produit par l'épurateur 2 est renvoyé froid directement dans le cycle de travail du liquéfacteur 3. Ceci permet de réduire la puissance frigorifique du liquéfacteur 3 puisqu'il n'a ainsi besoin de refroidir l'hélium qu'entre 80K (température de l'hélium fourni par l'épurateur 2) et 4K (la température basse de liquéfaction cible).

Selon les procédés connus, cet hélium devait être refroidit de la température ambiante (300K environ) jusqu'à 4K.

L'invention permet de réduire la taille et la puissance du liquéfacteur 3 de l'installation 1.

Ainsi, le liquéfacteur 3 peut fonctionner en mode dit « réfrigérateur » dans la partie du cycle entre 300K et 80K (c'est-à-dire que dans cette partie du cycle de travail il y a autant d'hélium qui est refroidi/détendu en sortie de la station de compression que d'hélium qui est réchauffé et revient vers la station de compression). En revanche, entre 80K et 4K le liquéfacteur peut fonctionner en mode « liquéfacteur » (c'est-à-dire qu'il y a plus d'hélium qui est en phase de détente/refroidissement qu'en phase de réchauffage et de remontée vers la station de compression).

Ce mode de fonctionnement « réfrigérateur » dans la partie du cycle entre 300 et 80K est bien plus efficace énergétiquement que le mode de fonctionnement « liquéfacteur » car les débits de fluide sont équilibrés dans le cycle de travail dans (les deux sens).

En effet, cette solution permet de « transférer » de la puissance de réfrigération de 300K à 80K depuis la station de compression du liquéfacteur 3 vers le des compresseur d'azote de l'épurateur 2.

La compression d'azote (notamment par compresseur(s) centrifuges) est bien plus efficace énergétiquement que la compression d'hélium (notamment par compresseur(s) à vis huilée). De plus, le rendement du moteur d'un compresseur

d'azote (qui est bien plus puissant) sera meilleur que celui d'un compresseur à vis. En effet, l'efficacité d'un moteur de compresseur augmente avec sa taille.

L'efficacité énergétique de l'installation 1 sera donc améliorée par ce changement.

L'obtention d'hélium froid (80K) à la sortie de l'épurateur 2 permet également de supprimer les deux turbines chaudes de détente dans le liquéfacteur 3. Ces deux turbines peuvent être remplacées par deux turbines azote du côté de l'épurateur 2.

Ces deux turbines 13 pour l'azote (typiquement à palier huile) sont plus efficaces et moins complexes à réaliser que des turbines pour de l'hélium à palier gaz dans le liquéfacteur 3.

En supprimant deux premières turbines 18 dans le liquéfacteur 3, il est possible de réduire considérablement le débit de retour à moyenne pression dans le cycle de travail de l'hélium du liquéfacteur 3.

Une autre optimisation du liquéfacteur 3 peut permettre de supprimer le retour d'hélium à pression intermédiaire dans le cycle de travail du liquéfacteur 3. Ceci peut permettre au liquéfacteur 3 de fonctionner avec un seul compresseur de cycle qui travaillera par exemple entre 1 bar et 15 bar. Ce compresseur 19 de cycle peut également n'être constitué que d'une seule vis huilée.

Ces améliorations permettent donc de réduire considérablement les besoins en compresseur de cycle dans le liquéfacteur 3. La pression du cycle est ainsi également dissociée de la pression d'alimentation. Ceci permet d'avoir un paramètre de liberté supplémentaire pour optimiser l'usine globale intégrant cette installation.

Les adsorbeurs 15 de l'épurateur 2 (par exemple à une température de 80 K) peuvent être intégrés dans une boîte froide isolée thermiquement (classiquement via de la perlite, l'isolation du caisson sera effectuée de préférence avec de la laine de roche en pratique afin de conserver la possibilité d'intervenir pour la maintenance). Ceci permet de réduire la taille de la boîte froide sous vide.

La régénération de ces adsorbeurs peut être effectuée avec du gaz en sortie du ou des PSA 14 à température ambiante. La (re)mise en froid de la bouteille de purification contenant l'adsorbeur après la régénération pourra être faite par l'hélium en sortie (ou en entrée) de ladite bouteille en ligne.

Une partie d'azote liquide 21 produit peut être soutirée de l'installation 1. Cet azote liquide peut être consommé pour d'autres besoins dans l'usine (camions… etc.).

