

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

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(10) Numéro de publication internationale

WO 2013/178901 A2

(43) Date de la publication internationale
5 décembre 2013 (05.12.2013)

WIPO | PCT

- (51) Classification internationale des brevets :
F25J 3/02 (2006.01) F25J 3/00 (2006.01)
- (21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2013/051003
- (22) Date de dépôt international :
6 mai 2013 (06.05.2013)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité :
1255063 31 mai 2012 (31.05.2012) FR
- (71) Déposant : L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME
POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES PRO-
CÉDES GEORGES CLAUDE [FR/FR]; 75, Quai d'Or-
say, F-75007 Paris (FR).
- (72) Inventeurs : MARTY, Pascal; 29 rue du Four, F-94360
Bry Sur Marne (FR). TALBOT, Jean-Jacques; 2 bis
Ruelle Colombert, F-94430 Chennevieres-sur-marne (FR).
- (74) Mandataire : MERCEY, Fiona; L'AIR LIQUIDE S.A.,
Direction de la Propriété Intellectuelle, 75, Quai d'Orsay,
F-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, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP,
KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, 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, 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, SZ, TZ,
UG, ZM, ZW), eurasiatique (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,
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 :

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

(54) Title : DEVICE AND METHOD FOR CRYOGENICALLY SEPARATING A MIXTURE OF CARBON MONOXIDE AND METHANE PLUS HYDROGEN AND/OR NITROGEN

(54) Titre : APPAREIL ET PROCÉDÉ DE SÉPARATION CRYOGÉNIQUE D'UN MÉLANGE DE MONOXYDE DE CARBONE ET DE MÉTHANE AINSI QUE D'HYDROGÈNE ET/OU D'AZOTE

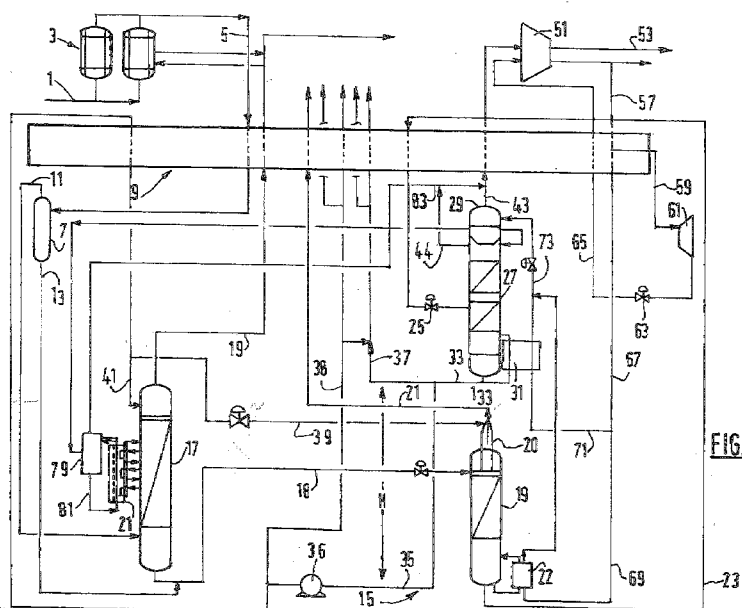


FIG. 2

(57) Abstract : A device for cryogenically separating a mixture (5) of methane, carbon monoxide and hydrogen comprises a first separation unit comprising a first column (19), the first separation unit being supplied with the mixture (5), a first pipe for discharging a gas enriched with hydrogen (21) from the first unit, a second pipe for discharging a liquid (23) containing methane and carbon monoxide from the first unit, a second column (27) linked to the second pipe, a third pipe linked to the tank of the second column to withdraw a liquid enriched with methane (33) and a fourth pipe linked to the head of the second column to withdraw a gas enriched with carbon monoxide (43), the first pipe being arranged under the second column, the two columns having the same main axis, such that the liquid enriched with methane (33) is produced at a higher pressure than the pressure of the tank of the second column.

(57) Abrégé :

[Suite sur la page suivante]

WO 2013/178901 A2



Un appareil de séparation cryogénique d'un mélange (5) de méthane, monoxyde de carbone et hydrogène comprend une première unité de séparation comprenant une première colonne (19), la première unité de séparation étant alimentée par le mélange (5), une première conduite pour sortir un gaz enrichi en hydrogène (21) de la première unité, une deuxième conduite pour sortir un liquide (23) contenant du méthane et du monoxyde de carbone de la première unité, une deuxième colonne (27) reliée à la deuxième conduite, une troisième conduite reliée à la cuve de la deuxième colonne pour soutirer un liquide enrichi en méthane (33) et une quatrième conduite reliée à la tête de la deuxième colonne pour soutirer un gaz enrichi en monoxyde de carbone (43), la première colonne étant disposée en dessous de la deuxième colonne, les deux colonnes ayant le même axe principal, de sorte que le liquide enrichi en méthane (33) est produit à une pression plus élevée que la pression de la cuve de la deuxième colonne.

Appareil et procédé de séparation cryogénique d'un mélange de monoxyde de carbone et de méthane ainsi que d'hydrogène et/ou d'azote

5 La présente invention est relative à un appareil et procédé de séparation cryogénique d'un mélange de monoxyde de carbone, de méthane et d'hydrogène et éventuellement de l'azote.

 Les mélanges peuvent être constitués par :

 - du monoxyde de carbone, d'hydrogène, avec les impuretés méthane et
10 d'azote (boite froide H₂/CO).

 - de l'azote avec les impuretés hydrogène, monoxyde de carbone et méthane (boite froide lavage à l'azote).

 Il est connu d'effectuer une première séparation par voie cryogénique d'un mélange de monoxyde de carbone, d'hydrogène et de méthane pour produire un
15 gaz riche en hydrogène et un mélange liquide contenant principalement du CO, du CH₄ (et l'azote). Ce deuxième mélange est typiquement séparé dans une colonne CO/CH₄ pour produire un gaz enrichi en monoxyde de carbone (et contenant l'azote) et un liquide enrichi en méthane.

 On peut dénombrer plusieurs méthodes pour effectuer la première
20 séparation.

 Il est connu d'effectuer la première séparation du mélange de monoxyde de carbone, d'hydrogène et de méthane pour éliminer l'hydrogène par condensation partielle suivie d'une deuxième séparation du deuxième mélange contenant principalement du monoxyde de carbone (et azote) et du méthane dans une
25 colonne CO/CH₄.

 Il est également connu d'effectuer une première séparation du mélange dans une colonne de lavage au monoxyde de carbone ou au méthane ou à l'azote pour produire le deuxième mélange de monoxyde de carbone et de méthane. Ce deuxième mélange est ensuite séparé dans une colonne CO/CH₄.

Un but de l'invention est de rendre plus compact un appareil de séparation cryogénique d'un mélange de monoxyde de carbone, d'hydrogène et de méthane lorsque le méthane doit être produit sous pression.

Un autre but de l'invention est, dans certains cas, de diminuer la hauteur maximale d'un appareil de séparation cryogénique d'un mélange de monoxyde de carbone, d'hydrogène et de méthane. Ceci permet de réduire le coût de l'appareil ainsi que les coûts de transport.

Le méthane liquide soutiré de la cuve de la colonne CO/CH₄ peut être pressurisé dans une pompe pour être ensuite stocké et/ou envoyé à un client ou pour être envoyé en tête de la colonne de lavage au méthane, le cas échéant.

