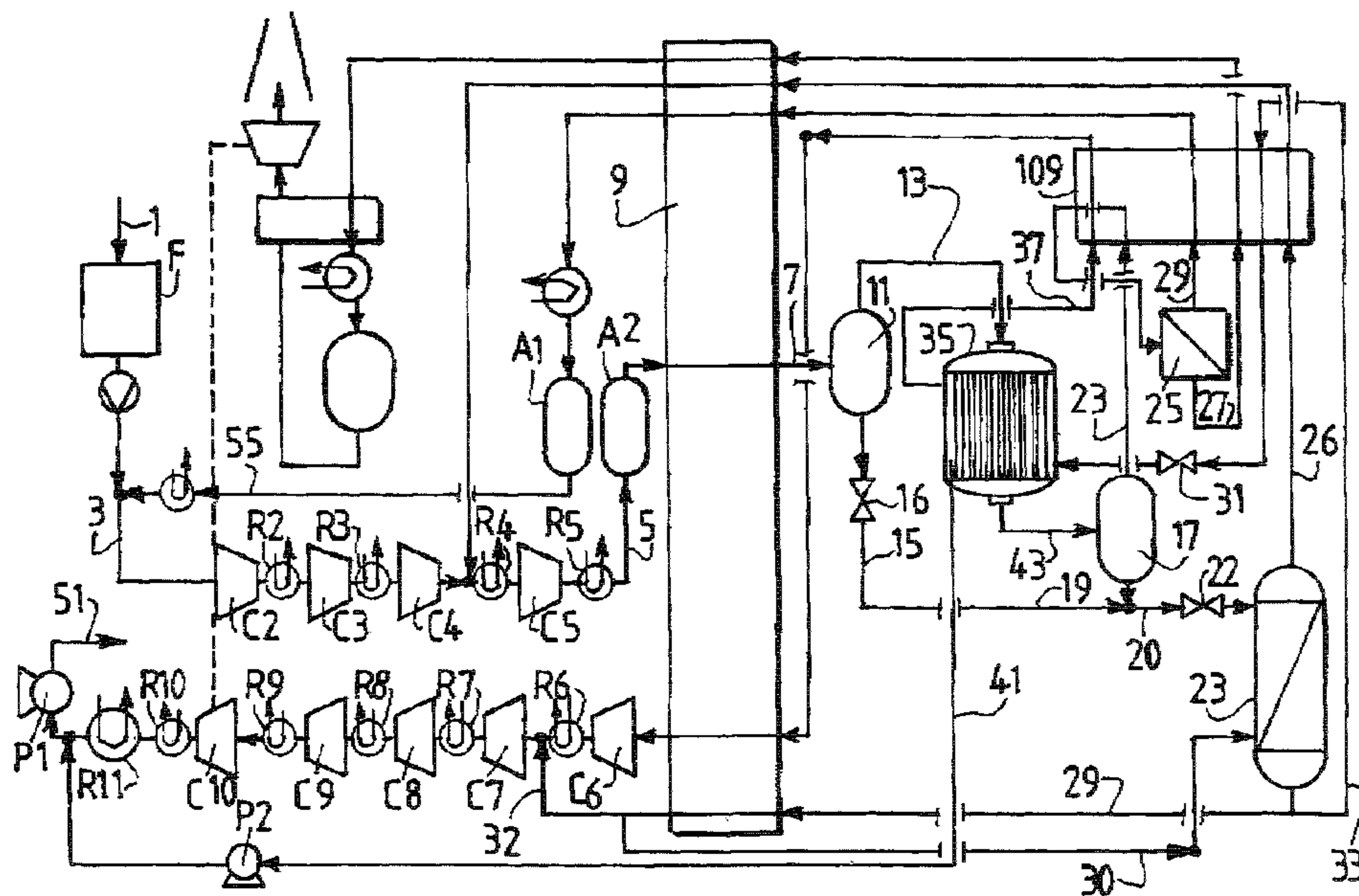




(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2013/07/11
 (87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2014/01/16
 (45) Date de délivrance/Issue Date: 2019/11/12
 (85) Entrée phase nationale/National Entry: 2014/12/12
 (86) N° demande PCT/PCT Application No.: FR 2013/051658
 (87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2014/009664
 (30) Priorité/Priority: 2012/07/13 (FR1256785)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *F25J 3/08* (2006.01),
B01D 3/00 (2006.01), *B01D 5/00* (2006.01),
B01D 53/00 (2006.01), *F25J 3/06* (2006.01)
 (72) Inventeurs/Inventors:
 DAVIDIAN, BENOIT, FR;
 LECLERC, MATHIEU, FR
 (73) Propriétaire/Owner:
 L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE
 ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES
 CLAUDE, FR
 (74) Agent: ROBIC