La figure 3 une variante de réalisation qui se distingue ce celle de la figure 2 uniquement en ce que le refroidissement initial de l'hélium de cycle provenant la station 16 de compression du liquéfacteur 3 est intégrée à l'épurateur 2 cryogénique dans un carter commun isolé thermiquement tandis que la boîte 17 froide du liquéfacteur 3 est située dans un carter distinct isolé thermiquement et comprenant une isolation sous vide.

C'est-à-dire que sont intégrés dans une ou plusieurs boîte froide perlitée (isolée) tous les fluides dont la température est supérieure à 80K tandis que les fluides dont la température est inférieure à 80K sont intégrés dans une boîte froide isolée sous vide. Ceci permet également de réduire la taille de la boîte froide isolée sous vide de l'installation.

La boîte froide contenant tous les équipements peut être isolée avec de la perlite tandis que la boîte froide contenant les adsorbeurs cryogéniques peut être isolée avec de la laine de roche.

Selon une particularité il est possible de mutualiser les équipements qui permettent la régénération des adsorbeurs froids entre le liquéfacteur et le l'épurateur. Il est possible de remettre en froid l'adsorbeur après régénération avec le gaz en entrée et non seulement avec celui en sortie.

REVENDICATIONS

1. Installation de production d'hélium liquide à partir d'un mélange de gaz source (5) comprenant essentiellement de l'azote et de l'hélium, l'installation comprenant un épurateur (2) cryogénique comprenant un circuit (9) de séparation de l'azote du mélange de gaz source en vue de produire de hélium à une température inférieure à la température du gaz source, l'installation (1) comprenant en outre un liquéfacteur (3) d'hélium soumettant l'hélium à un cycle de travail comprenant en série : une compression de l'hélium, un refroidissement et une détente de l'hélium comprimé et un réchauffement de l'hélium refroidi et détendu, l'installation comprenant une conduite (4) de transfert d'hélium reliant une sortie de l'épurateur (2) à une entrée du liquéfacteur pour transférer de hélium produit par l'épurateur (2) dans le cycle de travail du liquéfacteur (3), l'épurateur (2) cryogénique comprenant un circuit (8) de détente comprenant une entrée destinée à être raccordée à une source (6) d'azote gazeux sous pression, ledit circuit (8) de détente (7) de l'azote gazeux étant en échange thermique avec le circuit (9) de séparation pour transférer des frigories de l'azote gazeux détendu vers ledit circuit (9) de séparation, dans laquelle l'hélium produit par l'épurateur (3) à sa sortie a une pression comprise entre 15 et 35 bar et une température par exemple comprise entre 77 et 90 K et par exemple 80 à 85K, notamment 82K.

2. Installation selon la revendication 1, caractérisée en ce que le circuit (9) de séparation de l'épurateur (2) comprend au moins un échangeur (10) de chaleur en échange thermique avec le mélange de gaz source en vue de son refroidissement et au moins un pot (11, 12) séparateur et en ce que le circuit (8) de détente (7) de l'azote gazeux sous pression est en échange thermique avec le au moins un échangeur (10) de chaleur du circuit (9) de séparation.

3. Installation selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que le circuit (8) de détente (7) de l'azote gazeux sous pression comprend au moins deux turbines (13) de détente de l'azote gazeux et deux portions distinctes en échange thermique avec le au moins un échangeur (10) de chaleur du circuit

(9) de séparation, les deux portions distinctes étant situées respectivement en aval des deux turbines (13) de détente.

4. Installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que le circuit (9) de séparation comprend au moins un dispositif (14, 15) de purification de type à adsorption pour séparer l'azote du mélange.

5. Installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans laquelle le liquéfacteur (3) d'hélium comprend une station (16) de compression destinée à assurer la compression de l'hélium dans le cycle de travail, un dispositif de refroidissement de l'hélium de cycle provenant de la station de compressionet une boîte (17) froide destinée à assurer un refroidissement et une détente de l'hélium comprimé dans le cycle de travail, caractérisée en ce que le dispositif de refroidissement de l'hélium de cycle provenant de la station (16) de compression est intégrée à l'épurateur (3) cryogénique dans un carter commun isolé thermiquement et en ce que la boîte (17) froide du liquéfacteur (3) est située dans un carter distinct isolé thermiquement et comprenant une isolation sous vide.

