

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :

2 975 307

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national :

11 54216

⑤1 Int Cl⁸ : B 01 D 53/04 (2012.01), C 01 B 3/56

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 16.05.11.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 23.11.12 Bulletin 12/47.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME
POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉ-
DES GEORGES CLAUDE Société anonyme — FR.

⑦2 Inventeur(s) : MONEREAU CHRISTIAN, CAR-
RIERE CELINE et URRUTIA ITZIAR.

⑦3 Titulaire(s) : L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME
POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉ-
DES GEORGES CLAUDE Société anonyme.

⑦4 Mandataire(s) : L'AIR LIQUIDE.

⑤4 PROCÉDE DE PURIFICATION PAR ADSORPTION AVEC REGENERATION AU MOYEN D'UN GAZ
COMPRENANT UN CONSTITUANT NON DESIRE DANS LE GAZ PURIFIE.

⑤7 Procédé de purification par adsorption d'un mélange gazeux comprenant un constituant principal et une impureté, mettant en oeuvre au moins un adsorbant et soumis à un cycle de pression comportant au moins une étape d'adsorption, une étape de production d'un flux enrichi en constituant principal et une étape de régénération, caractérisé en ce que l'étape de régénération comprend:

- une régénération de l'adsorbant au moyen d'un gaz de régénération comportant un constituant « non désiré » avec une teneur au moins 10 fois supérieure à la teneur admissible de ce constituant « non désiré » dans le flux enrichi en constituant principal; et

- un balayage de l'adsorbant au moyen d'un gaz de balayage de manière à éliminer de l'adsorbant au moins une partie du constituant « non désiré ».

FR 2 975 307 - A1



La présente invention concerne un procédé d'épuration par adsorption dans lequel l'adsorbant est cycliquement régénéré, notamment un procédé de type TSA (Temperature Swing Adsorption = adsorption avec variation de température) où l'on épure au moins partiellement un mélange gazeux comportant au moins un constituant principal et au moins une impureté.

Classiquement, un cycle de procédé TSA comporte les étapes suivantes:

- a) purification de l'air par adsorption des impuretés à pression super-atmosphérique et à température ambiante,
- b) dépressurisation de l'adsorbent jusqu'à la pression atmosphérique,
- 10 c) régénération de l'adsorbent à pression atmosphérique, notamment par les gaz résiduels, typiquement de l'azote impur provenant d'une unité de séparation d'air et réchauffé jusqu'à une température habituellement entre 100 et 250°C au moyen d'un ou plusieurs échangeurs thermiques,
- d) refroidissement à température ambiante de l'adsorbent, notamment en continuant à y introduire ledit gaz résiduel issu de l'unité de séparation d'air, mais non réchauffé, et
- 15 e) repressurisation de l'adsorbent avec de l'air purifié issu, par exemple, d'un autre adsorbent se trouvant en phase de production.

Il est connu de régénérer l'adsorbent avec un gaz différent du gaz à traiter.

A titre d'exemple, le document US 5 897 686 décrit le séchage et la décarbonatation de mélange H₂/CO par un inerte, en particulier de l'azote. L'adsorbent est ensuite repressurisé et remis en production.

Cependant dans certains cas, certains composés même inertes peuvent être gênant dans le gaz produit et doivent être exclus ou demeurer sous un seuil donné pour que le gaz produit soit utilisable industriellement.

25 On peut citer la purification finale des gaz dits ultra-purs qui ne doivent contenir des impuretés qu'au niveau de ppm, voire de ppb ou encore moins.

C'est également le cas pour certaines applications des mélanges H₂/CO ou plus généralement du gaz de synthèse.

30 Plus particulièrement, le mélange gazeux est un gaz de synthèse comprenant de l'hydrogène, du CO, éventuellement du méthane, de l'azote, de l'argon, de l'oxygène et les

impuretés principales font partie du groupe eau, méthanol, CO₂ avec éventuellement NH₃, HCN, des traces d'hydrocarbures C₂+...

5 Le gaz épuré est destiné à être séparé en des fractions enrichies en H₂ et/ou CO par exemple dans une unité cryogénique ou à être envoyé suivant des ratios H₂/CO déterminés à des unités aval.

Comme indiqué, le gaz de synthèse peut contenir en petite quantité des constituants tels que N₂ ou Ar qui viennent soit du gaz naturel ou du charbon utilisés comme matière première, soit de l'oxygène utilisé comme oxydant dans la préparation du gaz de synthèse, soit d'entrée d'air ou de gaz d'inertage dans le gaz d'alimentation au cours de son traitement.

10 Ces gaz se comportent généralement comme des inertes, parfois comme des poisons, suivant l'utilisation qui est faite des produits issus du gaz de synthèse.

Leur teneur peut donc être limitée par des spécifications que ce soit dans l'hydrogène, le CO ou les mélanges H₂/CO destinés à des synthèses diverses (oxo alcool, méthanol..).

15 Ces limitations peuvent aller de quelques ppm à quelques % molaire, par exemple quelques milliers de ppm dans de l'hydrogène destiné aux raffineries, 3% pour certaines synthèses.

Une séparation de ces gaz est possible mais est généralement coûteuse.

20 Une solution, dans le cas de la purification du gaz de synthèse, est d'utiliser une régénération avec de l'hydrogène pour éviter d'introduire d'autres constituants, en particulier de l'azote. Cependant, cette solution nécessite un recyclage du gaz de régénération pour éviter de le perdre.

Dès lors, un problème qui se pose est d'améliorer les procédés de purification présentant une régénération avec un gaz comprenant un constituant indésirable, qui conduirait à introduire une quantité trop importante de ce constituant indésirable dans le gaz purifié.