Il est un autre but de la présente invention d'alimenter la pompe de méthane liquide par un liquide pressurisé par pression hydrostatique en surélevant la cuve de la colonne CO/CH₄.

Les caractéristiques du préambule sont connues de EP-A-1080765.

Selon un objet de l'invention, il est prévu un appareil de séparation cryogénique d'un mélange de méthane, de monoxyde de carbone et d'hydrogène et éventuellement de l'azote comprenant une première unité de séparation comprenant au moins une première colonne et/ou un séparateur de phases, la première unité de séparation étant alimentée par le mélange, une première conduite pour sortir un gaz enrichi en hydrogène et éventuellement en azote de la première unité, une deuxième conduite pour sortir un liquide contenant du méthane et du monoxyde de carbone de la première colonne ou du séparateur de phases, une deuxième colonne reliée à la deuxième conduite, une troisième conduite reliée à la cuve de la deuxième colonne pour soutirer un liquide enrichi en méthane et une quatrième conduite reliée à la tête de la deuxième colonne pour soutirer un gaz enrichi en monoxyde de carbone ou en azote, la première colonne et/ou un ou plusieurs séparateur(s) de phases étant disposée(s) en dessous de la deuxième colonne, les deux colonnes ou la deuxième colonne et le (ou les) séparateurs de phases ayant le même axe principal, de sorte que le liquide enrichi en méthane est produit à une pression plus élevée que la pression de la cuve de la deuxième colonne, la deuxième colonne comprenant un rebouilleur de cuve

caractérisé en ce que le cas échéant, quand l'appareil comprend une première colonne, il ne comprend pas de moyen pour envoyer de gaz de tête de la première colonne pour chauffer le rebouilleur de cuve de la deuxième colonne et en ce que la deuxième conduite est une conduite reliée à la cuve de la première colonne.

5 Selon d'autres aspects facultatifs, l'appareil comprend :

- une pompe reliée à la troisième conduite, disposée plus près du sol que la cuve de la deuxième colonne.

- une colonne auxiliaire dont la tête est éventuellement reliée à la pompe et dont la cuve est reliée à la tête de la première colonne par des moyens pour
10 envoyer du gaz de la tête de la première colonne à la cuve de la colonne auxiliaire et par des moyens pour envoyer du liquide de la cuve de la colonne auxiliaire vers la tête de la première colonne, la colonne auxiliaire étant disposée à côté de la première colonne.

- la colonne auxiliaire est disposée de sorte que sa cuve est plus loin du
15 sol que la tête de la première colonne.

- la colonne auxiliaire est fixée à la deuxième colonne.

- la première unité comprend une colonne de prétraitement, une conduite pour amener le mélange de la colonne de prétraitement à la première
colonne, la colonne auxiliaire étant fixée à la colonne de pré-traitement.

20 - l'appareil comprend une colonne de post-traitement en aval de la deuxième colonne, la colonne auxiliaire étant fixée à la colonne de post-traitement.

- la première unité comprend une colonne de lavage au méthane, cette colonne étant reliée à la première colonne pour l'alimenter avec le mélange qui est
25 un liquide de cuve de la colonne de lavage au méthane, la tête de la colonne de lavage au méthane étant reliée à la pompe.

- la première unité comprend un séparateur de phases et des moyens pour amener du liquide du séparateur de phases comme le mélange qui alimente
la première colonne.

30 - la première unité comprend une colonne de lavage et la première colonne, le liquide de lavage étant riche en monoxyde de carbone, ainsi que des

moyens pour envoyer le liquide de cuve de la colonne de lavage à la première colonne.

- la première unité comprend une colonne de lavage, le liquide de lavage étant riche en azote, la colonne de lavage constituant la première colonne.
- 5
- des moyens pour produire du méthane liquide comme produit final.
 - la première unité comprend une colonne de lavage à l'azote, le deuxième liquide contient du méthane et de l'azote et la deuxième colonne produit un gaz enrichi en azote.

Selon un autre objet de l'invention, il est prévu un procédé de séparation
10 cryogénique d'un mélange de méthane et de monoxyde de carbone ainsi que d'hydrogène et éventuellement d'azote dans lequel une première séparation du mélange est réalisée utilisant au moins une première colonne ou un séparateur de phase alimentée par le mélange, pour produire un fluide enrichi en méthane et contenant du monoxyde de carbone et/ou de l'azote reliée à la cuve de la première
15 colonne ou du séparateur de phase, le fluide est séparé dans une deuxième colonne pour produire un gaz enrichi en monoxyde de carbone et éventuellement en azote et un liquide enrichi en méthane, la première colonne ou le séparateur de phase est disposée en dessous de la deuxième colonne, les deux colonnes ou la deuxième colonne et le séparateur phase ayant le même axe principal, de sorte
20 que le liquide enrichi en méthane est pressurisé au moins en partie par pression hydrostatique, la deuxième colonne comprenant un rebouilleur de cuve caractérisé en ce que le rebouilleur de cuve est chauffé par un gaz autre qu'un gaz de tête de la première colonne et en ce que le fluide enrichi en méthane provient de cuve de la première colonne, le cas échéant.

25 Selon d'autres aspects facultatifs de l'invention :

- le rebouilleur de cuve est chauffé par un gaz de cycle qui est le monoxyde de carbone.
 - un gaz de tête de la première colonne se réchauffe dans un échangeur où se refroidit le mélange.
- 30
- tout le gaz de tête de la première colonne se réchauffe dans l'échangeur.

- le liquide enrichi en méthane est pressurisé en partie par une pompe disposée plus près du sol que la cuve de la deuxième colonne.
 - la pompe est au sol.
- 5 - on envoie un gaz de tête de la première colonne à la cuve d'une colonne auxiliaire et du liquide enrichi en méthane à la tête de la colonne, la colonne auxiliaire étant disposée à côté de la première colonne.
- la première unité comprend une colonne de prétraitement, une conduite pour amener le mélange de la colonne de prétraitement à la première
- 10 colonne, la colonne auxiliaire étant fixée à la colonne de pré-traitement.
- l'appareil comprend une colonne de post-traitement en aval de la deuxième colonne, la colonne auxiliaire étant fixée à la colonne de post-traitement.
 - la première unité comprend une colonne de lavage au méthane, le liquide de cuve de la colonne de lavage étant envoyé à la première colonne
- 15 comme le mélange et du liquide enrichi en méthane pressurisé étant envoyé à la colonne de lavage.
- la première unité comprend une colonne de lavage, alimentée par un liquide de lavage étant riche en monoxyde de carbone ou en azote, le liquide de cuve de la colonne de lavage étant envoyé à la première colonne.
- 20 - le procédé produit du méthane liquide comme produit final provenant de la cuve de la deuxième colonne.
- la première unité comprend une colonne de lavage à l'azote, le deuxième liquide contient du méthane et de l'azote et la deuxième colonne produit un gaz enrichi en azote.
- 25 L'invention sera décrite en plus de détail par rapport aux Figures.
- La Figure 1 représente un procédé de lavage au méthane selon l'art antérieur, les Figures 2 et 3 représentent des procédés de lavage au méthane selon l'invention, la Figure 4 représente un procédé de condensation partielle selon l'art antérieur, la Figure 5 représente un procédé de condensation partielle selon
- 30 l'invention, la Figure 6 représente un procédé de lavage au monoxyde de carbone selon l'art antérieur, la Figure 7 représente un procédé de lavage au monoxyde de

carbone selon l'invention, la Figure 8 représente un procédé de lavage à l'azote selon l'art antérieur et la Figure 9 représente un procédé de lavage à l'azote selon l'invention.