6. Installation selon la revendication 5, dans laquelle la boîte (17) froide du liquéfacteur (3) d'hélium contient quatre turbines (18) de détente du gaz hélium dans le cycle de travail et la station de compression contient un étage de compresseurs (19) du gaz de travail dans le cycle de travail.

7. Procédé de production d'hélium liquide à partir d'un mélange de gaz source (5) comprenant essentiellement de l'azote et de l'hélium au moyen d'une installation (1) conforme à l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le mélange de gaz source (5) comprenant de l'azote et l'hélium dans des concentrations molaires comprises respectivement entre 50 et 65%et 35 et 50% , le mélange de gaz source comprenant éventuellement de façon résiduelle au moins l'un des éléments ci-dessous : argon, oxygène, néon dans des proportions par exemple comprises entre 0,15% et 0.5%, notamment 0,22%, ce mélange de gaz source ayant une pression comprise entre 15 et 35 bar et une température comprise entre 273 et 323K et par exemple 300K, et en ce que l'hélium produit par l'épurateur (3) à sa sortie a une pression comprise entre 15 et 35 bar et une température

par exemple comprise entre 77 et 90 K et par exemple 80 à 85K, notamment 82K.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que le mélange de gaz (5) source comprend de l'azote et de l'hélium dans des concentrations molaires comprises respectivement ente 55 et 60 % notamment 57 % et 40 et 45 %, notamment 42 %.

9. Procédé selon la revendication 6 ou 7, caractérisé en ce que l'entrée d'azote gazeux de l'épurateur (2) est alimentée en azote gazeux sous pression à une pression comprise entre 15 et 50bar, par exemple 40 bar et une température comprise entre 273 et 323K.

10.Procédé selon l'une quelconque des revendications 7à 9, caractérisé en ce que le liquéfacteur (3) d'hélium est configuré ne pour refroidir l'hélium dans le cycle de travail que de la valeur de la température à la sortie de l'épurateur (2) jusqu'à la température de 4K.

REVENDICATIONS MODIFIÉES
reçues par le Bureau international le 19 Septembre 2016 (19.09.2016).

1. Installation de production d'hélium liquide à partir d'un mélange de gaz source (5) comprenant essentiellement de l'azote et de l'hélium, l'installation comprenant un épurateur (2) cryogénique comprenant un circuit (9) de séparation de l'azote du mélange de gaz source en vue de produire de hélium à une température inférieure à la température du gaz source, l'installation (1) comprenant en outre un liquéfacteur (3) d'hélium soumettant l'hélium à un cycle de travail comprenant en série : une compression de l'hélium, un refroidissement et une détente de l'hélium comprimé et un réchauffement de l'hélium refroidi et détendu, l'installation comprenant une conduite (4) de transfert d'hélium reliant une sortie de l'épurateur (2) à une entrée du liquéfacteur pour transférer de hélium produit par l'épurateur (2) dans le cycle de travail du liquéfacteur (3), l'épurateur (2) cryogénique comprenant un circuit (8) de détente comprenant une entrée destinée à être raccordée à une source (6) d'azote gazeux sous pression, ledit circuit (8) de détente (7) de l'azote gazeux étant en échange thermique avec le circuit (9) de séparation pour transférer des frigories de l'azote gazeux détendu vers ledit circuit (9) de séparation, dans laquelle l'hélium produit par l'épurateur (2) à sa sortie a une pression comprise entre 15 et 35 bar et une température comprise entre 77 et 90 K et par exemple 80 à 85K, notamment 82K.

2. Installation selon la revendication 1, caractérisée en ce que le circuit (9) de séparation de l'épurateur (2) comprend au moins un échangeur (10) de chaleur en échange thermique avec le mélange de gaz source en vue de son refroidissement et au moins un pot (11, 12) séparateur et en ce que le circuit (8) de détente (7) de l'azote gazeux sous pression est en échange thermique avec le au moins un échangeur (10) de chaleur du circuit (9) de séparation.

3. Installation selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que le circuit (8) de détente (7) de l'azote gazeux sous pression comprend au moins deux turbines (13) de détente de l'azote gazeux et deux portions distinctes en échange thermique avec le au moins un échangeur (10) de chaleur du circuit (9) de séparation, les deux portions distinctes étant situées respectivement en aval des deux turbines (13) de détente.

4. Installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que le circuit (9) de séparation comprend au moins un dispositif (14, 15) de purification de type à adsorption pour séparer l'azote du mélange.

