

(19)



(11)

**EP 1 966 554 B1**

(12)

**FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:

**15.08.2018 Bulletin 2018/33**

(21) Numéro de dépôt: **06842175.9**

(22) Date de dépôt: **15.12.2006**

(51) Int Cl.:

**F25J 3/04 (2006.01)**

(86) Numéro de dépôt international:

**PCT/FR2006/051366**

(87) Numéro de publication internationale:

**WO 2007/074276 (05.07.2007 Gazette 2007/27)**

(54) **APPAREIL DE SÉPARATION D'AIR PAR DISTILLATION CRYOGÉNIQUE**

**LUFTTRENNVORRICHTUNG DURCH KRYOGENISCHE DESTILLATION**

**AIR SEPARATING DEVICE BY MEANS OF CRYOGENIC DISTILLATION**

(84) Etats contractants désignés:

**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HU IE IS IT LI LT LU LV MC NL PL PT RO SE SI SK TR**

(30) Priorité: **20.12.2005 FR 0553971**

(43) Date de publication de la demande:

**10.09.2008 Bulletin 2008/37**

(73) Titulaire: **L'AIR LIQUIDE, Société Anonyme pour l'Etude**

**et l'Exploitation des Procédés Georges Claude 75007 Paris (FR)**

(72) Inventeur: **DAVIDIAN, Benoit**

**F-94100 Saint-Maur-des-Fossés (FR)**

(74) Mandataire: **Mercey, Fiona Susan**

**L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET**

**L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE**

**75 quai d'Orsay**

**75321 Paris Cédex 07 (FR)**

(56) Documents cités:

**EP-A- 0 581 116**

**EP-A- 1 146 302**

**GB-A- 1 472 402**

**US-A- 5 144 809**

**US-A- 5 899 093**

**US-A- 6 079 223**

**US-B1- 6 351 969**

**EP 1 966 554 B1**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

## Description

**[0001]** La présente invention concerne un appareil de séparation d'air par distillation cryogénique, en particulier pour la production d'azote, conformément au préambule de la revendication 1 et connu du document US-6351969-B1 Un générateur d'azote décrit dans US-A-5899093 comprend une ligne d'échange où se refroidit l'air à distiller, une colonne de distillation où l'air est séparé en un débit riche en azote en tête de colonne et en un débit enrichi en oxygène en cuve de colonne. Pour fournir du reflux, une partie du débit riche en azote est envoyé à un rebouilleur-condenseur où il se condense par échange de chaleur avec le débit enrichi en oxygène. Alternativement l'azote peut se condenser dans un déphlegmateur. Le liquide riche partiellement vaporisé dans le déphlegmateur est envoyé à un séparateur de phases et le liquide formé dans le séparateur circule de nouveau vers le déphlegmateur. La présente invention vise à supprimer le condenseur-rebouilleur à bain, qui impose des contraintes :

- de coût d'investissement, notamment pour assurer une recirculation de liquide
- de concentration des impuretés (CnHm, N<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub>,...)
- de purge liquide
- de maintien de niveau
- de mesure de niveau

**[0002]** Selon un objet de l'invention, il est prévu un appareil selon la revendication 1.

**[0003]** Selon des objets facultatifs :

- l'appareil comprend des moyens de biberonnage et/ou de détente d'air ou de liquide riche vaporisé ;
- la conduite pour envoyer de l'air comprimé, épuré et refroidi de la ligne d'échange à la colonne de distillation est connectée au bout froid de la section d'échange de chaleur ;
- l'appareil comprend des moyens de redistribution des passages entre la section d'échange de chaleur et la section de déflegmation ;
- la ligne d'échange est en cuivre ou en aluminium et/ou la colonne de distillation est en acier inoxydable ;
- la ligne d'échange et la colonne de distillation sont en aluminium ;
- la ligne d'échange est un échangeur à plaques et à ailettes brasées.

**[0004]** L'invention propose d'intégrer la fonction « vaporisation-condensation » dans l'échangeur principal en utilisant la partie la plus froide de l'échangeur comme déphlegmateur afin d'y condenser l'azote. Les intérêts de l'invention sont les suivants :

- Il y a une purge « naturelle » du liquide riche, qui est

peu concentré par vaporisation (à l'image d'un appareil à pompe).

- Comme on n'a plus besoin de purge de liquide de déconcentration, ceci permet :

5

- de supprimer les équipements qui y sont associés, dont la fosse à cailloux (ou pot de purge) nécessaire du fait d'une purge régulière et dont les équipements qui permettent de s'assurer de la fiabilité et l'effectivité de la purge,

10

- un gain de puissance frigorifique (pour un appareil biberonné, la consommation d'azote liquide est fortement réduite d'où une réduction du coût opératoire),

15

- d'alléger le suivi opération de cette purge « critique » en terme de sécurité.