(54) Titre : PROCEDE ET APPAREIL DE SEPARATION D'UN GAZ RICHE EN DIOXYDE DE CARBONE
 (54) Title: METHOD AND APPARATUS FOR SEPARATING A CARBON DIOXIDE-RICH GAS



(57) Abrégé/Abstract:

Dans un procédé de purification, un gaz riche en dioxyde de carbone est refroidi dans un premier échangeur de chaleur (9) en plaques d'aluminium brasées, le gaz refroidi ou au moins un fluide dérivé du gaz refroidi est envoyé à une étape de purification comprenant une étape de distillation (23), l'étape de purification produit un liquide riche en dioxyde de carbone (33) qui est refroidi, ensuite est détendu puis est envoyé à un deuxième échangeur de chaleur (35) où il est réchauffé au moyen d'un fluide du procédé (13), l'échangeur effectuant un échange de chaleur indirect uniquement entre le liquide riche en dioxyde de carbone et le fluide du procédé, le liquide riche en dioxyde de carbone se vaporise au moins partiellement dans le deuxième échangeur et le gaz vaporisé (37) formé se réchauffe dans le premier échangeur pour former un gaz riche en dioxyde de carbone.

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

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international(43) Date de la publication internationale
16 janvier 2014 (16.01.2014)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2014/009664 A2

(51) Classification internationale des brevets : Non classée

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2013/051658(22) Date de dépôt international :
11 juillet 2013 (11.07.2013)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1256785 13 juillet 2012 (13.07.2012) FR(71) Déposant : L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME
POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PRO-
CEDES GEORGES CLAUDE [FR/FR]; 75, Quai d'Or-
say, F-75007 Paris (FR).(72) Inventeurs : DAVIDIAN, Benoit; 2 rue Jean Bart, F-
94100 Saint Maur Des Fosses (FR). LECLERC, Mathieu;
7 rue des Orteaux, F-75020 Paris (FR).(74) Mandataire : MERCEY, Fiona; L'Air Liquide S.A, Di-
rection 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, 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), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ,
TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK,
EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV,
MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM,
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW,
KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Déclarations en vertu de la règle 4.17 :

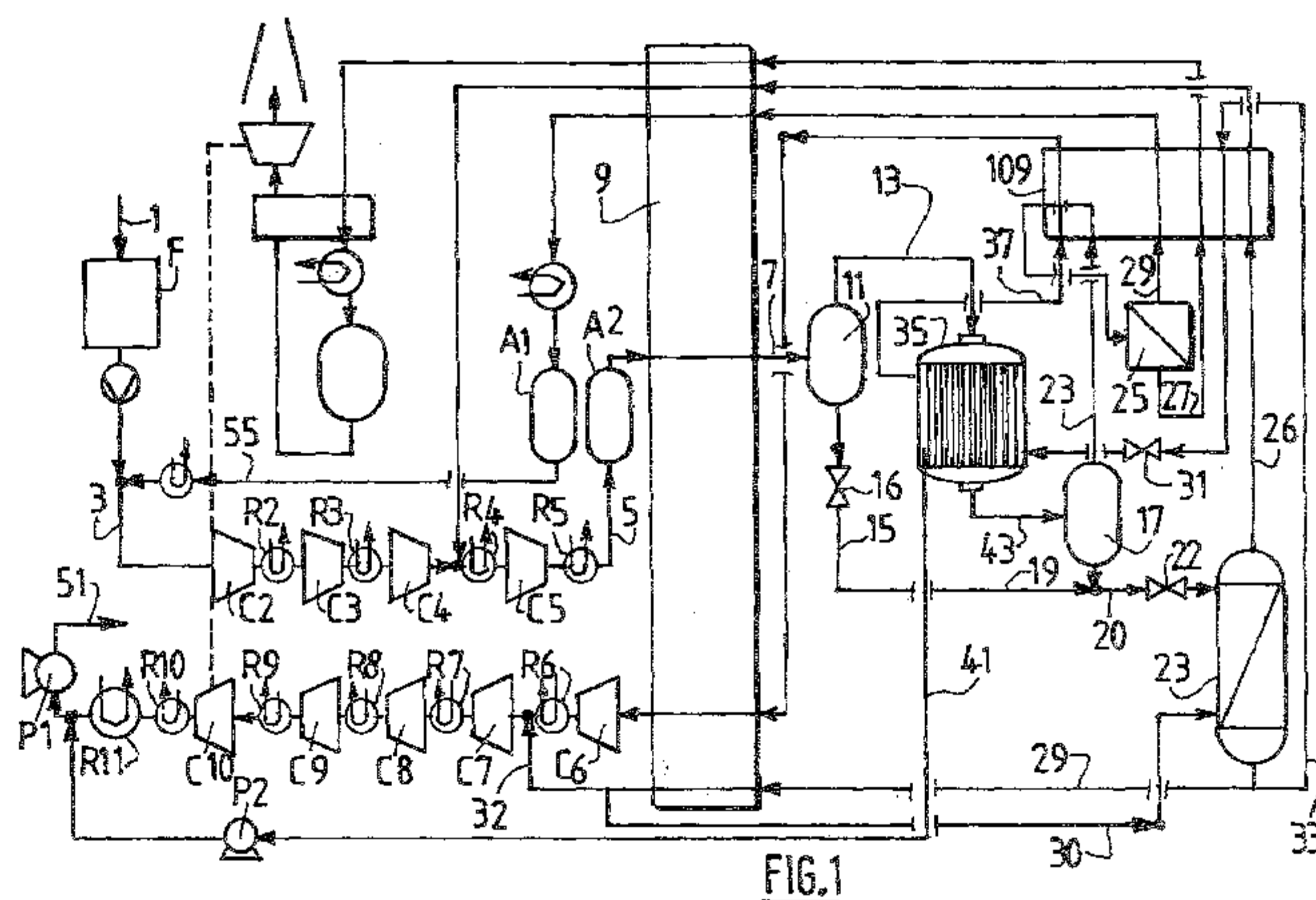
— relative à la qualité d'inventeur (règle 4.17.iv))