Selon la Figure 1, un mélange d'hydrogène, de monoxyde de carbone et de méthane 1 est épuré dans l'unité 3 pour enlever l'eau et le dioxyde de carbone. Le mélange épuré 5 se refroidit dans l'échangeur cryogénique principal 9 pour être envoyé à un séparateur de phases 7, où il est séparé pour former un gaz 11 enrichi en hydrogène et un liquide 13 enrichi en méthane. Le gaz 11 se sépare dans une colonne 17 de lavage au méthane alimentée en tête par un liquide de lavage 41 riche en méthane.

Le liquide de cuve de la colonne 17 est mélangé avec le liquide 13 pour former le liquide 18 riche en CO et CH₄ et contenant aussi l'azote envoyé en tête d'une colonne d'épuisement 19 (en anglais « flash column ») ayant un rebouilleur de cuve 22. Le gaz 21 soutiré en tête de la colonne 19 est enrichi en hydrogène et se réchauffe dans l'échangeur 9 pour valorisation en tant que gaz de purge vers un réseau de carburant en général.

Le liquide de cuve 23 de la colonne 19 contient principalement du monoxyde de carbone (et azote) et du méthane et est détendu dans la vanne 25 puis envoyé pour séparation dans la colonne CO/CH₄ 27. Un gaz 44 enrichi en monoxyde de carbone est formé en tête de la colonne et un liquide enrichi en méthane 33 est formé en cuve de la colonne. Le liquide 33 est divisé en deux, une partie 37 étant réchauffée (ou pas) dans l'échangeur cryogénique principal 9 pour valorisation comme gaz de purge (ou sous forme liquide en bissant l'échangeur 9) à la pression de la colonne CO/CH₄ (quelques bars) et l'autre partie 35 étant pressurisée par une pompe 36 pour alimenter la tête de la colonne de lavage au méthane 17 et pour valorisation éventuelle sous pression (fluide 38) sous forme gazeuse via l'échangeur cryogénique principal 9 (ou directement sous forme liquide en court-circuitant l'échangeur 9).

Un cycle de monoxyde de carbone assure le maintien en froid de l'appareil. Le monoxyde de carbone provenant de la tête de la colonne 27 est réchauffé dans l'échangeur 9, envoyé comme débit 45 à un compresseur 51. Une partie du

monoxyde de carbone est produit comme gaz 53 sous pression à la sortie du compresseur. Une autre partie 57 se refroidit dans l'échangeur 9 et est divisée en deux. Une partie 59 à une température intermédiaire de l'échangeur 9 est détendue dans une turbine 61 et envoyée par une vanne 63 par la conduite 65 au compresseur 51. Une autre partie 67 poursuit son refroidissement dans l'échangeur 9. Une fraction 69 du monoxyde de carbone refroidi sert à chauffer le rebouilleur de cuve 22 de la colonne d'épuisement 19 et se trouve condensée. Une autre fraction 71 sert à chauffer le rebouilleur de cuve 31 de la colonne CO/CH₄ 27 et est mélangée avec la fraction condensée 69. Le débit entier 73 est détendu dans une vanne 75 et envoyé au condenseur de tête 29 de la colonne CO/CH₄ où il se vaporise pour former le débit de monoxyde de carbone 43 qui se mélange avec le gaz de tête de la colonne CO/CH₄.

Une partie du liquide 77 du condenseur de tête 29 est envoyée à un séparateur de phases 79. Du séparateur de phases 79 on soutire un liquide 81 qui est envoyé à l'échangeur 21 qui refroidit les soutirages intermédiaires de la colonne de lavage au méthane, le liquide 81 s'y vaporise et le gaz est renvoyé au séparateur de phases 79. Le gaz 83 du séparateur de phases 79 est envoyé à l'entrée du compresseur 51 avec le gaz 43.

On notera que les trois colonnes 17, 27, 19 sont toutes posées au sol, ce qui augmente la prise (l'encombrement) au sol. Pour répondre à une hauteur hydrostatique nécessaire pour alimenter la pompe 36 en liquide riche en CH₄ sans risque de cavitation, la colonne 27 est surélevée d'une hauteur suffisante.

Selon l'invention, comme indiqué Figure 2, la colonne CO/CH₄ 27 est placée au-dessus de la colonne d'épuisement 19, les deux colonnes ayant le même axe principal. Ainsi le liquide enrichi en méthane 33 de la cuve de la colonne 27 traverse une hauteur H pour arriver à la pompe 36 et se trouve à une pression plus élevée à cause de la pression hydrostatique. Une partie du liquide à la pression surélevée peut être prise pour servir de produit en aval ou en amont de la pompe 36. L'encombrement au sol des colonnes de la boîte froide s'en trouve ainsi réduit. En outre, si la somme des hauteurs des deux colonnes 27 et 19 est inférieure la

hauteur de la colonne 17, la longueur du paquet des colonnes de la boîte froide n'est pas modifiée.

Dans une boîte froide avec lavage au méthane classique comme illustrée à la Figure 1, la phase liquide 18 du fond de cuve de la colonne de lavage 17 est
5 envoyée vers la colonne d'épuisement 19. Celle-ci a pour fonction d'éliminer l'hydrogène résiduel encore dissout dans le monoxyde de carbone.

A la différence de la Figure 1, pour améliorer la récupération de monoxyde de carbone, la colonne d'épuisement comprend quelques plateaux supplémentaires en tête de colonne, constituant une colonne auxiliaire 20 à
10 diamètre réduit par rapport à la colonne 19. Dans cette section supplémentaire, la phase gazeuse est lavée à contre-courant par du méthane liquide 39 pour en extraire le monoxyde de carbone encore dissout. Le trafic liquide/vapeur dans cette section 20 est assez faible : tous les autres débits de gaz entrant dans la colonne d'épuisement 19 sont situés en dessous de la section 20. Afin d'assurer
15 une bonne distribution liquide/vapeur et un bon contact entre les phases, il est donc justifié de diminuer le diamètre dans la section supérieure 20 de la colonne d'épuisement : elle prend alors le nom de « colonne auxiliaire » (minaret).

La colonne 19 est alimentée par le liquide de lavage 18 en dessous de la colonne auxiliaire. La colonne auxiliaire 20 est alimentée en tête par un liquide 39
20 riche en méthane provenant de la pompe 36. Le gaz de tête 21 de la colonne auxiliaire est envoyé après réchauffage dans l'échangeur 9 comme gaz de purge.

(A) Pour faciliter son support, la colonne auxiliaire 20 s'intègre sur environ un mètre dans la colonne d'épuisement 19.

D'autre part, la mise en place de la colonne CO/CH₄ 27 nécessitant une
25 certaine élévation pour pouvoir alimenter la ou les pompes 36 de méthane positionnées en fond de cuve avec une hauteur nette d'aspiration (désignée par NPSH) disponible suffisante, dans la Figure 2, on propose de positionner la colonne CO/CH₄ 27 au dessus de la colonne d'épuisement 19 (avec ou sans la colonne auxiliaire 20). C'est souvent l'accumulation verticale de ces deux colonnes
30 19, 27 ou des trois colonnes 19, 20, 27 cumulées qui détermine le dimensionnement en hauteur du paquet des colonnes. La Figure 3 montre alors

une autre variante qui permet de réduire la dimension verticale du paquet (« casing » en anglais) des colonnes (ensemble de la colonne d'épuisement 19 et la colonne CO/CH₄ 27).