- Suppression de la mesure de niveau, des pinces de mises à chauds des prises d'impulsion, des éventuels bulleurs et de la jauge de niveau et allègement suivi opération de cette mesure « critique » en terme de sécurité.

20

- Suppression du pot de recirculation.

25

**[0005]** Le surcoût sur échangeur est marginal, voire nul si on convertit une partie du gain de la puissance frigorifique dans une ligne d'échange un peu moins performante (et donc moins grande).

30

**[0006]** La boîte froide est plus haute, mais beaucoup moins large car l'échangeur est au-dessus de la colonne, ce qui se traduit par un gain important.

**[0007]** L'invention sera décrite en plus de détail en se référant à la figure qui représente un appareil de séparation d'air selon l'invention.

35

**[0008]** Un débit d'air 1 comprimé est épuré dans une unité d'épuration (non-illustrée) et envoyé au bout chaud d'une ligne d'échange 3. La ligne d'échange comprend une section 3A d'échange de chaleur classique et une section 3B de déphlegmation. Les deux sections sont contiguës et la ligne d'échange est un échangeur à plaques et à ailettes brasées.

40

**[0009]** L'air 1 se refroidit dans la ligne d'échange jusqu'au bout froid de la section 3A, puis sort de la ligne d'échange pour être envoyé en base d'une simple colonne de distillation 7. La colonne 7 contient des garnissages structurés ou des plateaux 9.

45

**[0010]** L'air se sépare en un débit 11 enrichi en oxygène et un débit enrichi en azote. Le débit enrichi en oxygène 11 est soutiré sous forme liquide de la colonne 7 et envoyé au bout froid de la section 3B. Le gaz enrichi en azote sort directement de la tête de la colonne dans les passages de la section 3B. De préférence la ligne d'échange 3 a la même largeur que la tête de la colonne 7 et est soudée à la virole de la colonne (par une pièce d'adaptation rond-carré ou rond-rectangulaire).

50

**[0011]** Les frigories nécessaires à la distillation sont fournies par biberonnage d'azote liquide 13, provenant d'un stockage de manière connue décrite dans EP-A-

55

0452177. Alternativement ou additionnellement une turbine d'air 5 ou de liquide riche vaporisé peut être prévue.

**[0012]** La section 3B comprend deux passages d'azote pour un passage de liquide riche. Le liquide riche se vaporise entièrement dans cette section 3B de la ligne d'échange 3 de sorte qu'il est entièrement transformé en gaz 15. L'azote se condense en partie : la partie condensée retombe par gravité dans la colonne pour servir de reflux, la ligne d'échange 3 étant installée au-dessus de la colonne par soudage direct. Le reste de l'azote gazeux 17 continue son ascension à travers toute la ligne d'échange 3.

**[0013]** La section 3A de la ligne d'échange est composée de la ligne d'échange principale classique. L'azote gazeux 17 et le liquide riche vaporisé 15 se réchauffent face à l'air entrant 1.

**[0014]** Pour optimiser la ligne d'échange 3, au niveau de l'interface entre les deux sections, on pourra ré-affecter les doubles passages azote de la section 3B de déphlegmation entre l'azote à réchauffer et l'air à refroidir de la section 3A. Ceci peut être réalisé par entrée/sortie de fluide (boîte de distribution), ou, de façon préférentielle, par redistribution interne (utilisation de barres et de tôles séparatrices perforées).

**[0015]** La ligne d'échange 3 est de préférence en cuivre ou en aluminium et la colonne 7 sera en acier inoxydable. Si la ligne d'échange est en aluminium et la colonne en acier inoxydable, il faut prévoir une (des) jonction(s) mixte(s) entre les deux. Sinon la ligne d'échange 3 et la colonne 7 peuvent être en aluminium.

## Revendications

1. Appareil de séparation d'air par distillation cryogénique pour la production d'azote comprenant :

- a) une ligne d'échange (3) qui est un échangeur à plaques et à ailettes brasées
- b) une simple colonne de distillation (7) contenant des plateaux et/ou des garnissages structurés
- c) une conduite (1) pour envoyer de l'air comprimé et épuré à la ligne d'échange
- d) une conduite pour envoyer de l'air comprimé, épuré et refroidi de la ligne d'échange à la colonne de distillation
- e) une conduite (11) pour soutirer un liquide enrichi en oxygène de la colonne et pour l'envoyer à la ligne d'échange et la ligne d'échange comprenant deux sections contiguës qui sont une section de déphlegmation (3B) et une section d'échange de chaleur (3A) ; la section de déphlegmation est connectée à la colonne et à la conduite de liquide enrichi en oxygène et la section d'échange de chaleur est connectée à la conduite d'air et à la section de déphlegmation, la ligne d'échange (3) étant située au-dessus de

la colonne de distillation (7),

**caractérisé en ce que** la section de déphlegmation (3B) est fixée à la tête de la colonne (7), et la colonne et la section de déphlegmation sont agencées de sorte que le gaz enrichi en azote sort directement de la tête de la colonne dans les passages de cette section.