Publiée :

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

(54) Title : METHOD AND APPARATUS FOR SEPARATING A CARBON DIOXIDE-RICH GAS

(54) Titre : PROCÉDÉ ET APPAREIL DE SÉPARATION D'UN GAZ RICHE EN DIOXYDE DE CARBONE



(57) Abstract : In a purification method, a carbon dioxide-rich gas is cooled in a first brazed aluminium plate-fin heat exchanger (9), the cooled gas or at least one fluid derived from the cooled gas is sent to a purification step comprising a distillation step (23), the purification step produces a carbon dioxide-rich liquid (33) which is cooled, then expanded, then sent to a second heat exchanger (35) where it is heated by means of a fluid of the method (13), the exchanger carrying out an indirect heat exchange only between the carbon dioxide-rich liquid and the fluid of the method, the carbon dioxide-rich liquid at least partially vaporises in the second exchanger and the vaporised gas (37) formed heats up again in the first exchanger to form a carbon dioxide-rich gas.

(57) Abrégé :

[Suite sur la page suivante]

WO 2014/009664 A2 

Dans un procédé de purification, un gaz riche en dioxyde de carbone est refroidi dans un premier échangeur de chaleur (9) en plaques d'aluminium brasées, le gaz refroidi ou au moins un fluide dérivé du gaz refroidi est envoyé à une étape de purification comprenant une étape de distillation (23), l'étape de purification produit un liquide riche en dioxyde de carbone (33) qui est refroidi, ensuite est détendu puis est envoyé à un deuxième échangeur de chaleur (35) où il est réchauffé au moyen d'un fluide du procédé (13), l'échangeur effectuant un échange de chaleur indirect uniquement entre le liquide riche en dioxyde de carbone et le fluide du procédé, le liquide riche en dioxyde de carbone se vaporise au moins partiellement dans le deuxième échangeur et le gaz vaporisé (37) formé se réchauffe dans le premier échangeur pour former un gaz riche en dioxyde de carbone.

Procédé et appareil de séparation d'un gaz riche en dioxyde de carbone

5

La présente invention est relative à un procédé et à un appareil de séparation d'un gaz riche en dioxyde de carbone par distillation à température subambiantes.

Un gaz riche en dioxyde de carbone contient au moins 60% mol. de dioxyde de carbone, voire au moins 80% mol. de dioxyde de carbone.

Le reste du gaz peut contenir un ou plusieurs des composants suivants : de l'oxygène, de l'azote, de l'argon, de l'oxyde d'azote (NO ou NO₂ ou N₂O), du monoxyde de carbone, de l'hydrogène, du mercure.

La purification peut être réalisée par une ou plusieurs étapes successives de condensation partielle et/ou par distillation.