25 Une solution de la présente invention est un procédé de purification par adsorption d'un mélange gazeux comprenant un constituant principal et une impureté, mettant en œuvre au moins un adsorbant présentant au moins un adsorbant et soumis à un cycle de pression comportant au moins une étape d'adsorption, une étape de production d'un flux enrichi en constituant principal et une étape de régénération, caractérisé en ce que l'étape de régénération comprend :

- une régénération de l'adsorbant au moyen d'un gaz de régénération comportant un constituant « non désiré » avec une teneur au moins 10 fois supérieure à la teneur admissible de ce constituant « non désiré » dans le flux enrichi en constituant principal ; et
- un balayage de l'adsorbant au moyen d'un gaz de balayage de manière à éliminer de
5 l'adsorbant au moins une partie du constituant « non désiré ».

Par constituant « non désiré », on entend un constituant non souhaité dans le flux épuré autrement dit non souhaité dans le flux enrichi en constituant principal.

- Par définition le gaz de balayage n'est pas mélangé, en sortie de l'adsorbeur, avec le mélange gazeux à purifier ou avec le flux enrichi en constituant principal puisqu'il sortira
10 enrichi en constituant « non désiré ».

Afin de respecter cette concentration maximale, une solution est de réguler la quantité de gaz de balayage en contrôlant le débit du gaz de balayage et/ou la durée du balayage.

Selon le cas le procédé selon l'invention peut présenter une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- 15 - le gaz de régénération comporte un constituant secondaire avec une teneur supérieure ou égale à 50% molaire et la teneur admissible dudit constituant secondaire dans le flux enrichi en constituant principal est inférieure ou égale à 5% molaire ;
- on régule le débit du gaz de balayage et/ou la durée du balayage de manière à éliminer de l'adsorbant au moins une partie du constituant « non désiré » devant présenter une
20 concentration inférieure ou égale à 5% molaire dans le flux enrichi en constituant principal ;
- l'adsorbeur fonctionne en continu ;
- l'adsorption s'effectue à une première pression P1 ; la régénération s'effectue à une seconde pression P2 inférieure à P1 ; et le balayage s'effectue une troisième pression P3 inférieure à P1, de préférence égale ou inférieure à P2 ;
- 25 - le gaz de balayage est choisi entre le mélange gazeux à traiter ou le flux enrichi en constituant principal ;
- le gaz de régénération comprend au moins 50% d'un constituant moins adsorbable sur l'adsorbant qu'un des constituants principaux du gaz de balayage ;
- le gaz de régénération contient majoritairement de l'azote et le gaz de balayage contient du
30 méthane et/ou du CO et/ou de l'éthane ;

- le mélange gazeux à traiter est du gaz de synthèse comprenant de l'hydrogène, du CO et/ou du méthane, le gaz de régénération est de l'azote à plus de 95% molaire et le gaz de balayage est du gaz de synthèse, de préférence du gaz de synthèse épuré ;
- le mélange gazeux à traiter est un gaz de synthèse issu d'un procédé de lavage au méthanol
- 5 en basse température, le gaz de régénération contient majoritairement de l'azote et le gaz de balayage correspond à une fraction du mélange gazeux à purifier ;
- ledit procédé est un procédé TSA et le balayage est effectué après la phase de chauffage ou la phase de refroidissement ;
- ledit procédé est un procédé TSA comportant des étapes de dépressurisation et de
- 10 repressurisation, l'étape de repressurisation mettant en œuvre un circuit de repressurisation et le balayage étant effectué par le circuit de repressurisation.

Classiquement, les étapes de dépressurisation et de repressurisation sont situées respectivement après et avant la phase de production.

L'invention va à présente être décrite plus en détail à l'aide des figures 1 à 3.

- 15 La Figure 1 schématise une unité de séchage et décarbonatation de syngas destiné à être fractionné dans une boîte froide située juste à l'aval. L'épuration se fait au moyen d'une unité d'adsorption de type TSA composée généralement de deux adsorbants. Dans la configuration la plus simple représentée par le schéma 1.a, un adsorbant est en phase de production (d'adsorption des impuretés) pendant que l'autre est régénéré. On a représenté la durée du cycle
- 20 complet pour un des deux adsorbants. Le temps de cycle étant T_c , on a une phase de production de durée $T_f = T_c/2$ et une phase de régénération d'égale durée. Le deuxième adsorbant suit le même cycle avec un décalage d'un temps de phase. Ainsi, il y a toujours une bouteille en production.

- 25 La pression d'adsorption P_{ads} est généralement comprise entre 15 et 70 bar abs, quant à la pression de régénération, elle peut être comprise suivant le type de procédé entre la pression d'adsorption et la pression atmosphérique.

- Dans l'exemple relatif à la Figure 1, on a retenu le cas d'une pression de régénération sensiblement inférieure à la pression d'adsorption. On a donc les étapes suivantes : 1 adsorption,
- 2 dépressurisation, 3 chauffage, 4 refroidissement et 5 repressurisation. L'adsorbant
- 30 recommence ensuite une étape d'adsorption. On notera qu'il peut y avoir plusieurs autres sous étapes de courte durée (quelques secondes à quelques minutes maximum) correspondant à des

temps de manœuvre des vannes, des vérifications de position des vannes...qui ne modifient pas le principe du cycle.

