

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 14.09.92.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la demande : 18.03.94 Bulletin 94/11.

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) : Société dite: L'AIR LIQUIDE, Société Anonyme pour l'Etude et l'Exploitation des Procédés Georges Claude — FR.

⑦2 Inventeur(s) : Fillet Frédéric.

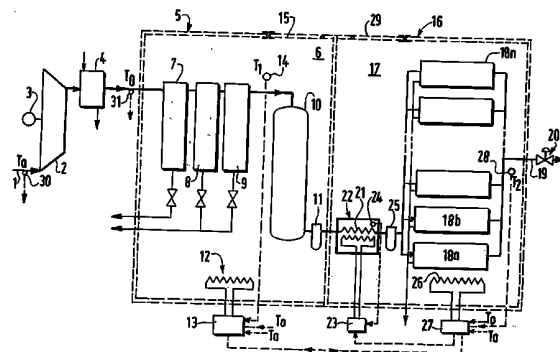
⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire :

⑤4 Procédé et installation de séparation de gaz par perméation.

⑤7 Le mélange gazeux à séparer, à une première température (T_a), est comprimé, refroidi à une deuxième température (T_0), épuré en impuretés condensables dans une enceinte isolée (15) comportant des moyens (12, 13) de régulation d'une troisième température (T_1) dans l'enceinte, puis adressé à au moins un module de perméation à membrane (18) disposé dans une deuxième enceinte isolée (16) comprenant des moyens (26, 27) de régulation d'une quatrième température (T_2) dans la deuxième enceinte, la ligne (21) d'amenée du mélange gazeux au module de perméation étant pourvue d'un dispositif de chauffage régulé (22).

Application notamment à la production d'azote à partir de l'air.



La présente invention concerne un procédé de séparation de gaz par perméation comprenant les étapes de :

a) comprimer un mélange gazeux à séparer à une première température dans un compresseur ;

5 b) refroidir à une deuxième température le mélange gazeux comprimé pour condenser des impuretés condensables dans le mélange gazeux comprimé ;

10 c) épurer le mélange gazeux comprimé en impuretés condensables et/ou adsorbables à une troisième température supérieure à la deuxième température, et,

d) faire passer le mélange gazeux épuré dans une unité de perméation gazeuse comprenant au moins un module à membrane pour obtenir au moins un gaz de production.

15 Un procédé de ce type est décrit dans le document FR-A-2.571.270.

Plus récemment, le document EP-A-0.362.436 décrit un procédé où la perméation est effectuée dans une enceinte chauffée pour limiter la condensation, dans le module à membrane, des espèces condensables dans le mélange gazeux à séparer.

20 On sait que les membranes de perméation connues sont très sensibles à des traces d'impuretés véhiculés dans le mélange gazeux à séparer, plus particulièrement, dans le cas, le plus fréquent, où le compresseur est du type lubrifié, aux traces d'huile de lubrification, et que les caractéristiques de perméation des membranes varient
25 considérablement avec la température ambiante et celle du mélange gazeux à séparer.

30 La Demanderesse a constaté d'autre part que la filtration des traces d'impuretés, et plus particulièrement des traces d'huile de lubrification, peut être effectuée de façon particulièrement efficace si l'on empêche la condensation de la vapeur d'eau contenue dans le mélange gazeux à séparer.

35 La présente invention a pour objet de proposer un procédé perfectionné, de mise en oeuvre simple et fiable, permettant de garantir un fonctionnement optimisé d'une installation de séparation de gaz.

Pour ce faire, selon une caractéristique de l'invention, le procédé comporte l'étape de réguler la troisième température de façon qu'elle ne soit pas inférieure à une première valeur déterminée, typiquement non inférieure à 20°C et avantageusement non inférieure à la plus élevée des deux températures suivantes : première température + 12°C, deuxième température + 5°C, cette deuxième température n'excédant pas typiquement de plus de 5°C la première température, typiquement lui étant supérieure d'une valeur comprise entre 1 et 5°C, lorsqu'on utilise un réfrigérant atmosphérique additionnel en sortie d'un compresseur d'air à réfrigérant intégré.