Une innovation de la présente invention consiste à relocaliser la colonne
5 auxiliaire 20 de tête de colonne d'épuisement, par exemple en la fixant sur le côté de la colonne de lavage 17. Cette relocalisation peut-être effectuée ailleurs dans la boîte froide (sur une autre colonne par exemple, telle que la deuxième colonne 27 ou une colonne de post-traitement telle qu'une colonne de déazotation) pour autant que la colonne auxiliaire 20 reste positionnée en charge sur la partie
10 inférieure de la colonne d'épuisement 19. Cette idée permet de réduire à la fois :

- la longueur de la virole de la partie inférieure de la colonne d'épuisement 19 pour la raison (A) mentionnée ci-avant
- l'élévation de la virole de la colonne CO/CH₄ 27 grâce au repositionnement de la colonne auxiliaire 20 (tout en s'assurant que la nouvelle
15 élévation reste compatible avec le NPSH requis pour la ou les pompes de méthane).

Lorsque le paquet « colonnes » est dimensionné en hauteur par l'ensemble « colonne d'épuisement 19 + colonne CO/CH₄ 27 », cette hauteur s'en trouve donc réduite.

20 Selon la Figure 4, un mélange d'hydrogène, de monoxyde de carbone et de méthane 1 est épuré dans l'unité 3 pour enlever l'eau et le dioxyde de carbone. Le mélange épuré 5 se refroidit dans un l'échangeur cryogénique principal 9 pour être envoyé à un séparateur de phases 7, où il est séparé pour former un gaz 11 enrichi en hydrogène et un liquide 13 enrichi en méthane. Le liquide 13 est envoyé
25 en tête d'une colonne d'épuisement 19 ayant un rebouilleur de cuve 22. Le gaz 21 soutiré en tête de la colonne 101 est enrichi en hydrogène et se réchauffe dans l'échangeur 9 pour valorisation en tant que gaz de purge vers un réseau de carburant en général....

Le liquide de cuve 23 de la colonne 19 contient principalement du
30 monoxyde de carbone et du méthane et est envoyé se séparer dans la colonne CO/CH₄ 27. Un gaz enrichi en monoxyde de carbone est formé en tête de la

colonne et un liquide enrichi en méthane 33 est formé en cuve de la colonne. Le liquide 35 est réchauffé dans l'échangeur pour servir de carburant. Le liquide 33 est divisé en deux, une partie 37 étant réchauffée (ou pas) dans l'échangeur cryogénique principal 9 pour valorisation comme gaz de purge (ou sous forme
5 liquide en court-circuitant l'échangeur 9) à la pression de la colonne CO/CH₄ (quelques bars) et l'autre partie 35 étant pressurisée par une pompe 36 pour valorisation éventuelle sous pression (fluide 38) sous forme gazeuse via l'échangeur cryogénique principal 9 (ou directement sous forme liquide en
bypassant l'échangeur 9).

10 Un cycle de monoxyde de carbone assure le maintien en froid de l'appareil. Le monoxyde de carbone provenant de la tête de la colonne 27 est réchauffé dans l'échangeur 9, envoyé comme débit 45 à un compresseur 51. Une partie du monoxyde de carbone est produite comme gaz 53 sous pression à la sortie du compresseur. Une autre partie 57 se refroidit dans l'échangeur 9 et est divisée en
15 deux. Une partie 59 à une température intermédiaire de l'échangeur 9 est détendue dans une turbine 61 et envoyée par une vanne 63 par la conduite 65 au compresseur 51. Une autre partie 67 poursuit son refroidissement dans l'échangeur 9. Une fraction 69 du monoxyde de carbone refroidi sert à chauffer le rebouilleur de cuve 22 de la colonne 19 et se trouve condensée. Une autre fraction
20 71 sert à chauffer le rebouilleur de cuve 31 de la colonne CO/CH₄ 27 et est mélangée avec la fraction condensée 69. Le débit entier 73 est détendu dans une vanne 75 et envoyé au condenseur de tête 29 de la colonne CO/CH₄ où il se vaporise pour former le débit de monoxyde de carbone 43 qui va alimenter le compresseur 51 après passage dans l'échangeur 9.

25 On notera que les deux colonnes 19, 27 sont toutes posées au sol.

Pour l'innovation de la Figure 5, on notera qu'à la différence de la Figure 4, la colonne 27 est positionnée au-dessus la colonne 19, qui est elle-même positionnée au-dessus du séparateur de phases 7. Il est également possible de placer le séparateur de phases 7 à côté des deux colonnes 101, 27.

30 Selon la Figure 6, un mélange d'hydrogène, de monoxyde de carbone, d'azote et de méthane 1 est épuré dans l'unité 3 pour enlever l'eau et le dioxyde

de carbone. Le mélange épuré 5 se refroidit dans un échangeur 9 pour être envoyé à un séparateur de phases 7, où il est séparé pour former un gaz 11 enrichi en hydrogène et un liquide 13 enrichi en méthane. Le gaz 11 se sépare dans une colonne 601 de lavage au monoxyde de carbone alimentée en tête par un liquide de lavage 623 riche en monoxyde de carbone.

Le liquide de cuve de la colonne 601 est mélangé avec le liquide 13 pour former le liquide 18 et le liquide formé est envoyé en tête d'une colonne d'épuisement 19 (en anglais « flash column ») ayant un rebouilleur de cuve 22. Le gaz 21 soutiré en tête de la colonne 19 est enrichi en hydrogène et se réchauffe dans l'échangeur 9 pour valorisation en tant que gaz de purge vers un réseau de carburant en général....

Le liquide de cuve 23 de la colonne 19 contient principalement du monoxyde de carbone et du méthane et est envoyé se séparer dans la colonne CO/CH₄ 27. Un gaz enrichi en monoxyde de carbone 43 est formé en tête de la colonne et un liquide enrichi en méthane 33 est formé en cuve de la colonne. Le liquide 33 est divisé en deux, une partie 37 étant réchauffée (ou pas) dans l'échangeur cryogénique principal 9 pour valorisation comme gaz de purge (ou sous forme liquide en court-circuitant l'échangeur 9) à la pression de la colonne CO/CH₄ 27 (quelques bars) et l'autre partie 35 étant pressurisée par une pompe 36 pour valorisation éventuelle sous pression (fluide 38), sous forme gazeuse via l'échangeur cryogénique principal 9 (ou directement sous forme liquide en court-circuitant l'échangeur 9).

Un cycle de monoxyde de carbone assure le maintien en froid de l'appareil. Le monoxyde de carbone provenant de la tête de la colonne 27 est réchauffé dans l'échangeur 9, envoyé comme débit 45 à un compresseur 51. Une partie du monoxyde de carbone est produit comme gaz 53 sous pression à la sortie du compresseur. Une autre partie 57 se refroidit dans l'échangeur 9 et est divisée en deux. Une partie 59 est détendue dans une vanne 63 puis envoyée par la conduite 65 au compresseur 51. Une autre partie est divisée en deux fractions. Une fraction 69 du monoxyde de carbone refroidi sert à chauffer le rebouilleur de cuve 22 de la colonne d'épuisement 19 et se trouve condensée. Une autre fraction 71 sert à

chauffer le rebouilleur de cuve 31 de la colonne CO/CH₄ 27 et est mélangée avec la fraction condensée 71. Le débit entier 73 est détendu dans une vanne et envoyé au condenseur de tête 619 de la colonne CO/CH₄ où il se vaporise pour former le fluide 43 de monoxyde de carbone. Un bain de monoxyde de carbone 29 en tête
5 de la colonne 27 alimente le condenseur 619 en gaz à condenser.