Notons que dans les TSA mis en œuvre ces dernières années, les phases de chauffage et de refroidissement ne sont pas totalement distinctes car en début de « refroidissement », le gaz pousse le front de chaleur dans le lit d'adsorbant et de ce fait continue localement la phase de chauffage et de régénération d'une partie de l'adsorbant. Il est souvent convenu de dire que l'on arrête la phase de chauffage au moment où l'on arrête le chauffage du gaz de régénération. La fin du refroidissement est généralement définie par le moment où le gaz de régénération en sortie de lit- ou en sortie d'adsorbant suivant la position de la sonde de température- atteint une valeur objectif, par exemple 15°C plus chaud que le gaz de régénération en entrée d'adsorbant ou selon un autre critère 10°C plus chaud par exemple que la température du gaz à épurer. Ce delta de température dépend des conditions opératoires et des performances recherchées. Il sera compris généralement entre 1 et 30°C. A noter qu'il est possible dans certains cas de ne pas refroidir dutout après chauffage avant de commencer une phase d'adsorption. On envoie alors la totalité du gaz à épurer à travers un adsorbant chaud et c'est le gaz à traiter lui-même qui refroidit l'adsorbant. Pour cela, il faut que le front de chaleur avance plus rapidement que le front d'impuretés. Cela peut être le cas si on veut arrêter des traces d'un composé qui s'adsorbe très facilement.

On appelle généralement temps de cycle, la durée au bout de laquelle un adsorbant revient dans l'état qu'il avait au départ. Le temps de phase correspond au temps de cycle divisé par le nombre d'adsorbants utilisés dans le procédé. Ici, on décrit le cas le plus fréquent correspondant à 2 adsorbants mais on pourrait aussi bien si nécessaire utiliser 3 ou 4 adsorbants sans sortir du principe de l'invention.

Sur la figure 1.a, le gaz à traiter 10 est séché et décarbonaté dans l'adsorbant pour donner le gaz épuré 11. Le gaz 12 est issu de la dépressurisation de l'adsorbant jusqu'à la pression de régénération. Le chauffage se fait par une fraction du gaz épuré 13 réchauffée dans le réchauffeur 50 avant d'être introduit dans l'adsorbant. Lorsque la quantité de chaleur introduite est suffisante pour désorber les impuretés, le réchauffeur est arrêté ou contourné et la fraction 15 du gaz épuré permet de refroidir l'adsorbant. Une dernière fraction de ce gaz 17 sert à repressuriser l'adsorbant jusqu'à la haute pression.

Les fractions 12, 14 et 16 contiennent les impuretés mais essentiellement du gaz de synthèse. Afin d'éviter que ce gaz ne soit perdu, ces fractions sont soit généralement recyclées dans le gaz de synthèse à l'amont d'une première unité de purification (lavage avec un solvant par exemple), soit utilisées dans un procédé tolérant ces impuretés. Le cas échéant, ces fractions
5 peuvent être utilisées comme gaz de combustion.

La figure 1.b correspond à l'invention. Le gaz de régénération 20 est de l'azote qui sert à la fois pour le chauffage (fraction 21) et le refroidissement (22). Notons que dans le cadre de l'invention, le gaz de chauffage et le gaz de refroidissement sont généralement le même gaz mais peuvent être éventuellement différents, le gaz de chauffage étant alors appelé
10 habituellement gaz de régénération alors que le refroidissement peut se faire par exemple par le gaz épuré ou le gaz à traiter. Dans ce cas, le refroidissement se fait préférentiellement à la pression d'adsorption. Cette étape est suivie par une étape additionnelle de balayage en basse pression au moyen d'une fraction du gaz de synthèse épuré.

Il est important de noter que pour les adsorbants usuellement utilisés (en particulier pour la
15 zéolite pour arrêter le CO₂), le monoxyde de carbone CO s'adsorbe préférentiellement à l'azote et qu'il déplace donc ce constituant, c'est-à-dire que le CO s'adsorbe et désorbe l'azote qui était retenu dans l'adsorbant. Cela aide donc à enlever l'azote tout en limitant les pertes en CO qui est souvent le composé ayant le plus de valeur.

L'azote de régénération est généralement envoyé à la torche sauf lorsqu'une application
20 particulière lui a été trouvée. Ce point sera abordé ultérieurement. Il n'est pas a priori recyclé dans le procédé puisqu'on cherche au contraire à l'éliminer du gaz de synthèse.

La quantité de gaz envoyé lors de cette étape de balayage peut être optimisée de façon à ce que la spécification en azote, ou plus généralement en gaz neutre, soit juste atteinte dans le gaz épuré.

25 Pour ce type d'application, la limite en N₂ ira par exemple de quelques centaines de ppm à quelques pourcent molaire.

Dans la majorité des cas, la durée du balayage sera inférieure à 30 minutes, préférentiellement inférieure à 15 minutes et le débit (17) prélevé sur le gaz épuré représentera moins de 10% de ce débit, préférentiellement sera de l'ordre de 5%.

30 Exprimé par rapport au temps de cycle, la durée du balayage sera préférentiellement inférieure à 10% et plus préférentiellement de 5% maximum.

Si pour une raison quelconque la pression de régénération est sensiblement supérieure à la pression atmosphérique, mettons par exemple entre 4 et 10 bar abs, il pourra être intéressant de faire le balayage à une pression plus basse, proche de la pression atmosphérique.

La Figure 2 montre un cycle de la même famille décrit dans le brevet EP 1 458 461.

- 5 Par rapport au précédent, ce cycle intègre des étapes où les deux adsorbants sont simultanément en production.

La Figure 2.a montre le schéma de base et la figure 2.b correspond à l'invention avec l'addition du flux 25 qui permet de chasser au moins une partie de l'azote de l'adsorbant.