Dans de nombreuses applications cryogéniques, la production du froid de l'unité se fait par la vaporisation d'un liquide à pression suffisamment basse pour atteindre des températures suffisamment basses. Le liquide n'étant nécessairement pas obtenu à cette pression dans le procédé, il est nécessaire de le détendre, ce qui peut générer une production de gaz. Le gaz ainsi obtenu ne va pas générer beaucoup de froid car il ne va transférer que de la chaleur sensible. Il est donc intéressant de limiter la production de gaz en sousrefroidissant le liquide avant détente.

La demande de brevet déposée sous le numéro FR-1256778 présente une solution d'agencement de boîte froide d'une unité de capture de CO₂ avec une séparation de la ligne d'échange en deux parties, dont une plus simple technologiquement permettant la réduction du risque de prise en glace massive de la boîte froide.

La demande de brevet déposée sous le numéro FR-1256771 présente une solution d'intégration des membranes cryogéniques dans la boîte froide d'une unité de capture de CO₂.

La présente invention consiste à optimiser la ligne d'échange de la boîte froide séparée en deux parties par l'ajout d'un sous refroidisseur notamment.

Selon un objet de l'invention, il est prévu un procédé de purification d'un gaz riche en dioxyde de carbone à basse température pour produire un fluide riche en dioxyde de carbone dans lequel :

5 i) le gaz riche en dioxyde de carbone est refroidi dans un premier échangeur de chaleur en plaques d'aluminium brasées, constitué de tapis d'ondes séparés par des plaques,

ii) le gaz refroidi ou au moins un fluide dérivé du gaz refroidi est envoyé à une étape de purification comprenant une étape de distillation et/ou au moins deux étapes successives de condensation partielle ,

10 iii) l'étape de purification produit un gaz appauvri en dioxyde de carbone qui se réchauffe dans le premier échangeur,

iv) l'étape de purification produit un liquide riche en dioxyde de carbone qui est refroidi, ensuite est détendu puis est envoyé à un deuxième échangeur de chaleur où il est réchauffé au moyen d'un fluide du procédé qui est un gaz dérivé
15 du gaz refroidi dans le premier échangeur, l'échangeur effectuant un échange de chaleur indirect uniquement entre le liquide riche en dioxyde de carbone et le fluide du procédé, et

v) le liquide riche en dioxyde de carbone se vaporise au moins partiellement dans le deuxième échangeur et le gaz vaporisé formé se réchauffe
20 dans le premier échangeur pour former un gaz riche en dioxyde de carbone, pouvant être le produit final du procédé
caractérisé en ce que le gaz refroidi se condense au moins partiellement dans le premier échangeur et est envoyé à un premier séparateur de phases et le gaz du premier séparateur de phases est envoyé au deuxième échangeur où il se
25 condense pour former du liquide condensé.

Selon d'autres aspects facultatifs :

- le gaz riche en dioxyde de carbone est comprimé et condensé pour former un liquide riche en dioxyde de carbone qui est un produit final du procédé.

- le liquide du premier séparateur de phases est détendu et envoyé à
30 un deuxième séparateur de phases ou à la colonne de distillation .

- le liquide condensé est envoyé au deuxième séparateur de phases et le liquide du deuxième séparateur de phases est envoyé en tête de la colonne de distillation pour alimenter la colonne de distillation.

- le gaz du deuxième séparateur de phases se réchauffe dans le premier échangeur.
 - le deuxième échangeur est un échangeur à tubes et à calandre, le liquide riche en dioxyde de carbone étant envoyé se réchauffer dans le calandre et le fluide du procédé étant envoyé se refroidir dans les tubes.
 - le liquide riche en dioxyde de carbone est refroidi avant la détente dans un échangeur de chaleur par échange de chaleur indirect avec le gaz appauvri en dioxyde de carbone qui se réchauffe dans le premier échangeur
 - le liquide riche en dioxyde de carbone se refroidit dans un troisième échangeur ou dans le premier échangeur en amont de la détente .
 - le gaz du deuxième séparateur de phases est séparé par perméation
- Selon un autre objet de l'invention, il est prévu un appareil de purification d'un gaz contenant du dioxyde de carbone à basse température pour produire un fluide riche en dioxyde de carbone comprenant un premier échangeur de chaleur en plaques d'aluminium brasées, constitué de tapis d'ondes séparés par des plaques, un deuxième échangeur de chaleur différent du type précédent capable de permettre un échange de chaleur indirect entre seulement deux fluides, un troisième échangeur de chaleur, une unité de purification comprenant au moins une colonne de distillation et/ou au moins deux séparateurs de phases reliés en série, une conduite pour envoyer le gaz riche en dioxyde de carbone se refroidir dans le premier échangeur, une conduite pour envoyer le gaz refroidi ou au moins un fluide dérivé du gaz refroidi à l'unité de purification, une conduite pour sortir de l'unité de purification un gaz appauvri en dioxyde de carbone reliée au premier échangeur, une conduite pour sortir de l'unité de purification un liquide riche en dioxyde de carbone reliée à un troisième échangeur pour refroidir le liquide riche en dioxyde de carbone, une vanne pour détendre le liquide refroidi, la vanne étant reliée au deuxième échangeur de chaleur et une conduite pour envoyer un fluide du procédé qui est un gaz dérivé du gaz refroidi dans le premier échangeur du premier échangeur au deuxième échangeur pour vaporiser le liquide riche en dioxyde de carbone dans la calandre et une conduite pour envoyer le gaz produit par la vaporisation du liquide riche en dioxyde de carbone dans le deuxième échangeur au premier échangeur pour se réchauffe caractérisé en ce qu'il comprend un premier séparateur de phases, des moyens pour envoyer le gaz