Selon une autre caractéristique de l'invention, la perméation dans l'unité de perméation est effectuée à une quatrième température supérieure à la troisième température, la quatrième température étant typiquement régulée de façon qu'elle ne soit pas inférieure à une deuxième valeur déterminée supérieure, typiquement d'un écart déterminé, non inférieur à 5°C, à la première valeur déterminée, la deuxième valeur déterminée étant en pratique non inférieure à 45°C.

Selon une autre caractéristique de l'invention, le procédé comporte en outre l'étape de chauffer sensiblement à la quatrième température le mélange gazeux épuré.

La présente invention a pour autre objet de proposer une installation pour la mise en oeuvre du procédé ci-dessus, comprenant, en série, un compresseur de mélange gazeux à séparer, au moins un poste de réfrigération, au moins un poste d'épuration et au moins un module à membrane relié au poste d'épuration par un tronçon de ligne, dans laquelle le poste d'épuration est disposé dans une première enceinte isolée définissant une première chambre contenant des premiers moyens de chauffage reliés à des premiers moyens de régulation de la température dans la première chambre.

Selon une autre caractéristique de l'invention, le module à membrane est disposé dans une deuxième enceinte isolée définissant une deuxième chambre contenant des deuxièmes moyens de chauffage de la deuxième chambre, typiquement reliés à des deuxièmes moyens de régulation de la température dans la deuxième enceinte, laquelle comprend avantageusement des troisièmes moyens de chauffage associés au tronçon de ligne et reliés à des troisièmes moyens de régulation de la température du mélange gazeux dans le tronçon de ligne.

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention ressortiront de la description suivante d'un mode de réalisation, donnée à titre illustratif mais nullement limitatif, faite en relation avec les dessins annexés, sur lesquels :

- la figure unique représente schématiquement une installation de séparation de gaz par perméation selon l'invention.

Sur la figure unique, un mélange gazeux à séparer, en l'occurrence de l'air atmosphérique, à une température ambiante T_a , est comprimé par un compresseur 2, typiquement un compresseur à vis lubrifié pourvu d'un étage final de réfrigération, typiquement à l'air atmosphérique et entraîné par un moteur 3, à une pression n'excédant pas 15×10^5 Pa abs et à une température typiquement supérieure de 10 à 15°C à la température ambiante T_a .

L'air comprimé est refroidi dans un poste de réfrigération 4, typiquement refroidi à l'air atmosphérique, à une température T_o n'excédant pas de plus de 5°C la température ambiante T_a , typiquement d'environ 3°C supérieure à cette dernière.

Selon un aspect de l'invention, l'air comprimé refroidi passe dans un poste d'épuration disposé dans une première enceinte isolée 5, dont toutes les parois sont revêtues d'une isolation thermique, typiquement d'un matériau isolant d'épaisseur non inférieure à 1,8 cm, et définissant une première chambre 6 dans laquelle sont disposés, en série dans la ligne de transfert de l'air comprimé, un dispositif séparateur d'eau 7, un pré-filtre coalesceur 8 d'élimination de gouttes d'huile, un coalesceur final 9, une tour 10 à charbon actif d'adsorption de vapeur d'huile et un filtre à poussières 11. Dans la chambre 6 est disposé un dispositif de chauffage 12, typiquement électrique, commandé en permanence par un dispositif 13 de régulation de la température (T_1) dans la première chambre 6 recevant des signaux d'une sonde de température 14 dans la chambre 6, d'une sonde de température 30 associée à l'entrée du compresseur 2 et d'une sonde de température 31 associée à la ligne de transfert de mélange gazeux entre le poste de réfrigération 4 et l'enceinte 5. L'enceinte 5 comporte une trappe 15 d'accès d'un opérateur à la chambre 6.

L'air comprimé épuré, à une température voisine de T_1 , passe directement de la première enceinte 5 à une deuxième enceinte thermiquement isolée 16, analogue à la première enceinte 5 mais de

dimensions généralement plus importantes, définissant une deuxième chambre calorifugée 17 dans laquelle est disposé au moins un, typiquement une batterie de modules de perméation en parallèle 18_i , typiquement non individuellement isolés thermiquement et dont les sorties de production se raccordent à une conduite de gaz de production pourvue d'une vanne de réglage de débit 20. Le tronçon de ligne 21 d'amenée de mélange gazeux aux modules 18_i traverse un dispositif de chauffage 22 disposé dans la chambre 17 et commandé par un boîtier de régulation 23 recevant un signal d'une sonde de température 24 associée au tronçon de ligne 21. Un filtre à poussières 25 est disposé en sortie du dispositif de chauffage 22.