5. Installation selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans laquelle le liquéfacteur (3) d'hélium comprend une station (16) de compression destinée à assurer la compression de l'hélium dans le cycle de travail, un dispositif de refroidissement de l'hélium de cycle provenant de la station de compressionet une boîte (17) froide destinée à assurer un refroidissement et une détente de l'hélium comprimé dans le cycle de travail, caractérisée en ce que le dispositif de refroidissement de l'hélium de cycle provenant de la station (16) de compression est intégrée à l'épurateur (3) cryogénique dans un carter commun isolé thermiquement et en ce que la boîte (17) froide du liquéfacteur (3) est située dans un carter distinct isolé thermiquement et comprenant une isolation sous vide.

6. Installation selon la revendication 5, dans laquelle la boîte (17) froide du liquéfacteur (3) d'hélium contient quatre turbines (18) de détente du gaz hélium dans le cycle de travail et la station de compression contient un étage de compresseurs (19) du gaz de travail dans le cycle de travail.

7. Procédé de production d'hélium liquide à partir d'un mélange de gaz source (5) comprenant essentiellement de l'azote et de l'hélium au moyen d'une installation (1) conforme à l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le mélange de gaz source (5) comprenant de l'azote et l'hélium dans des concentrations molaires comprises respectivement entre 50 et 65%et 35 et 50% , le mélange de gaz source comprenant éventuellement de façon résiduelle au moins l'un des éléments ci-dessous : argon, oxygène, néon dans des proportions par exemple comprises entre 0,15% et 0.5%, notamment 0,22%, ce mélange de gaz source ayant une pression comprise entre 15 et 35 bar et une température comprise entre 273 et 323K et par exemple 300K, et en ce que l'hélium produit par l'épurateur (3) à sa sortie a une pression comprise entre 15 et 35 bar et une température comprise entre 77 et 90 K et par exemple 80 à 85K, notamment 82K.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que le mélange de gaz (5) source comprend de l'azote et de l'hélium dans des concentrations molaires comprises respectivement ente 55 et 60 % notamment 57 % et 40 et 45 %, notamment 42 %.

9. Procédé selon la revendication 6 ou 7, caractérisé en ce que l'entrée d'azote gazeux de l'épurateur (2) est alimentée en azote gazeux sous pression à une pression comprise entre 15 et 50bar, par exemple 40 bar et une température comprise entre 273 et 323K.

10.Procédé selon l'une quelconque des revendications 7à 9, caractérisé en ce que le liquéfacteur (3) d'hélium est configuré ne pour refroidir l'hélium dans le cycle de travail que de la valeur de la température à la sortie de l'épurateur (2) jusqu'à la température de 4K.