2. Appareil selon la revendication 1 comprenant des moyens de biberonnage (13) et/ou de détente d'air (5) ou de liquide riche vaporisé.
3. Appareil selon la revendication 1 ou 2 dans lequel la conduite pour envoyer de l'air comprimé, épuré et refroidi de la ligne d'échange à la colonne de distillation est connectée au bout froid de la section d'échange de chaleur (3A).
4. Appareil selon l'une des revendications précédentes comprenant des moyens de redistribution des passages entre la section d'échange de chaleur et la section de déphlegmation.
5. Appareil selon l'une des revendications précédentes dans lequel la ligne d'échange (3) est en cuivre ou en aluminium et/ou la colonne de distillation (7) est en acier inoxydable.
6. Appareil selon l'une des revendications précédentes dans lequel la ligne d'échange (3) et la colonne de distillation (7) sont en aluminium.

## Patentansprüche

1. Gerät zur Trennung von Luft durch kryogene Destillation zur Herstellung von Stickstoff, umfassend:

- a) eine Austauschleitung (3), die ein Austauscher mit Platten und gelöteten Rippen ist,
- b) eine einfache Destillationskolonne (7), die Platten und / oder strukturierte Auskleidungen enthält,
- c) eine Leitung (1) zum Leiten von komprimierter und gereinigter Luft an die Austauschleitung
- d) eine Leitung zum Zuführen komprimierter, gereinigter und gekühlter Luft von der Austauschleitung zu der Destillationskolonne,
- e) eine Leitung (11) zum Absaugen einer mit Sauerstoff angereicherten Flüssigkeit von der Kolonne und zum Leiten derselben zu der Austauschleitung, und wobei die Austauschleitung zwei zusammenhängende Abschnitte umfasst, die ein Dephlegmierungsabschnitt (3B) und ein Wärmeaustauschabschnitt (3A) sind; wobei der Dephlegmierungsabschnitt mit der Kolonne und mit der Leitung für mit Sauerstoff angereicherter

Flüssigkeit verbunden ist, und wobei der Wärmeaustauschabschnitt mit der Luftleitung und dem Dephlegmierungsabschnitt verbunden ist, wobei sich die Austauschleitung (3) oberhalb der Destillationskolonne (7) befindet,

**dadurch gekennzeichnet, dass** der Dephlegmierungsabschnitt (3B) an dem Kopf der Kolonne (7) befestigt ist, und dass die Kolonne und der Dephlegmierungsabschnitt so angeordnet sind, dass das mit Stickstoff angereicherte Gas direkt aus dem Kopf der Kolonne in die Durchgänge dieses Abschnitts austritt.

2. Gerät nach Anspruch 1, umfassend Mittel zum Ansaugen (13) und / oder zur Entspannung von Luft (5) oder von verdampfter reicher Flüssigkeit.
3. Gerät nach Anspruch 1 oder 2, wobei die Leitung zum Zuführen komprimierter, gereinigter und gekühlter Luft von der Austauschleitung zu der Destillationskolonne mit dem kalten Ende des Wärmeaustauschabschnitts (3A) verbunden ist.
4. Gerät nach einem der vorhergehenden Ansprüche, umfassend Mittel zur Umverteilung der Durchgänge zwischen dem Wärmeaustauschabschnitt und dem Dephlegmierungsabschnitt.
5. Gerät nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Austauschleitung (3) aus Kupfer oder Aluminium ist und / oder die Destillationskolonne (7) aus Edelstahl ist.
6. Gerät nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Austauschleitung (3) und die Destillationskolonne (7) aus Aluminium sind.