- L'adsorbant venant d'être régénéré ne reçoit pendant un certain temps qu'une fraction -
10 du débit de gaz à épurer, généralement de 5 à 15% ; l'autre fraction -13- (85 à 95%) est envoyée à l'autre adsorbant toujours en épuration. Généralement cette étape est suivie d'une étape durant laquelle les 2 adsorbants fonctionnent en parallèle (flux 11 et 14). Ces étapes qui n'étaient pas conçues à l'origine pour diminuer la teneur en azote dans le gaz épuré mais pour limiter les variations de teneur en CO et en température jouent également un rôle favorable vis-
15 à-vis de l'azote et permettent de limiter au maximum le balayage mentionné précédemment. Elles pourront donc avantageusement être utilisées conjointement avec ledit balayage.

Si le problème lié à l'azote est beaucoup plus un problème de pic que de quantité et/ou si les conséquences d'un pic d'azote sont très importantes pour le procédé aval, on pourra installer en outre sur le gaz épuré un adsorbant jouant le rôle d'écrêteur ou de retardateur.

- 20 On notera qu'il n'est pas nécessaire que le fluide 25 soit du gaz à traiter épuré. Selon le contexte industriel, un certain nombre de flux peuvent convenir à partir du moment où ils sont essentiellement sec et exempt de CO₂. Il peut s'agir dans le cas de fractionnement cryogénique du gaz de synthèse, de gaz de composition variée issu de la boîte froide. Ces gaz vont généralement contenir du H₂, CO, CH₄ et être disponibles à des pressions variées.
- 25 Dans d'autres contextes, il peut s'agir de mélange H₂/CO pour lesquels une teneur plus ou moins importante en N₂ n'a pas d'effet sensible.

La figure 3 correspond à un cycle ne présentant pas d'étape de refroidissement à proprement parler.

- L'étape de chauffage 4 est immédiatement suivie d'une étape de repressurisation (on se place dans le cas où la pression de régénération -chauffage- est inférieure à la pression d'adsorption, ce qui n'est pas forcément le cas). Le refroidissement de l'adsorbant s'effectue
- 30

directement par le gaz à traiter. Le gaz chaud en sortie est éventuellement refroidi si nécessaire via l'échangeur 51.

Le cycle selon la figure 3.b, correspondant à l'invention, comporte l'étape additionnelle de balayage de l'adsorbeur via un gaz exempt ou pauvre en N₂. On notera que l'adsorbeur est
5 alors partiellement chaud et que ce balayage constitue une partie de l'étape de refroidissement.

La figure 3.c présente une variante pour laquelle le balayage destiné à éliminer l'azote s'effectue en haute pression, le gaz produit tant qu'il n'est pas à la spécification n'étant pas utilisé. Couplé avec les principes développés sur la Figure 2, le débit de gaz à traiter utilisé ne peut représenter qu'une fraction du débit total.

10 Ce schéma avec régénération à l'azote suivi d'un balayage avec un gaz pauvre ou exempt d'azote est particulièrement bien adapté lorsqu'à l'amont de l'épuration le gaz de synthèse a subi une première épuration au moyen d'un solvant. En effet, ce type de lavage peut nécessiter une étape de stripping du liquide de lavage pour en extraire un certain nombre d'impuretés. Il est courant d'utiliser un flux d'azote en basse ou moyenne pression (< 10 bar abs) à cette fin.
15 On pourra utiliser cette fraction N₂, tout ou en partie, pour régénérer l'épuration avant de l'envoyer à l'unité de lavage.

Un exemple selon l'invention est le cas dans lequel le gaz de synthèse est issu d'un procédé de lavage au méthanol en basse température ; procédé comprenant une étape de régénération du liquide de lavage par stripage à l'azote. Ce flux, en totalité ou en partie, est
20 utilisé préalablement pour régénérer l'adsorbant servant à retenir les traces de méthanol, le CO₂ résiduel et éventuellement les traces d'hydrocarbures C₂+, de NO_x. Cette épuration par adsorption se fait généralement en basse température, à la température de sortie de la colonne de lavage au méthanol, généralement de -30 à -70°C. Le chauffage se fait selon l'invention avec l'azote porté à une température comprise entre 100 et 220°C, généralement entre 150 et
25 200°C. L'azote sert aussi généralement à refroidir l'adsorbant jusqu'à température ambiante. Le refroidissement final se fait généralement au moyen du gaz à traiter. Le gaz de synthèse ainsi épuré est ensuite traité dans une boîte froide pour produire une fraction CO. L'azote se retrouvant alors dans la production CO - à moins de rajouter des équipements onéreux et consommateurs d'énergie -, il est très intéressant, suivant l'invention d'effectuer un balayage
30 avec du gaz à traiter détendu de façon à éliminer l'essentiel de l'azote adsorbé et contenu dans les volumes morts de l'adsorbeur. L'azote résiduel éventuel est ensuite désorbé pendant la

mise en froid avec une fraction du gaz à traiter. Compte tenu du balayage précédent, ce flux peut-être mélangé à l'autre fraction du gaz épuré sans dépasser la valeur maximale pour la teneur en azote.

Revendications

1. Procédé de purification par adsorption d'un mélange gazeux comprenant un constituant principal et une impureté, mettant en œuvre au moins un adsorbant présentant au moins un adsorbant et soumis à un cycle de pression comportant au moins une étape d'adsorption, une étape de production d'un flux enrichi en constituant principal et une étape de régénération, caractérisé en ce que l'étape de régénération comprend :
- 5
- une régénération de l'adsorbant au moyen d'un gaz de régénération comportant un constituant

10 « non désiré » avec une teneur au moins 10 fois supérieure à la teneur admissible de ce constituant « non désiré » dans le flux enrichi en constituant principal ; et