refroidi au moins partiellement condensé du le premier échangeur et au premier séparateur de phases et des moyens pour envoyer le gaz du premier séparateur de phases au deuxième échangeur.

Des moyens peuvent être prévus pour envoyer un gaz de tête de la colonne de distillation et/ou le gaz vaporisé dans le deuxième échangeur et/ou un gaz dérivé du fluide de procédé au troisième échangeur pour se réchauffer en amont de le premier échangeur.

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

- des moyens pour envoyer le liquide détendu du premier séparateur de phases à un deuxième séparateur de phases ou à la colonne de distillation.
- des moyens pour envoyer du deuxième échangeur à un deuxième séparateur de phases et des moyens pour envoyer le liquide du deuxième séparateur de phases en tête de la colonne de distillation pour alimenter la colonne de distillation.
- des moyens pour envoyer un gaz du deuxième séparateur de phases se réchauffer dans le premier échangeur.

Le deuxième échangeur peut être un échangeur à tubes et à calandre, éventuellement comprenant des moyens pour envoyer le liquide riche en dioxyde de carbone se réchauffer dans le calandre.

Selon un autre aspect, l'invention vise un procédé de purification d'un gaz riche en dioxyde de carbone à basse température pour produire un fluide riche en dioxyde de carbone dans lequel :

- i) le gaz riche en dioxyde de carbone est refroidi dans un premier échangeur de chaleur en plaques d'aluminium brasées, constitué de tapis d'ondes séparés par des plaques,
- ii) le gaz refroidi ou au moins un fluide dérivé du gaz refroidi est envoyé à une étape de purification comprenant une étape de distillation et/ou au moins deux étapes successives de condensation partielle,

- iii) l'étape de purification produit un gaz appauvri en dioxyde de carbone qui se réchauffe dans le premier échangeur,
- iv) l'étape de purification produit un liquide riche en dioxyde de carbone qui est refroidi, ensuite est détendu puis est envoyé à un deuxième échangeur de chaleur où
5 il est réchauffé au moyen d'un fluide du procédé qui est un gaz dérivé du gaz refroidi dans le premier échangeur, le deuxième échangeur effectuant un échange de chaleur indirect uniquement entre le liquide riche en dioxyde de carbone et le fluide du procédé, et
- v) le liquide riche en dioxyde de carbone se vaporise au moins partiellement dans
10 le deuxième échangeur et le gaz vaporisé formé se réchauffe dans le premier échangeur pour former un gaz riche en dioxyde de carbone, pouvant être le produit final du procédé

dans lequel :

15 - le gaz refroidi se condense au moins partiellement dans le premier échangeur et est envoyé à un premier séparateur de phases et le gaz du premier séparateur de phases est envoyé au deuxième échangeur où il se condense pour former du liquide condensé;

20 -le deuxième échangeur est un échangeur à tubes et à calandre, le liquide riche en dioxyde de carbone étant envoyé se réchauffer dans le calandre et le fluide du procédé étant envoyé se refroidir dans les tubes; et

-le liquide riche en dioxyde de carbone est refroidi avant la détente dans un troisième échangeur de chaleur par échange de chaleur indirect avec le gaz appauvri en dioxyde de carbone qui se réchauffe dans le premier échangeur et avec le gaz vaporisé dans le deuxième échangeur.