Dans le cas où le monoxyde de carbone contient trop d'azote, le gaz de tête 635 de la colonne 27 est envoyé à la colonne de déazotation 603 ayant un condenseur de tête 615. Le liquide de cuve 613 de la colonne de déazotation 603 se vaporise dans le condenseur de tête 615 et est mélangé au fluide 43 pour
10 former le fluide 45 qui est envoyé au compresseur 51 via l'échangeur 9. Le gaz de tête enrichi en azote 617 est réchauffé dans l'échangeur 9 et dirigé vers un réseau de carburant. Le monoxyde de carbone nécessaire au lavage dans la colonne 603 est assuré par les fluides 609 et 611 soutirés au refoulement du compresseur 51. Une partie de ces fluides est envoyé comme débit 623 en tête de la colonne de
15 lavage 601. La mise en place d'une colonne de déazotation peut être applicable dans tous les cas de figure précédemment cités lorsque l'azote doit être partiellement ou totalement retiré du gaz produit.

On notera que les quatre colonnes 601, 19, 27, 603 sont toutes posées sur le sol, ce qui augmente la prise au sol.

20 Selon l'innovation de la Figure 7, la colonne CO/CH₄ 27 est positionnée au-dessus de la colonne d'épuisement 19 pour que le débit riche en méthane liquide 35 soit pressurisé hydrostatiquement en amont de la pompe 36.

La Figure 8 montre un procédé de lavage à l'azote dans lequel un mélange d'hydrogène, de monoxyde de carbone, d'azote et de méthane 1 sort d'une unité
25 de type Rectisol ® 804 et est épuré dans une unité d'épuration 3 pour retirer l'eau, le méthanol et le CO₂ (adsorber le méthanol ou tout autre solvant utilisé dans un lavage amont peut être également requis dans tous les cas de figure précédemment cités). Le mélange épuré 5 est refroidi dans l'échangeur 9 puis envoyé à un séparateur de phases 7. Le gaz du séparateur de phases 7 est
30 mélangé avec une partie 6 non refroidie du gaz 5 pour former le débit 11. Une partie du débit 11 est utilisé pour réchauffer le rebouilleur de cuve 851 d'une

colonne N_2/CH_4 850, en étant partiellement condensé. Le débit partiellement condensé est envoyé à un séparateur de phases 809. Le liquide 819 du séparateur 809 est riche en méthane et est envoyé à la pompe 36. Le gaz 827 du séparateur 809 rejoint du gaz 821 du séparateur 7, est refroidi dans l'échangeur 9, puis
5 séparé dans un séparateur de phases 807 et le gaz produit 814 alimente la colonne de lavage à l'azote 811 pour être séparé.

La colonne 811 est alimentée en tête par un débit de liquide 833 produit par la liquéfaction d'un débit 831 d'azote gazeux dans l'échangeur 9. Une autre partie 835 de l'azote condensé est mélangée avec le gaz de tête 829 réchauffé de la
10 colonne 811 contenant de l'hydrogène et envoyé à l'unité d'extraction de CO_2/H_2S (Rectisol® par exemple) 804 pour échange thermique ; le gaz formé 843 sort de l'appareil..

Le liquide de cuve 847 de la colonne de lavage à l'azote 811 est détendu, puis envoyé à un séparateur de phases 845. Le gaz produit 853 se réchauffe dans
15 l'échangeur 9 comme gaz de purge. Le liquide 849 alimente la colonne N_2/CH_4 850 pour former un débit gazeux 852 appauvri en méthane et enrichi en azote et un débit liquide enrichi en méthane. Le débit liquide enrichi en méthane 35 est envoyé à la pompe 36, puis alimente un séparateur de phases 821. Le gaz 825 est envoyé à l'échangeur 9 pour produire une phase gazeuse riche en méthane. Le liquide
20 823 peut soit être également envoyé à l'échangeur 9 pour produire une phase riche en méthane gazeuse sous pression, soit court-circuiter l'échangeur 9 pour produire du méthane liquide sous pression comme produit final. Il est également possible de produire une phase riche en méthane gazeuse ou liquide à basse pression en vaporisant du liquide pris en amont de la pompe 36..

25 Dans l'innovation de la Figure 9, la colonne N_2/CH_4 850 est disposée au-dessus de la colonne de lavage à l'azote 811.

On pourrait également envisager de surélever la colonne 27 en la plaçant uniquement au-dessus d'un séparateur de phases, par exemple au-dessus du séparateur 7 pour la Figure 4, du séparateur 7 pour la Figure 6 ou un des
30 séparateurs 7, 807, 809, 845 pour la Figure 8.

Revendications

5 1. Appareil de séparation cryogénique d'un mélange (5) de méthane, de
monoxyde de carbone et d'hydrogène et éventuellement de l'azote comprenant
une première unité de séparation comprenant au moins une première colonne
(19, 811) et/ou un séparateur de phases (7, 807, 809, 821, 845), la première unité
de séparation étant alimentée par le mélange (5, 814), une première conduite pour
10 sortir un gaz enrichi en hydrogène et éventuellement en azote (21, 829) de la
première unité, une deuxième conduite pour sortir un liquide (23, 847, 849)
contenant du méthane et du monoxyde de carbone de la première colonne ou du
séparateur de phases, une deuxième colonne (27, 850) reliée à la deuxième
conduite, une troisième conduite reliée à la cuve de la deuxième colonne pour
15 soutirer un liquide enrichi en méthane (33) et une quatrième conduite reliée à la
tête de la deuxième colonne pour soutirer un gaz enrichi en monoxyde de carbone
ou en azote (43, 852), la première colonne et/ou un ou plusieurs séparateur(s) de
phases étant disposé en dessous de la deuxième colonne, les deux colonnes ou la
deuxième colonne et le ou les séparateurs de phases ayant le même axe principal,
20 de sorte que le liquide enrichi en méthane (33) est produit à une pression plus
élevée que la pression de la cuve de la deuxième colonne, la deuxième colonne
comprenant un rebouilleur de cuve (31) caractérisé en ce que le cas échéant il ne
comprend pas de moyen pour envoyer de gaz de tête de la première colonne pour
chauffer le rebouilleur de cuve de la deuxième colonne et en ce que la deuxième
25 conduite est une conduite reliée à la cuve de la première colonne.

2. Appareil selon la revendication 1 comprenant une pompe (36) reliée à
la troisième conduite, disposée plus près du sol que la cuve de la deuxième
colonne (27, 850).

3. Appareil selon la revendication 2 comprenant une colonne auxiliaire (20) dont la tête est éventuellement reliée à la pompe (36) et dont la cuve est reliée à la tête de la première colonne (19, 811) par des moyens pour envoyer du gaz de la tête de la première colonne à la cuve de la colonne auxiliaire et par des moyens pour envoyer du liquide de la cuve de la colonne auxiliaire vers la tête de la première colonne, la colonne auxiliaire étant éventuellement disposée à côté de la première colonne.

4. Appareil selon la revendication 3 dans lequel la colonne auxiliaire (20) est disposée de sorte que sa cuve est plus loin du sol que la tête de la première colonne (19).

5. Appareil selon la revendication 3 ou 4 dans lequel la colonne auxiliaire (20) est fixée à la deuxième colonne (27) ou la première unité comprend une colonne de prétraitement (17), une conduite pour amener le mélange de la colonne de prétraitement à la première colonne, la colonne auxiliaire étant fixée à la colonne de pré-traitement ou l'appareil comprend une colonne de post-traitement en aval de la deuxième colonne, la colonne auxiliaire étant fixée à la colonne de post-traitement.