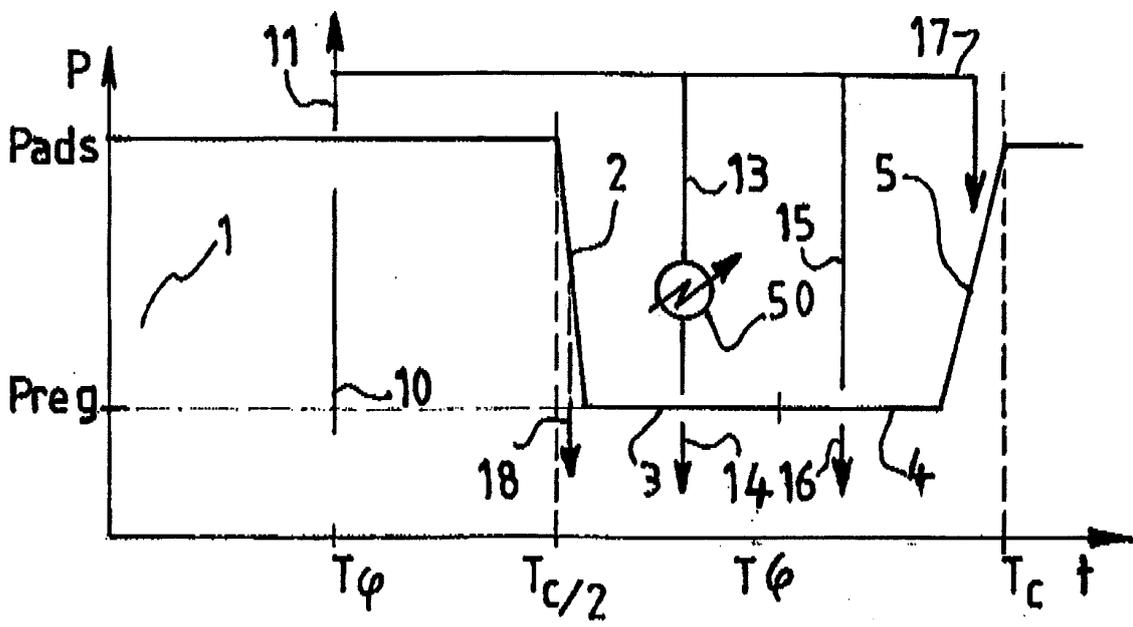
 - un balayage de l'adsorbant au moyen d'un gaz de balayage de manière à éliminer de l'adsorbant au moins une partie du constituant « non désiré ».
- 15
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le gaz de régénération comporte un constituant secondaire avec une teneur supérieure ou égale à 50% molaire et la teneur admissible dudit constituant secondaire dans le flux enrichi en constituant principal est inférieure ou égale à 5% molaire.
- 20
3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'on règle le débit du gaz de balayage et/ou la durée du balayage de manière à éliminer de l'adsorbant au moins une partie du constituant « non désiré » devant présenter une concentration inférieure ou égale à 5% molaire dans le flux enrichi en constituant principal.
- 25
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'adsorbant fonctionne en continu.
5. Procédé selon la revendication 1 à 4, caractérisé en ce que :
- l'adsorption s'effectue à une première pression P1 ;

30

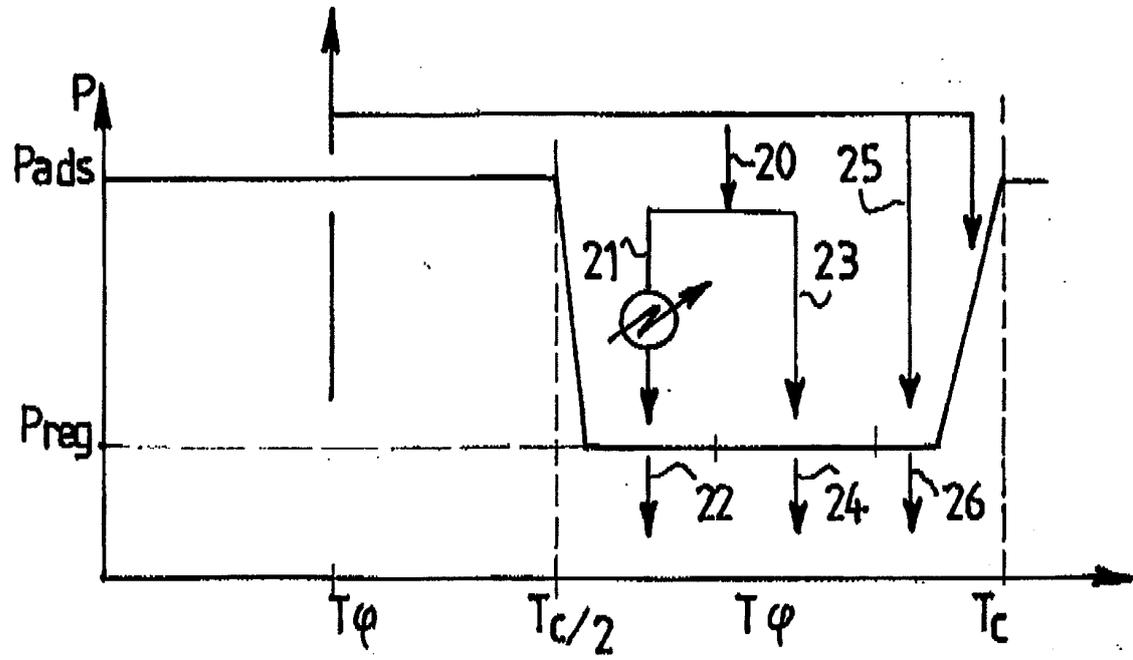
 - la régénération s'effectue à une seconde pression P2 inférieure à P1 ; et
 - le balayage s'effectue une troisième pression P3 inférieure à P1, de préférence égale ou inférieure à P2.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le gaz de balayage est choisi entre le mélange gazeux à traiter ou le flux enrichi en constituant principal.
- 5 7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le gaz de régénération comprend au moins 50% d'un constituant moins adsorbable sur l'adsorbant qu'un des constituants principaux du gaz de balayage.
8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que le gaz de régénération contient majoritairement de l'azote et le gaz de balayage contient du méthane et/ou du CO et/ou de l'éthane.
- 10 9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le mélange gazeux à traiter est du gaz de synthèse comprenant de l'hydrogène, du CO et/ou du méthane, le gaz de régénération est de l'azote à plus de 95% molaire et le gaz de balayage est du gaz de synthèse, de préférence du gaz de synthèse épuré.
- 15 10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le mélange gazeux à traiter est un gaz de synthèse issu d'un procédé de lavage au méthanol en basse température, le gaz de régénération contient majoritairement de l'azote et le gaz de balayage correspond à une fraction du mélange gazeux à purifier.
- 20 11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que ledit procédé est un procédé TSA et le balayage est effectué après la phase de chauffage ou la phase de refroidissement.
- 25 12. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que ledit procédé est un procédé TSA comportant des étapes de dépressurisation et de repressurisation, l'étape de repressurisation mettant en œuvre un circuit de repressurisation et le balayage étant effectué par le circuit de repressurisation.
- 30