25

Selon encore un autre aspect, l'invention vise un appareil de purification d'un gaz contenant du dioxyde de carbone à basse température pour produire un fluide

riche en dioxyde de carbone, comprenant un premier échangeur de chaleur en plaques d'aluminium brasées, constitué de tapis d'ondes séparés par des plaques, un deuxième échangeur de chaleur différent du premier échangeur, le deuxième échangeur étant un échangeur à tubes et à calandre capable de permettre un

5 échange de chaleur indirect entre seulement deux fluides, un troisième échangeur de chaleur, une unité de purification comprenant au moins une colonne de distillation et/ou au moins un premier et un deuxième séparateur de phases reliés en série, une conduite pour envoyer le gaz riche en dioxyde de carbone se refroidir dans le premier échangeur, une conduite pour envoyer le gaz refroidi ou au moins un fluide dérivé du

10 gaz refroidi à l'unité de purification, une conduite pour sortir de l'unité de purification un gaz appauvri en dioxyde de carbone reliée au premier échangeur, une conduite pour sortir de l'unité de purification un liquide riche en dioxyde de carbone reliée au troisième échangeur pour refroidir le liquide riche en dioxyde de carbone, une vanne pour détendre le liquide refroidi, la vanne étant reliée au deuxième échangeur de

15 chaleur et une conduite pour envoyer un fluide du procédé qui est un gaz dérivé du gaz refroidi dans le premier échangeur du premier échangeur au deuxième échangeur pour vaporiser le liquide riche en dioxyde de carbone dans la calandre et une conduite pour envoyer le gaz produit par la vaporisation du liquide riche en

20 dioxyde de carbone dans le deuxième échangeur au premier échangeur pour se réchauffer, l'appareil comprenant des moyens pour envoyer le gaz refroidi au moins partiellement condensé dans le premier échangeur et au premier séparateur de phases et des moyens pour envoyer le gaz du premier séparateur de phases au deuxième échangeur.

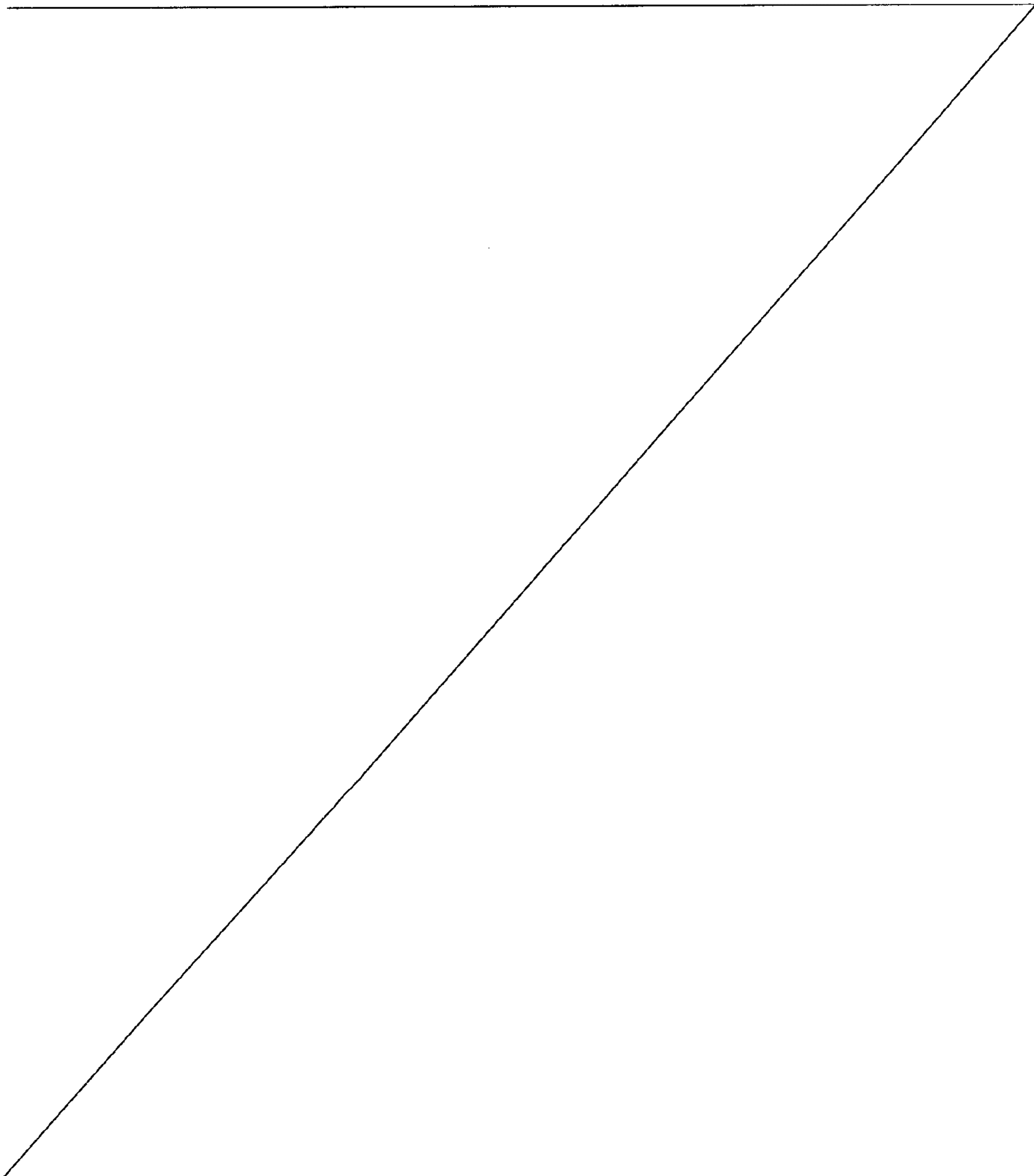
Dans les schémas proposés dans la demande de brevet déposée sous le