20

6. Appareil selon l'une des revendications 2 à 5 dans lequel la première unité comprend une colonne de lavage au méthane (17), cette colonne étant reliée à la première colonne (19) pour l'alimenter avec le mélange qui est un liquide de cuve de la colonne de lavage au méthane, la tête de la colonne de lavage au méthane étant reliée à la pompe (36).

25

7. Appareil selon l'une des revendications 1 à 5 dans lequel la première unité comprend un séparateur de phases (7) et des moyens pour amener du liquide du séparateur de phases comme le mélange qui alimente la première colonne.

30

8. Appareil selon l'une des revendications 1 à 5 dans lequel la première unité comprend une colonne de lavage (601), le liquide de lavage étant riche en monoxyde de carbone, ainsi que des moyens pour envoyer le liquide de cuve de la colonne de lavage à la première colonne (19).

5

9. Appareil selon l'une des revendications précédentes comprenant des moyens pour produire du méthane liquide comme produit final.

10. Procédé de séparation cryogénique d'un mélange de méthane et de monoxyde de carbone ainsi que d'hydrogène et éventuellement d'azote dans lequel une première séparation du mélange est réalisée utilisant au moins une première colonne (19, 811) ou au moins un séparateur de phase (7, 807, 809, 821, 845), alimenté(e) par le mélange, pour produire un fluide (23, 847, 849) enrichi en méthane et contenant du monoxyde de carbone et éventuellement de l'azote, le fluide est séparé dans une deuxième colonne (27, 850) pour produire un gaz enrichi en monoxyde de carbone (45) et éventuellement en azote et un liquide enrichi en méthane (35,37), la première colonne ou le séparateur de phase est disposé(e) en dessous de la deuxième colonne, les deux colonnes ou la deuxième colonne et le séparateur de phase ayant le même axe principal, de sorte que le liquide enrichi en méthane est pressurisé au moins en partie par pression hydrostatique, la deuxième colonne comprenant un rebouilleur de cuve (31) caractérisé en ce que le rebouilleur de cuve (31) est chauffé par un gaz (71) autre qu'un gaz de tête de la première colonne et en ce que le fluide enrichi en méthane provient de cuve de la première colonne, le cas échéant.

25

11. Procédé selon la revendication 10 dans lequel le rebouilleur de cuve (31) est chauffé par un gaz de cycle (71) qui est le monoxyde de carbone.

12. Procédé selon l'une des revendications 10 et 11 dans lequel un gaz de tête (21) de la première colonne (19) se réchauffe dans un échangeur (9) où se refroidit le mélange.