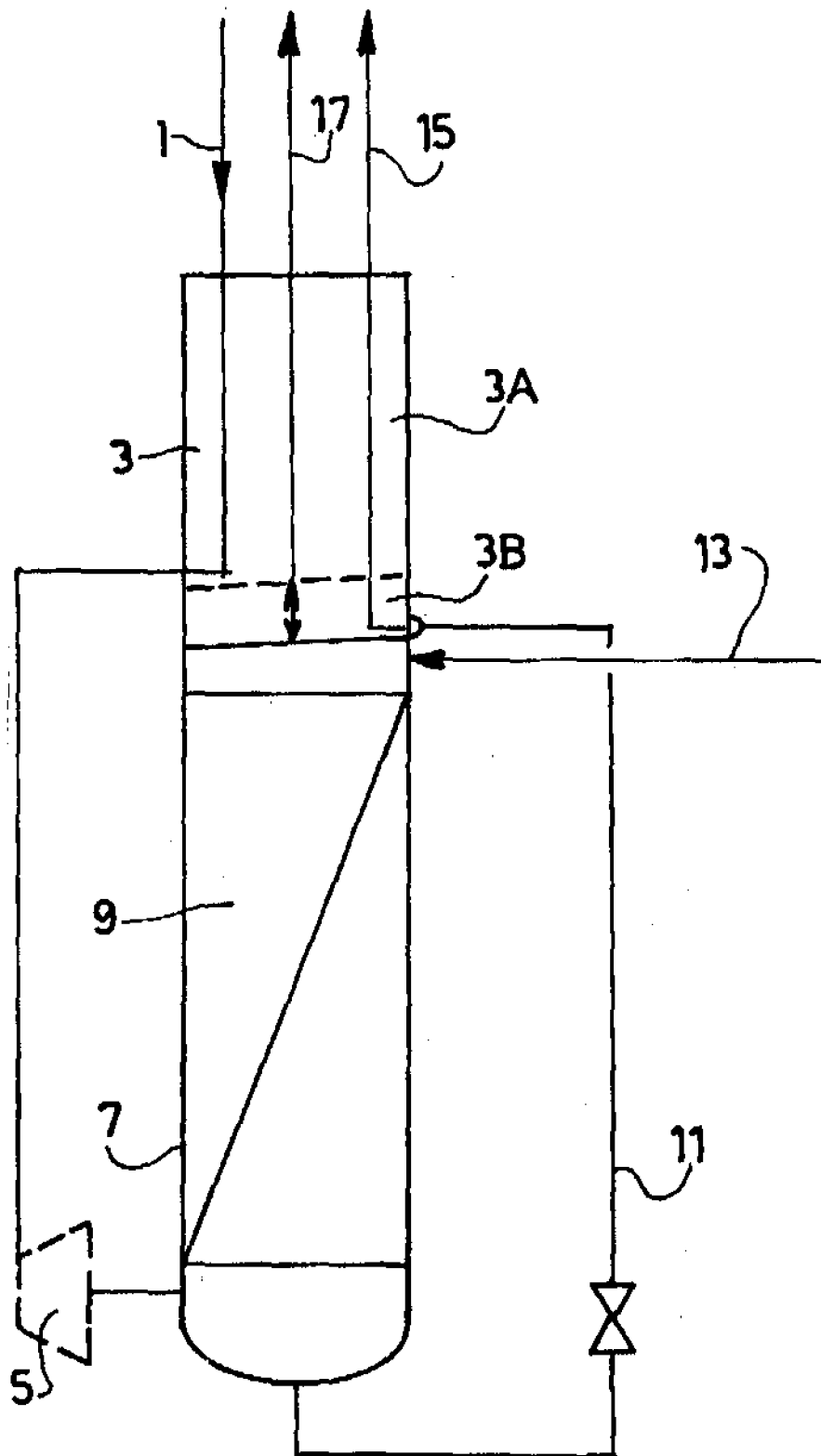
#### Claims

1. Air separating device by means of cryogenic distillation for producing nitrogen comprising:
  - a) an exchange line (3) which is a plate exchanger with brazed fins
  - b) a simple distillation column (7) containing plates and/or structured packings
  - c) a supply line (1) for delivery of compressed purified air to the exchange line
  - d) a supply line for delivery of the compressed purified and cooled air from the exchange line to the distillation column
  - e) a line (11) for withdrawal of a liquid enriched in oxygen from the column and for delivery to the exchange line and the exchange line having two contiguous sections which are a rectifying section (3B) and a heat exchange section (3A);

the rectifying section is connected to the column and to the line for the oxygen-enriched liquid and the heat exchange section is connected to the air supply line and to the rectifying section, the exchange line (3) being located above the distillation column (7),

**characterised in that** the rectifying section (3B) is fastened to the head of the column (7), and the column and the rectifying section are arranged in such a way that the nitrogen-enriched gas directly exits from the head of the column in the passages of this section.

2. Device according to claim 1 comprising means of trickling (13) and/or expanding air (5) or rich vaporised liquid.
3. Device according to claim 1 or 2 wherein the line for delivering compressed purified and cooled air from the exchange line to the distillation column is connected at the cold end of the heat exchange section (3A).
4. Device according to one of the preceding claims comprising means for redistributing passages between the heat exchange section and the rectifying section.
5. Device according to one of the preceding claims wherein the exchange line (3) is made from copper or from aluminium and/or the distillation column (7) is made of stainless steel.
6. Device according to one of the preceding claims wherein the exchange line (3) and the distillation column (7) are made from aluminium.



**RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION**

*Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.*

**Documents brevets cités dans la description**

- US 6351969 B1 [0001]
- US 5899093 A [0001]
- EP 0452177 A [0011]