25 numéro FR-1256778, la condensation du CO₂ à la plus basse température (proche du point triple) est faite grâce à un second échangeur plus simple technologiquement. De ce fait, on choisit alors un échangeur à seulement deux passes (technologie tubes et calandre notamment). On condense donc le CO₂ contre le CO₂ issu de la colonne à distiller après sa détente pour atteindre une température proche du point triple du

30 CO₂. Or d'autres fluides (tête de colonne à distiller, tête du dernier pot de séparation par exemple) sont aussi disponibles à des températures proches du point triple du

4c

CO₂ et ne pourront donc pas échanger leurs frigories pour condenser le CO₂ dans la partie la plus froide si l'échangeur qui y est dédié ne contient que deux passes. Si on veut utiliser ces fluides pour condenser le CO₂ et ainsi valoriser le froid de ces fluides, on devra utiliser l'échangeur principal multi-passes dont les températures sont bien plus hautes (entre -30 et -40°C environ au plus froid).



Cette solution présente des inconvénients notables :

- on valorise très mal le froid à basse température en l'échangeant contre des fluides bien plus chauds, il y a donc une perte exergétique importante qui se traduit par des pertes énergétiques (il va être nécessaire de vaporiser plus de CO₂ liquide basse pression pour obtenir la même condensation du CO₂)

- l'écart de température dans l'échangeur multi passes entre les fluides chaud et les fluides froids va être très important : si le point froid coté chaud est à -30°C et à -52,5°C coté froid, alors l'écart est de 22,5°C. Cet écart est très problématique compte-tenu des contraintes mécaniques occasionnées, en particulier sur le brasage si la technologie choisie est l'échangeur en matériau brasé (typique pour les applications cryogéniques et pour les échangeurs multi-passes).

Il faut donc chercher à échanger ce froid basse température contre un fluide chaud qui sera refroidi jusqu'à des températures proches.

L'invention consiste donc à transférer le froid de ces fluides vers le CO₂ qui sera vaporisé à basse pression (au bout froid de l'échangeur) qui lui échangera ensuite contre le CO₂ à liquéfier. On transmet alors le froid basse température dans la partie basse température de la boîte froide, diminuant ainsi les pertes exergétiques. De plus, si on refroidit le CO₂ « basse pression » avant sa détente, on va le sous refroidir, limitant ainsi la production de gaz occasionné par sa détente. Plus de froid est alors disponible, ce qui optimise la consommation énergétique du système.

Tous les fluides froids à basses températures sont réchauffés jusqu'à une température proche de celle de la « basse pression » (à l'approche près du sous-refroidisseur). Ces fluides pourront ensuite transférer leurs frigories à plus haute température dans l'échangeur principal.

Ce sous-refroidisseur est aussi applicable dans le cas où l'on utilise des membranes cryogéniques dans la boîte froide (cf demande de brevet déposée sous le numéro FR-1256771). En effet, le réchauffage de la tête de pot avant d'entrer dans les membranes et la valorisation du froid du perméat et du résidu peut se faire dans le sous-refroidisseur car ils sont à des températures plus proches du point triple du CO₂ que la température de l'échangeur principal. Le schéma global est le suivant :

L'invention proposée ici vise à permettre d'opérer au plus proche du point triple, voire même avec le CO₂ liquide au point triple.

L'invention concerne un procédé dans lequel le liquide riche en dioxyde de carbone se vaporise dans à un échangeur permettant un échange de chaleur indirect entre seulement deux fluides. Cet échangeur peut être par exemple un échangeur « tubes-calandre » où le CO₂ se vaporise dans la calandre et le flux à condenser partiellement se trouve dans les tubes. Le liquide bouillant se trouvant dans une calandre, il n'est plus à craindre que l'apparition d'une phase solide bouche les passages et conduise à des surpressions locales lorsque du solide se sublime entre deux bouchons de glace.