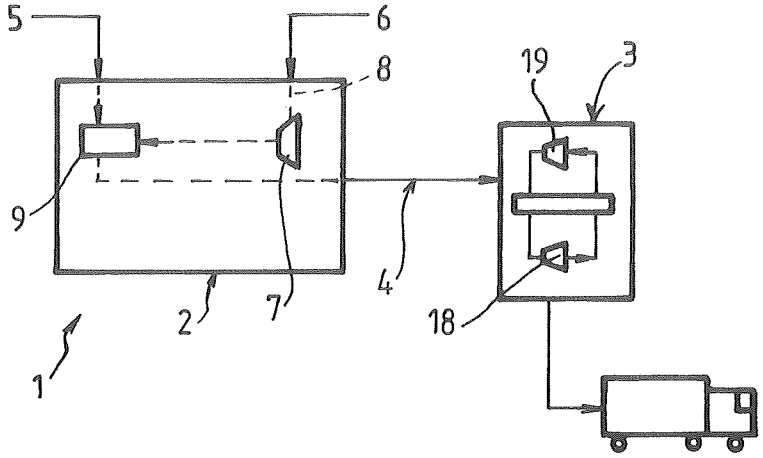


FIG.1

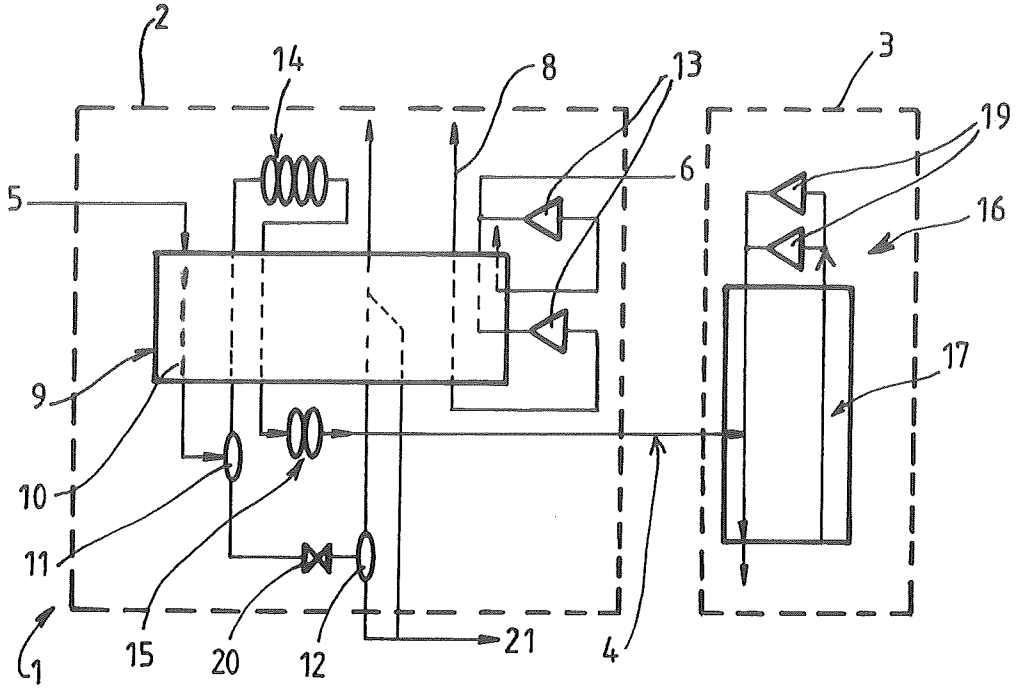

2
14
8
13
3
19
6
5
16
17
9
10
11
15
20
12
21
4
1

FIG.2

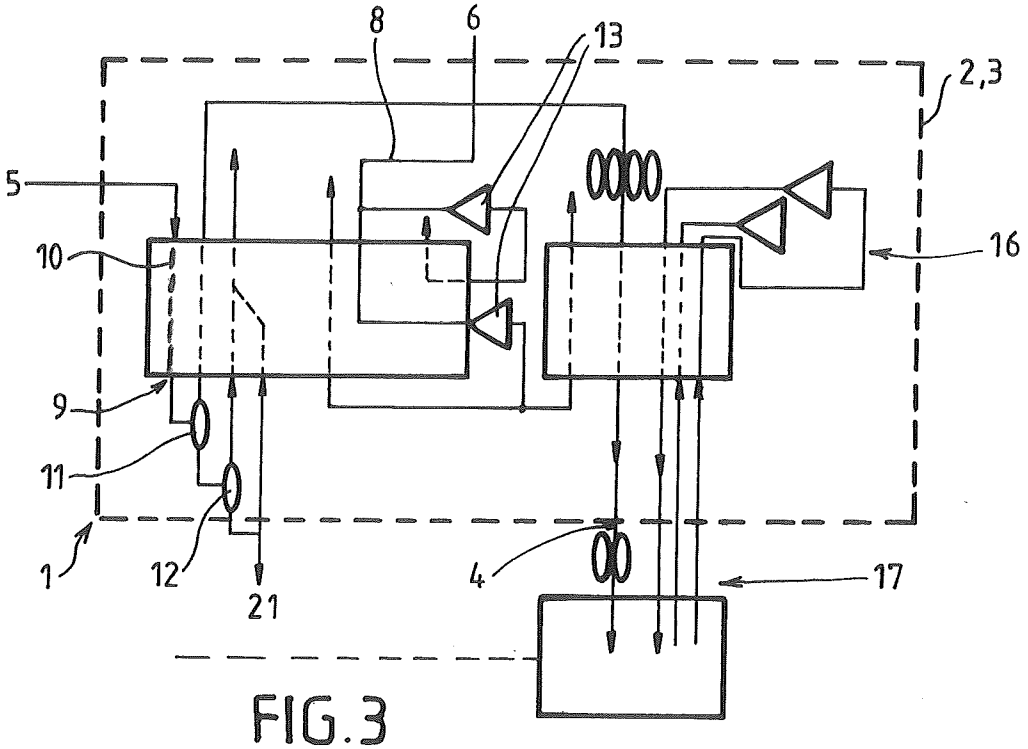

8
6
13
2,3
5
16
10
9
11
12
21
4
17
1

FIG.3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2016/050846

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. F25J3/06 F25J1/00 F25J1/02
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
F25J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	US 2004/255618 A1 (PELLE MARTINE [FR] ET AL) 23 December 2004 (2004-12-23) paragraphs [0030] - [0037], [0043] - [0046]; figure	1-3 4-10
Y	US 4 701 200 A (FISHER THEODORE F [US] ET AL) 20 October 1987 (1987-10-20) column 2, lines 57-59; figure 1 columns 3,28-46; table	4,7-10
Y A	FR 2 954 973 A1 (AIR LIQUIDE [FR]) 8 July 2011 (2011-07-08) figure 1	5,6,10 1,7
A	US 4 666 481 A (OLSON JR RAYMOND R [US]) 19 May 1987 (1987-05-19) column 2, line 37 - column 3, line 7; figure	1,7,8

-/--

[X] Further documents are listed in the continuation of Box C.

[X] See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
21 July 2016	03/08/2016

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Göritz, Dirk

1

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (April 2005)

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 3 407 614 A (POSKA FORREST L) 29 October 1968 (1968-10-29) column 1, line 61; figures column 3, lines 14-20 -----	1,7,8
A	US 3 324 626 A (THORPE DRESSER ET AL) 13 June 1967 (1967-06-13) figure 2 -----	1,7,8

1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/FR2016/050846

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2004255618 A1	23-12-2004	EP 1446620 A1	18-08-2004
		FR 2832213 A1	16-05-2003
		JP 2005509831 A	14-04-2005
		US 2004255618 A1	23-12-2004
		WO 03042615 A1	22-05-2003
US 4701200 A	20-10-1987	CA 1295931 C	18-02-1992
		US 4701200 A	20-10-1987
FR 2954973 A1	08-07-2011	NONE	