1/4



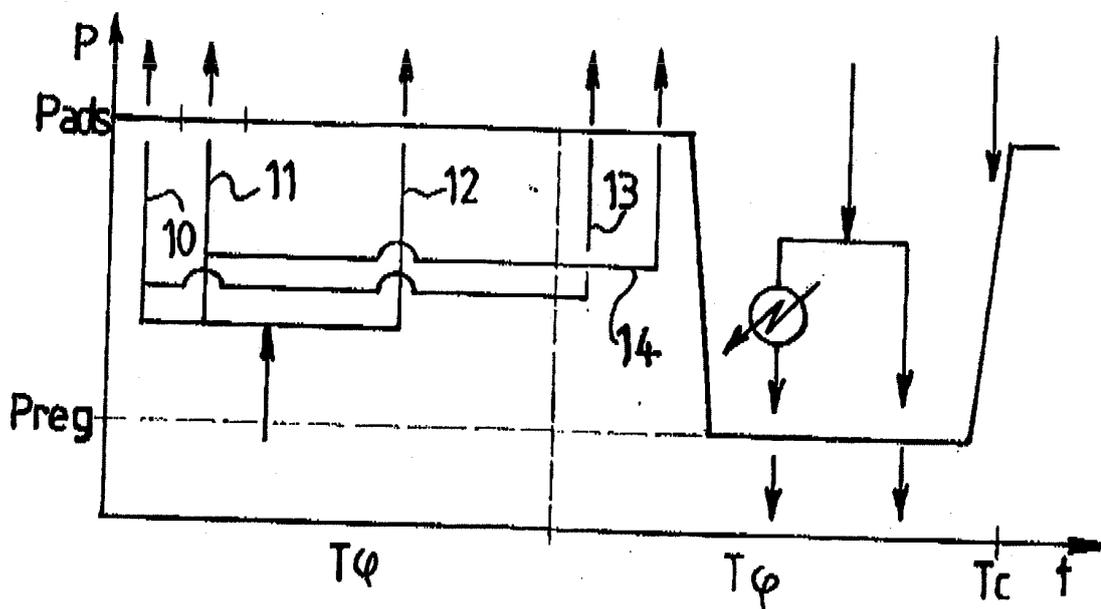
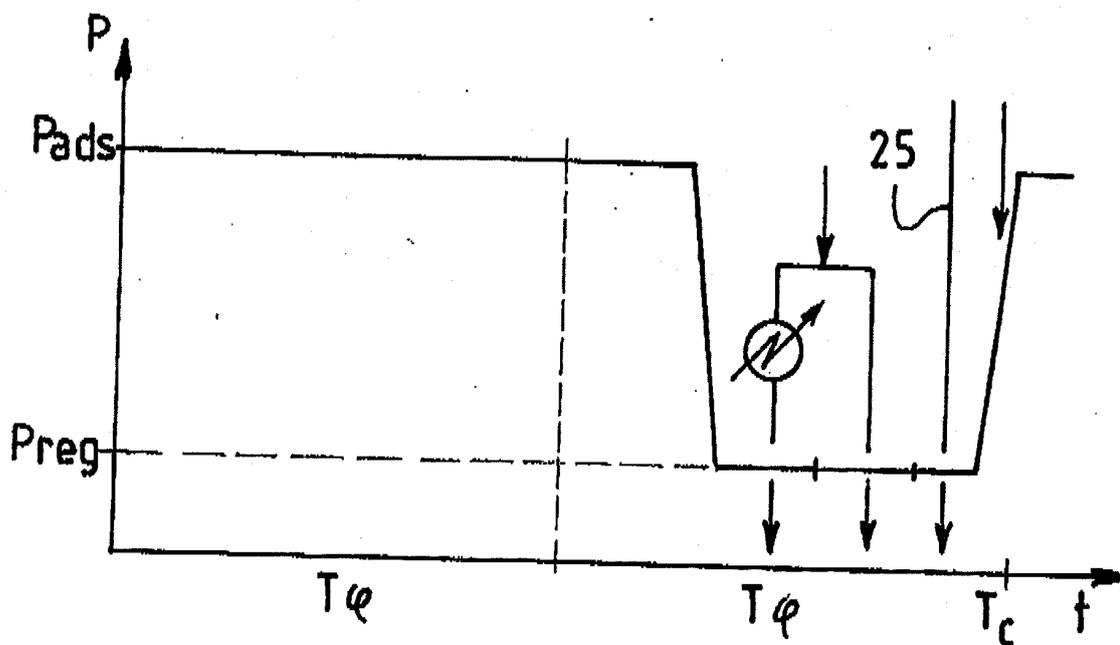
1.a