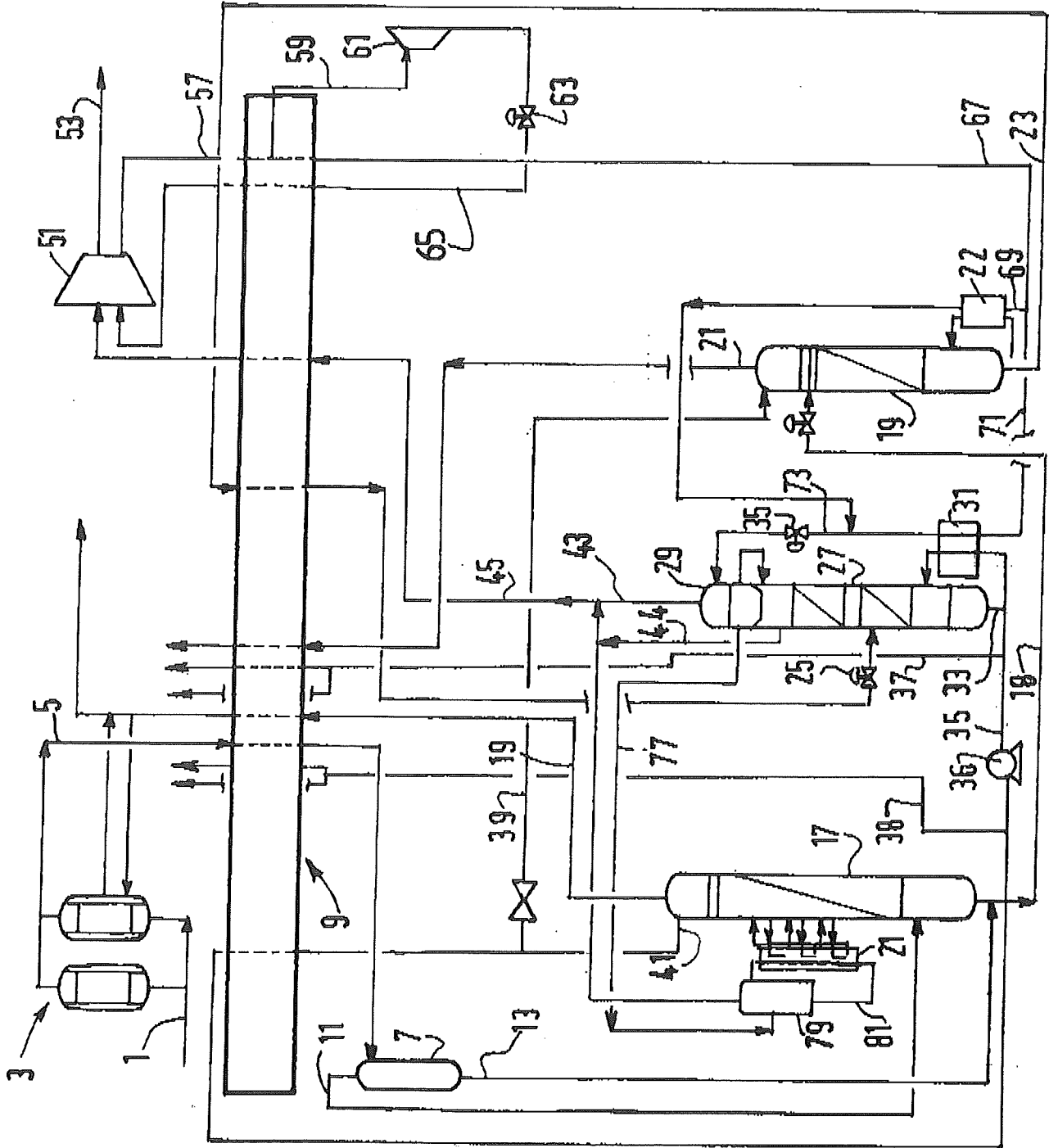
30

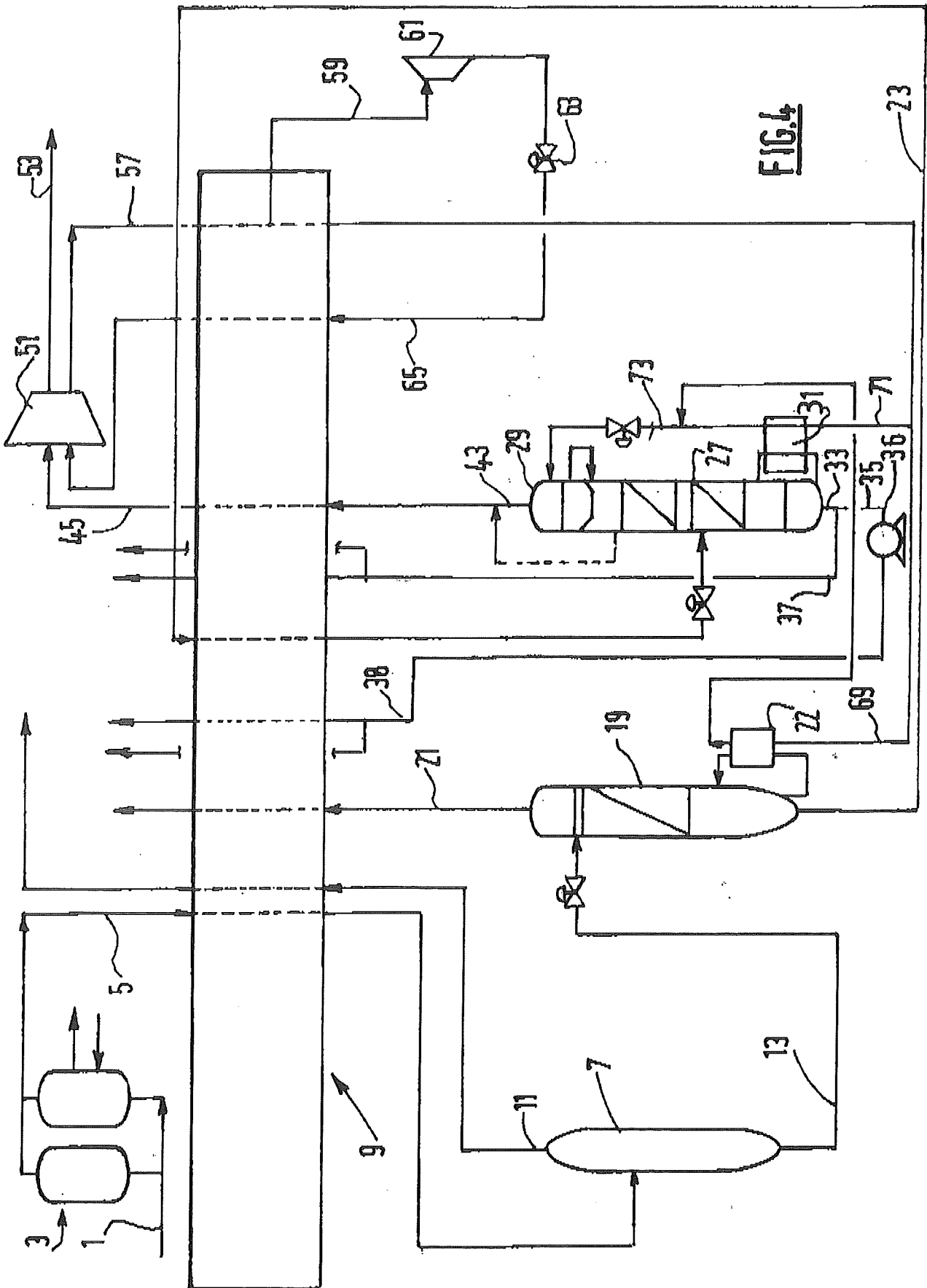
13. Procédé selon la revendication 12 dans lequel tout le gaz de tête (21) de la première colonne se réchauffe dans l'échangeur (9).

5 14. Procédé selon une des revendications 10 à 13 dans lequel le liquide enrichi en méthane (35) est pressurisé en partie par une pompe (36) disposée plus près du sol que la cuve de la deuxième colonne (27).

15. Procédé selon la revendication 14 dans lequel la pompe (36) est au sol.

FIG.1





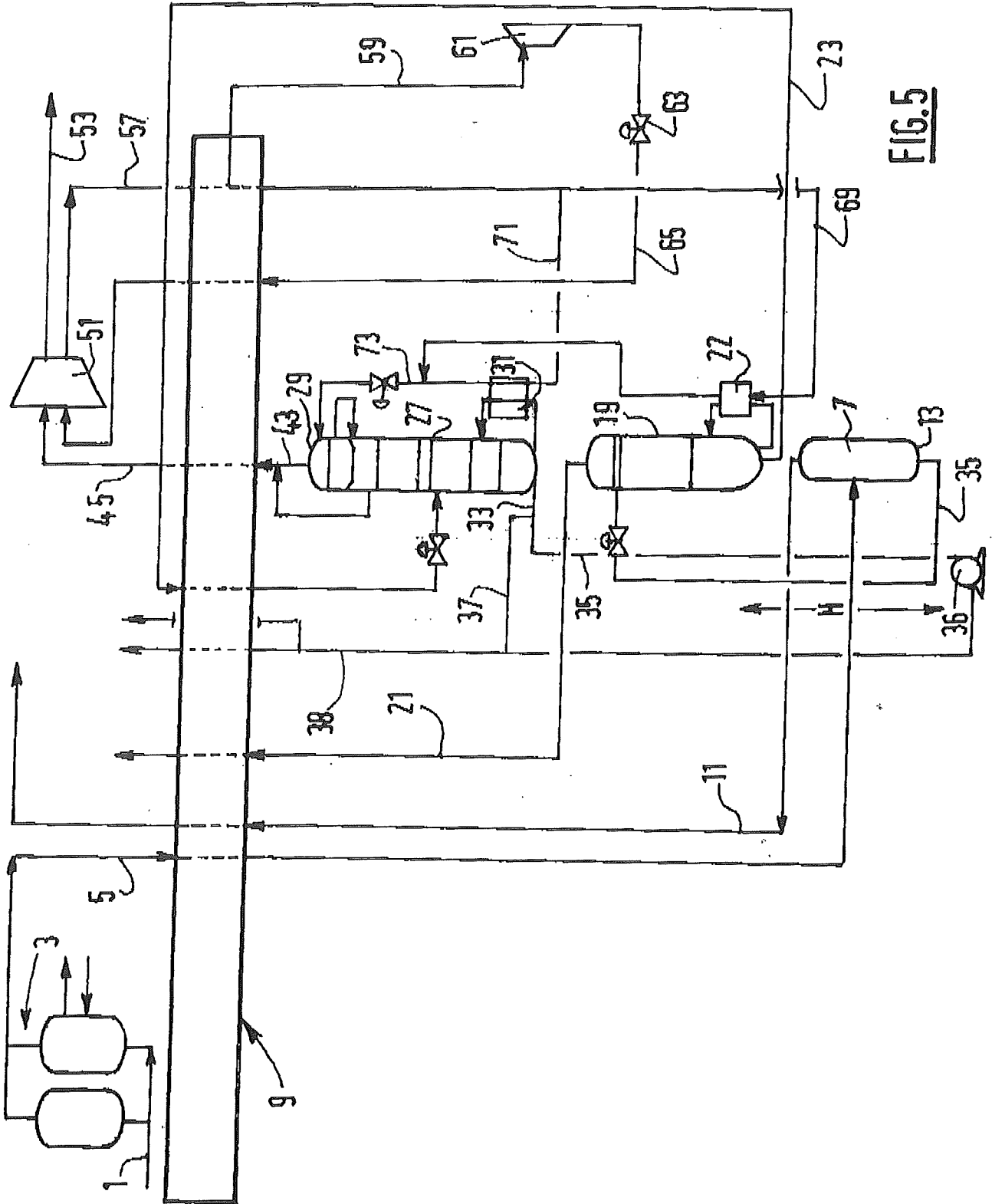
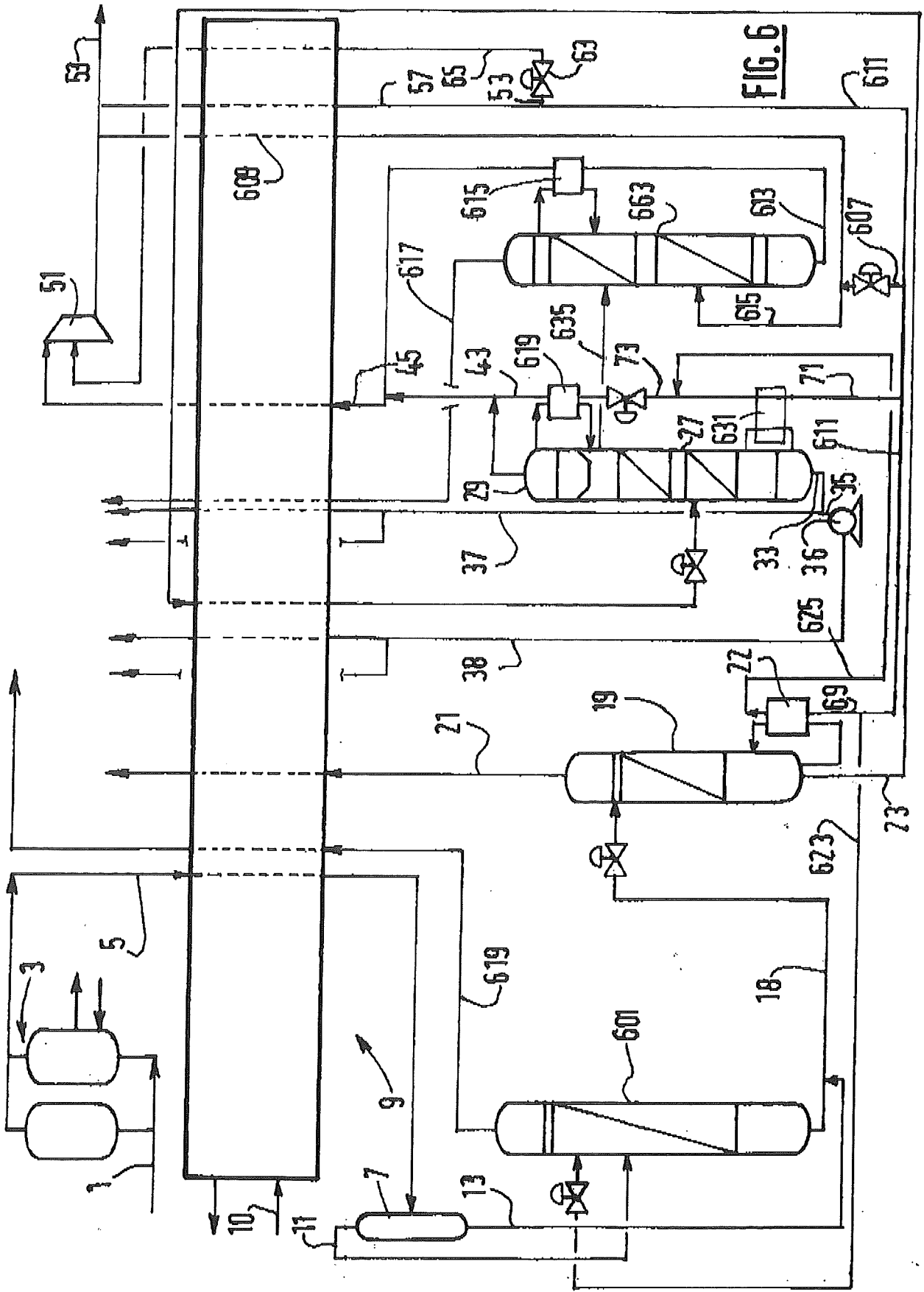