US 4666481 A	19-05-1987	CA 1280354 C	19-02-1991
		US 4666481 A	19-05-1987
US 3407614 A	29-10-1968	NONE	
US 3324626 A	13-06-1967	NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/FR2016/050846

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. F25J3/06 F25J1/00 F25J1/02
ADD.

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
F25J

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X Y	US 2004/255618 A1 (PELLE MARTINE [FR] ET AL) 23 décembre 2004 (2004-12-23) alinéas [0030] - [0037], [0043] - [0046]; figure -----	1-3 4-10
Y	US 4 701 200 A (FISHER THEODORE F [US] ET AL) 20 octobre 1987 (1987-10-20) colonne 2, lignes 57-59; figure 1 colonnes 3,28-46; tableau -----	4,7-10
Y A	FR 2 954 973 A1 (AIR LIQUIDE [FR]) 8 juillet 2011 (2011-07-08) figure 1 -----	5,6,10 1,7
A	US 4 666 481 A (OLSON JR RAYMOND R [US]) 19 mai 1987 (1987-05-19) colonne 2, ligne 37 - colonne 3, ligne 7; figure -----	1,7,8
	-/--	

[X] Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

[X] Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
21 juillet 2016	03/08/2016

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Göritz, Dirk

1

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 3 407 614 A (POSKA FORREST L) 29 octobre 1968 (1968-10-29) colonne 1, ligne 61; figures colonne 3, lignes 14-20 -----	1,7,8
A	US 3 324 626 A (THORPE DRESSER ET AL) 13 juin 1967 (1967-06-13) figure 2 -----	1,7,8

1

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°
PCT/FR2016/050846

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2004255618 A1	23-12-2004	EP 1446620 A1	18-08-2004
		FR 2832213 A1	16-05-2003
		JP 2005509831 A	14-04-2005
		US 2004255618 A1	23-12-2004
		WO 03042615 A1	22-05-2003
US 4701200 A	20-10-1987	CA 1295931 C	18-02-1992
		US 4701200 A	20-10-1987
FR 2954973 A1	08-07-2011	AUCUN	
US 4666481 A	19-05-1987	CA 1280354 C	19-02-1991
		US 4666481 A	19-05-1987
US 3407614 A	29-10-1968	AUCUN	
US 3324626 A	13-06-1967	AUCUN	