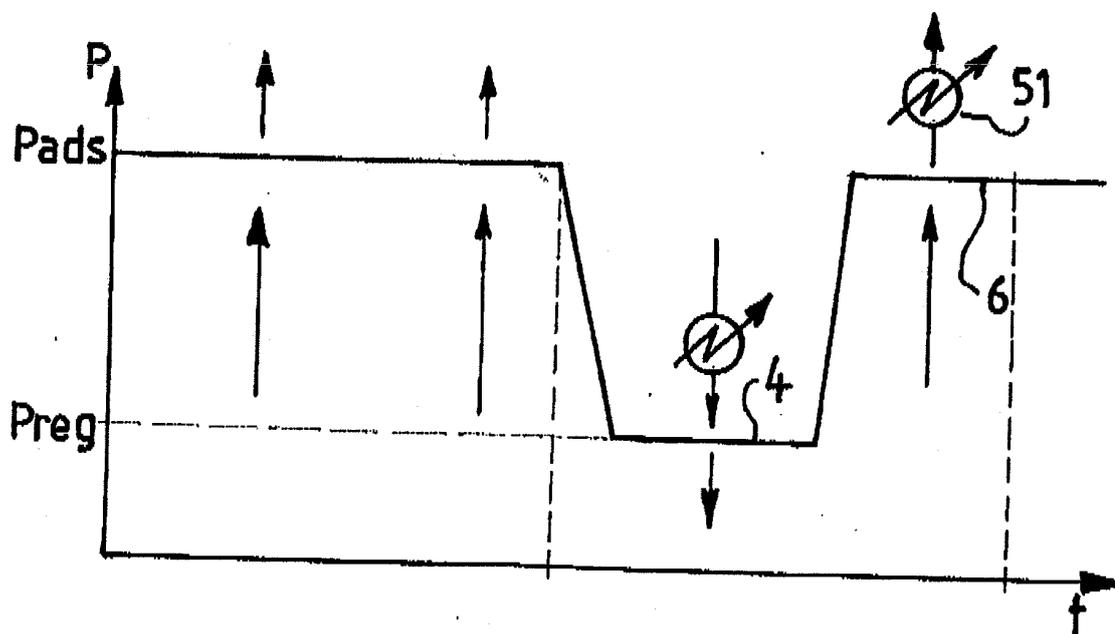
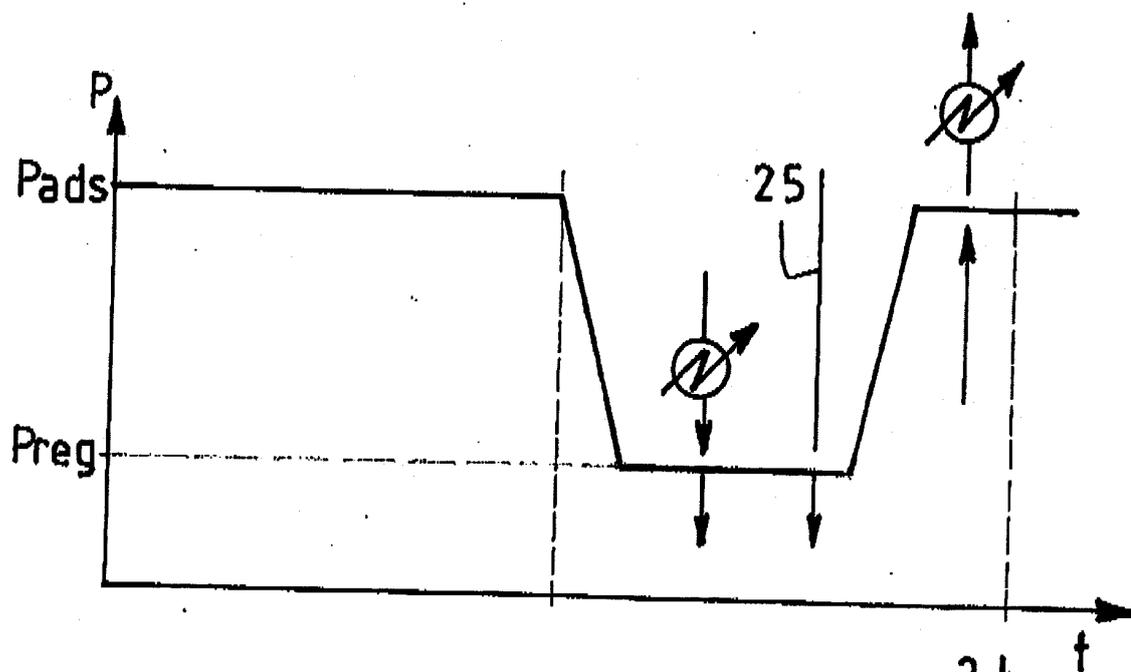
1.b