Dans la chambre 17 est disposé un dispositif de chauffage 26, typiquement du type à résistance électrique, commandé par un dispositif de régulation 27 recevant des signaux d'une sonde de température 28 dans la chambre 17 et des sondes 30 et 31 et fournissant un signal au dispositif 23. L'enceinte 16 comporte une trappe 29 d'accès d'un opérateur dans la chambre 17.

Le fonctionnement de l'installation est le suivant :

Le dispositif de régulation 13 de la température T_1 dans la première chambre 6 régule cette température T_1 de façon qu'elle soit sensiblement égale à la plus élevée des trois température suivantes :

- 20°C ,
- $T_a : + 12^{\circ}\text{C}$,
- $T_o : + 5^{\circ}\text{C}$.

Le dispositif de chauffage 12 fonctionne en permanence, qu'il y ait ou non circulation d'air comprimé dans l'installation, de façon à maintenir en permanence, et notamment dès la mise en route de l'installation, dans la première chambre 6, une température suffisamment basse pour assurer le fonctionnement optimal des dispositifs de déshuilage 8-10 et suffisamment haute pour éviter toute condensation d'eau dans ces derniers.

De façon similaire, le dispositif de chauffage 26 fonctionne en permanence pour maintenir, dans la deuxième chambre 17, et donc dans les modules 18_i , une température T_2 déterminée de façon à être sensiblement égale à la plus élevée des trois températures suivantes :

- 45°C ,
- $T_a + 17^{\circ}\text{C}$,
- $T_o + 10^{\circ}\text{C}$,

de façon à garantir un fonctionnement des modules de perméation 18_i à une température supérieure d'au moins 4°C à la température T₁ dans la première chambre 6 mais à une température n'excédant pas un niveau excessif, qui entraînerait une dégradation des performances des membranes des modules 18_i.

Ces conditions optimales de fonctionnement des modules de perméation sont d'autre part garanties par la mise en oeuvre temporaire, dès qu'un flux d'air comprimé, détecté par un pressostat (non représenté), atteint le tronçon de ligne 21, du dispositif de chauffage 22, avantageusement de type électrique mais pouvant également utiliser, au moins en partie, de la chaleur prélevée dans le circuit de refroidissement d'huile du compresseur 2. Le dispositif de régulation 23 régule la température du tronçon de ligne 21 de façon qu'elle soit identique à la température T₂ imposée par ailleurs par le dispositif de régulation 27.

L'installation représentée sur la figure unique convient tout particulièrement à la production, à partir de l'air, d'azote à une pureté supérieure à 95 %.

Quoique la présente invention ait été décrite en relation avec un mode de réalisation particulier, elle ne s'en trouve pas limitée pour autant mais est au contraire susceptible de modifications et de variantes qui apparaîtront à l'homme de l'art.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de séparation de gaz par perméation, comprenant les étapes suivantes :

5 a) comprimer un mélange gazeux à séparer à une première température (T_a) dans un compresseur (2) ;

b) refroidir à une deuxième température (T_o) le mélange comprimé pour condenser des impuretés condensables dans le mélange gazeux comprimé ;

10 c) épurer le mélange gazeux comprimé en impuretés condensables et/ou adsorbables à une troisième température (T_1) supérieure à la deuxième température (T_o), et,

d) faire passer le mélange gazeux épuré dans une unité de perméation gazeuse comprenant au moins un module à membrane (18_i) pour obtenir au moins un gaz de production,

15 caractérisé en ce qu'il comporte l'étape de réguler la troisième température (T_1) de façon qu'elle ne soit pas inférieure à une première valeur déterminée.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la deuxième température (T_o) est supérieure à la première température (T_a) d'une valeur comprise entre 1 et 5°C.

3. Procédé selon la revendication 1 ou la revendication 2, caractérisé en ce que la première valeur n'est pas inférieure à 20°C.

4. Procédé selon la revendication 2 et la revendication 3, caractérisé en ce que la première valeur n'est pas inférieure à la plus élevée des deux températures suivantes :

- première température (T_a) + 12°C,
- deuxième température (T_o) + 5°C.

5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, utilisant un compresseur lubrifié (2), caractérisé en ce que l'étape c) d'épuration comprend les étapes suivantes :

- c_1) épuration en eau (7),
- c_2) épuration en huile (8-10).