FIG. 5



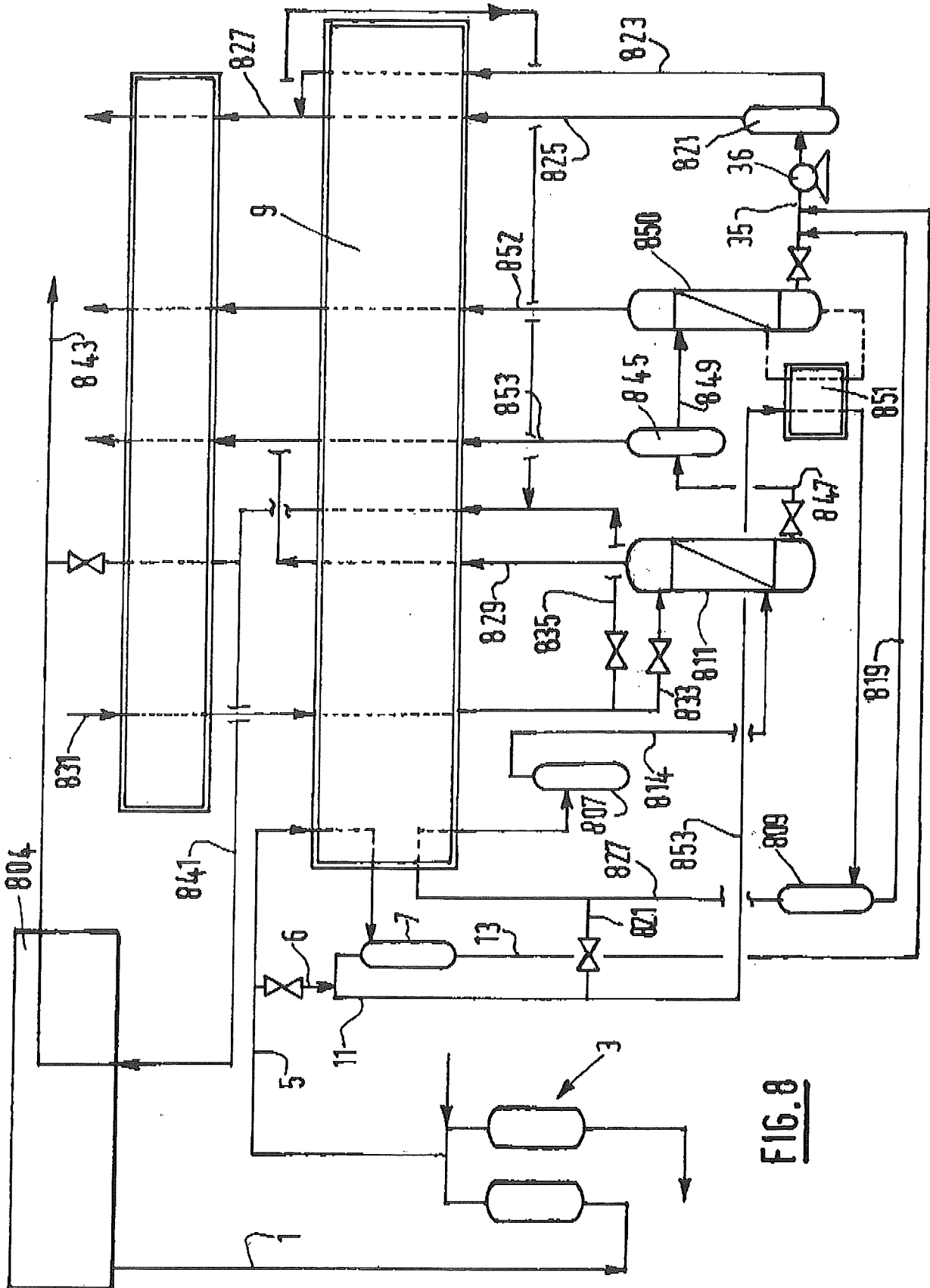


FIG. 8