FIG.1

2/4

2.a2.bFIG.2

3/4

3.a3.bFIG.3

4/4

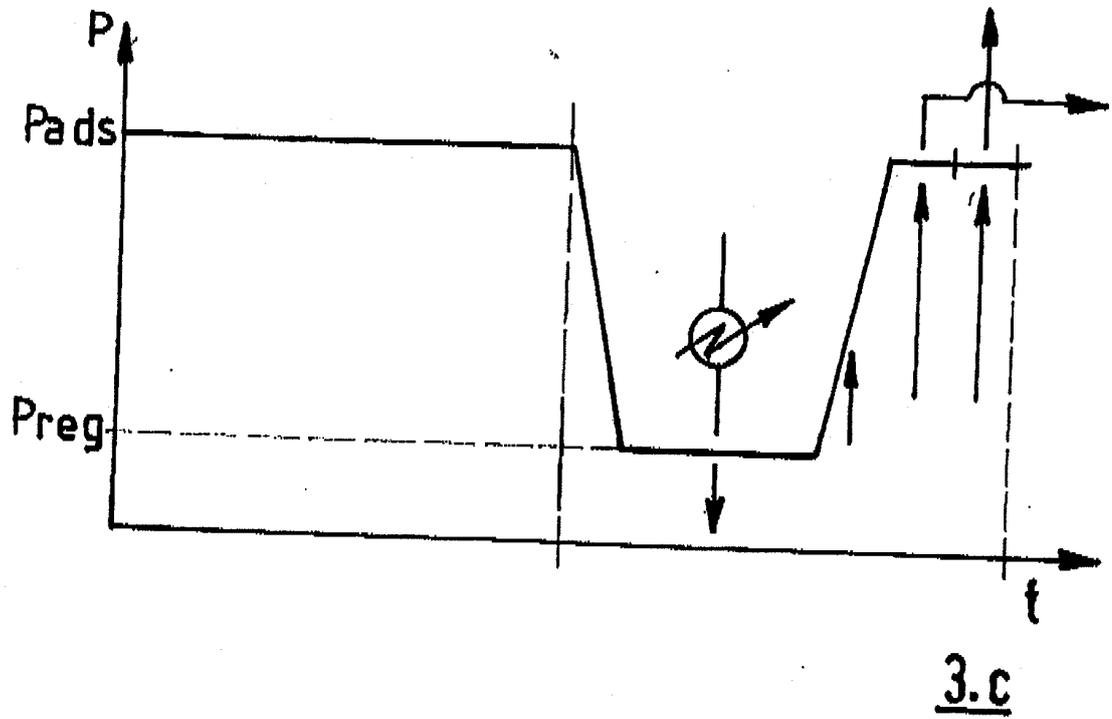


FIG. 3



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 751502
FR 1154216

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	EP 2 216 292 A1 (AIR PROD & CHEM [US]) 11 août 2010 (2010-08-11) * revendications 6, 8-13; figure 1 * * colonne 1, ligne 22 - ligne 30 * * colonne 3, ligne 52 - colonne 4, ligne 31 * * colonne 5, ligne 11-18, 36-42 * * colonne 7, ligne 56 - colonne 8, ligne 2 * * colonne 8, ligne 20-22, 34-35, 42-44 * * colonne 8, ligne 50 - colonne 9, ligne 11 * * colonne 10, ligne 19 - ligne 31 * * colonne 11, ligne 1-4, 16-35 *	1-4	B01D53/04 C01B3/56
X Y	US 2006/199723 A1 (LANG MARTIN [DE]) 7 septembre 2006 (2006-09-07) * page 1, alinéas 1, 2, 5, 8, 10 * * page 2, alinéa 13 *	1,2,4, 6-9 10	
X	EP 0 884 275 A2 (AIR PROD & CHEM [US]) 16 décembre 1998 (1998-12-16) * revendications 8, 10 * * colonne 2, ligne 1 - ligne 36 * * colonne 4, ligne 34 - colonne 5, ligne 3 *	1,2,4,6	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) B01D C01B C10K
X,D Y	US 5 897 686 A (GOLDEN TIMOTHY CHRISTOPHER [US] ET AL) 27 avril 1999 (1999-04-27) * revendications 1, 5, 7, 8, 17 * * colonne 1, ligne 14-22, 34-54 * * colonne 2, ligne 37-48, 59-61, 64-67 * * colonne 3, ligne 1-4, 23-26, 31-46 * * colonne 4, ligne 8 - ligne 13 * * colonne 5, ligne 15 - ligne 52 *	1,2,5-9, 11,12 10	
----- -/--			
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
22 décembre 2011		Caffarena Martín, C	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 751502
FR 1154216

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y	FR 2 911 289 A1 (AIR LIQUIDE [FR]) 18 juillet 2008 (2008-07-18) * page 1, ligne 19 - ligne 27 * * page 3, ligne 26 - ligne 30 * * page 7, ligne 3 - ligne 4 * -----	10	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
22 décembre 2011		Caffarena Martín, C	
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p>		<p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>	

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14) 2

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1154216 FA 751502**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 22-12-2011

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 2216292	A1	11-08-2010	BR PI1000128 A2	29-03-2011
			CA 2690414 A1	23-07-2010
			CN 101817508 A	01-09-2010
			EP 2216292 A1	11-08-2010
			JP 2010195673 A	09-09-2010
			US 2010187092 A1	29-07-2010

US 2006199723	A1	07-09-2006	AT 411973 T	15-11-2008
			CN 1833752 A	20-09-2006
			DE 102005009393 A1	14-09-2006
			EP 1698607 A1	06-09-2006
			ES 2315951 T3	01-04-2009
			US 2006199723 A1	07-09-2006

EP 0884275	A2	16-12-1998	BR 9802275 A	26-10-1999
			CA 2240228 A1	11-12-1998
			DE 69803143 D1	21-02-2002
			DE 69803143 T2	01-08-2002
			EP 0884275 A2	16-12-1998
			US 6030598 A	29-02-2000

US 5897686	A	27-04-1999	AUCUN	

FR 2911289	A1	18-07-2008	CN 101594923 A	02-12-2009
			EP 2114549 A1	11-11-2009
			FR 2911289 A1	18-07-2008
			US 2010024641 A1	04-02-2010
			WO 2008099108 A1	21-08-2008