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'étape d) de perméation est effectuée à une quatrième température (T_2) supérieure à la troisième température (T_1).

35

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'il comporte l'étape de réguler la quatrième température (T_2) de façon qu'elle ne soit pas inférieure à une deuxième valeur déterminée supérieure à la première valeur déterminée.

5 8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que la différence entre la deuxième valeur et la première valeur n'est pas inférieure à 5°C.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la deuxième valeur n'est pas inférieure à 45°C.

10 10. Procédé selon l'une des revendications 6 à 9, caractérisé en ce qu'il comporte l'étape de chauffer (22) le mélange gazeux épuré sensiblement à la quatrième température (T_2).

11. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le mélange gazeux à séparer est l'air.

15 12. Installation pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications précédentes, comprenant, en série, un compresseur (2) de mélange gazeux, au moins un poste de réfrigération (4), au moins un poste d'épuration (7-10) et au moins un module à membrane (18_i) relié au poste d'épuration par un tronçon de ligne
20 (21), caractérisée en ce que le poste d'épuration (7-10) est disposé dans une première enceinte isolée (5) définissant une première chambre (6) contenant des premiers moyens de chauffage (12) reliés à des premiers moyens (13) de régulation de la température dans la première chambre.

25 13. Installation selon la revendication 12, caractérisée en ce que les premiers moyens de régulation (13) comprennent une sonde de température (14) dans la première enceinte.

30 14. Installation selon la revendication 12 ou la revendication 13, dans laquelle le compresseur (2) est du type lubrifié, caractérisée en ce que le poste d'épuration comprend au moins un filtre coalesceur (8, 9) et un dispositif d'adsorption (10).

35 15. Installation selon l'une des revendications 12 à 14, caractérisée en ce que le module à membrane (18_i) est non isolé thermiquement et disposé dans une deuxième enceinte isolée (16) définissant une deuxième chambre (17) contenant des deuxièmes moyens (26) de chauffage de la deuxième chambre.

16. Installation selon la revendication 15, caractérisée en ce que les deuxièmes moyens de chauffage (26) sont reliés à des deuxièmes moyens (27) de régulation de la température dans la deuxième enceinte (17).

5 17. Installation selon la revendication 15 ou la revendication 16, caractérisée en ce que la deuxième enceinte (16) renferme des troisièmes moyens (22) de chauffage associés au tronçon de ligne (21).

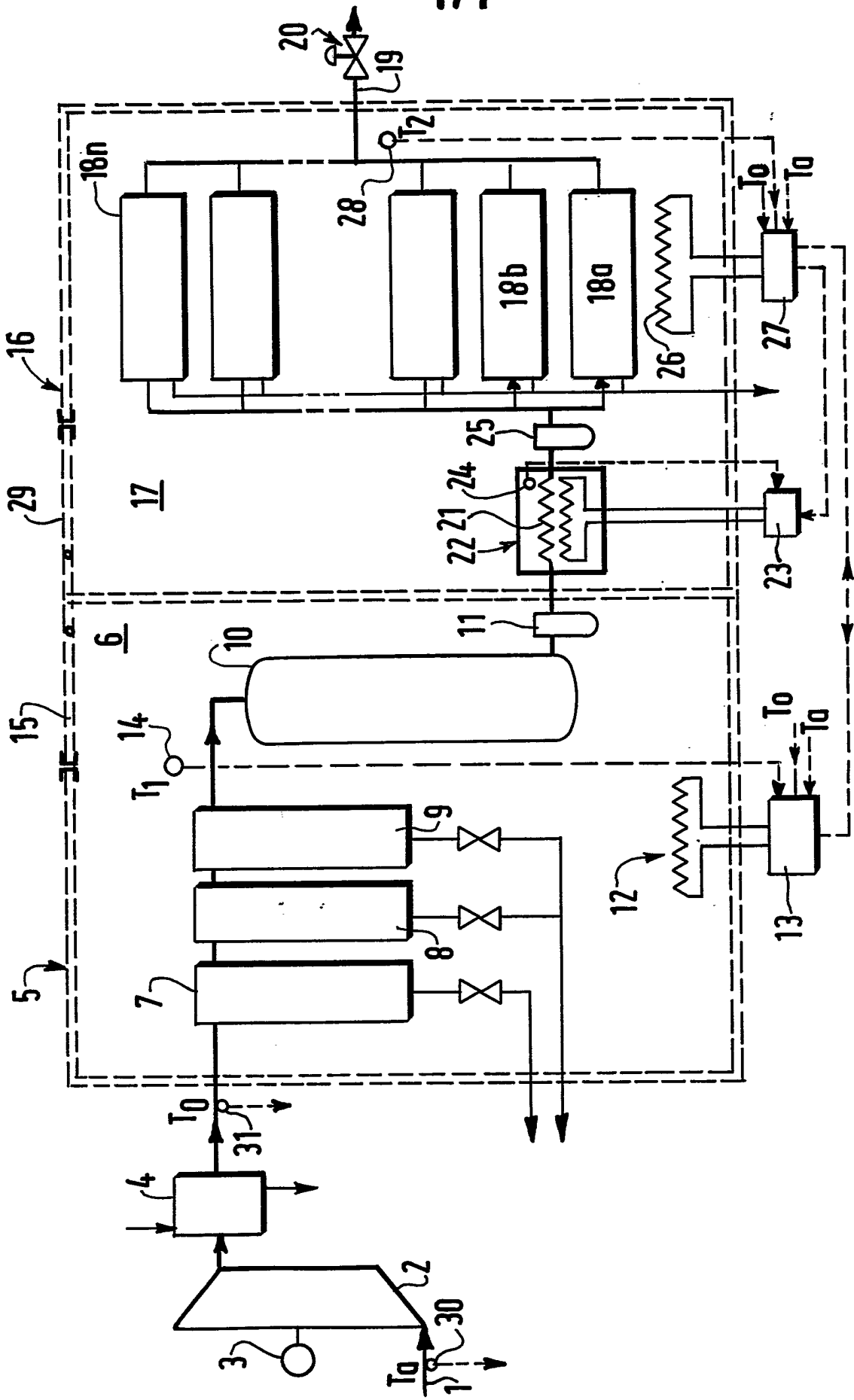
10 18. Installation selon la revendication 17, caractérisée en ce que les troisièmes moyens de chauffage (22) sont reliés à des troisièmes moyens (23) de régulation de la température du mélange gazeux dans le tronçon de ligne (21).

19. Installation selon l'une des revendications 12 à 18, caractérisée en ce que les premiers moyens de chauffage (12) sont électriques.

15 20. Installation selon l'une des revendications 15 à 19, caractérisée en ce que les deuxièmes moyens de chauffage (26) sont électriques.

20 21. Installation selon l'une des revendications 15 à 20, caractérisée en ce qu'au moins la deuxième enceinte (16) comporte des moyens (29) d'accès d'un opérateur dans la deuxième chambre (17).

22. Installation selon l'une des revendications 15 à 21, caractérisée en ce que les première (5) et deuxième (16) enceintes sont adjacentes.



INSTITUT NATIONAL

de la

PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE

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

FR 9210902

FA 477024

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée	
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y,D	EP-A-0 362 436 (UNION CARBIDE CORP.) * colonne 6, ligne 8 - colonne 9, ligne 46; figures 1,2 *	1,3,5, 6-12, 14-18,22	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
Y	US-A-4 941 893 (HSIEH ET AL.) * colonne 11, ligne 58 - colonne 13, ligne 17; figures 2,3 *	1,3,5, 6-12, 14-18,22	
A	DE-A-3 818 919 (BECKER GMBH & CO.) * colonne 4, ligne 28 - ligne 66; figure 2 *	1,3,4, 12,15,22	
A	EP-A-0 358 915 (UNION CARBIDE CORP.) * colonne 5, ligne 38 - colonne 6, ligne 35; revendications 1-38; figure 1 *	1,5-7, 10-12,14	
A	WO-A-8 906 158 (MEMBRANE TECHN & RESEARCH) * page 16, ligne 8 - page 18, ligne 18; figure 1 *	1,5-10, 12	
A	WO-A-9 213 628 (THE DOW CHEM COMP) * page 38, ligne 33 - page 40, ligne 7; figure 1 *	1,5,11, 12,14	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
19 MAI 1993		EIJKENBOOM T.	
<p style="text-align: center;">CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général 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>			

1

EPO FORM 1503 (03.82) (F0413)