Il est donc possible d'opérer le pot à la pression du point triple pour le liquide bouillant, le CO₂ solide qui apparaît ponctuellement fondra lorsque la pression remontera au-dessus du point triple ou lorsque le liquide alimentant l'échangeur sera un peu surchauffé.

Les impuretés éventuellement présentes dans le CO₂ liquide vaporisé seront évacuées de l'échangeur :

- Soit dans la phase gazeuse pour les plus légères
 - Soit dans une purge liquide pour les plus lourdes
- Cette purge liquide sera évacuée de l'échangeur.

L'invention sera décrite en plus détail en se référant aux figures 1 à 3 qui représentent des procédés selon l'invention.

Dans la Figure 1, un gaz 1 contient au moins 60% mol. de dioxyde de carbone, voire au moins 80% mol. de dioxyde de carbone.

Le reste du gaz 1 peut contenir un ou plusieurs des composants suivants : de l'oxygène, de l'azote, de l'argon, de l'oxyde d'azote (NO ou NO₂ ou N₂O), du monoxyde de carbone, de l'hydrogène, du mercure.

Le gaz est filtré dans un filtre F pour enlever les poussières puis comprimé dans un premier étage de compresseur C1 pour former un débit comprimé 3. Le débit comprimé 3 est comprimé dans un deuxième étage de compression C2, refroidi dans un refroidisseur R2, comprimé dans un troisième étage de compression C3, refroidi dans un refroidisseur R3, comprimé dans un quatrième étage de compression C4, refroidi dans un refroidisseur R4, comprimé dans un cinquième étage de compression C5 et refroidi dans un refroidisseur R5 pour

former un débit 5 à entre 6 et 20 bars abs. Ce débit du gaz 5 est épuré en eau dans un lit d'absorbant A2 pour former un débit épuré 7. Le débit épuré 7 est partiellement condensé dans un premier échangeur 9, qui est un échangeur en aluminium constitué par un empilement de tapis d'ondes séparé par des plaques.

5 Le débit partiellement condensé est envoyé dans un premier séparateur de phases 11. Le gaz formé 13 est envoyé aux tubes d'un deuxième échangeur 35, permettant un échange indirect de chaleur entre seulement deux fluides, du type tubes et calandre. La figure illustre la multiplicité de tubes où se condense le gaz 13 dérivé du gaz. Le liquide formé 43 est envoyé à un deuxième séparateur de

10 phases 17.

Un gaz 23 du deuxième séparateur de phases 17 se réchauffe dans le troisième échangeur de chaleur 109, qui est un échangeur à plaques et à ailettes. Le liquide 19 du deuxième séparateur 17 est mélangé avec le liquide 19 du premier séparateur de phases détendu dans une vanne 16 puis est détendu dans

15 une vanne 22 et envoyé en tête de la colonne de distillation 23.

Un gaz de tête 26 de la colonne de distillation 23, appauvri en dioxyde de carbone mais enrichi en au moins une des impuretés (de l'oxygène, de l'azote, de l'argon, de l'oxyde d'azote (NO ou NO₂ ou N₂O), du monoxyde de carbone, de l'hydrogène), se réchauffe dans le troisième échangeur de chaleur 109 et ensuite

20 dans le premier échangeur de chaleur 9.

Un liquide de cuve est soutiré en cuve de la colonne et réchauffé dans le troisième échangeur 109. Ce liquide contient au moins 80% mol de dioxyde de carbone. Le liquide est détendu dans une vanne 31 et est ensuite envoyé à la calandre du deuxième échangeur 35 où il se vaporise partiellement. Le gaz 37

25 formé est réchauffé dans le troisième échangeur 109 et ensuite dans le premier échangeur 9. De là il est comprimé par un étage de compression C6 et refroidi dans un refroidisseur R6 avant d'être mélangé avec le liquide vaporisé 32. Le gaz ainsi formé est comprimé par les étages C7, C8, C9 et refroidi par les refroidisseurs R7, R8, R9, R10 afin de former un gaz condensé. Ce gaz condensé

30 est mélangé avec la purge liquide 41 du deuxième échangeur et en partie pompé par une pompe P1 pour former un produit liquide sous pression 51, à au moins 50bars. La purge liquide 41 a précédemment été pompée dans une pompe P2.

Le gaz 23 du deuxième séparateur de phase 17 est réchauffé partiellement dans le troisième échangeur de chaleur 109, ensuite séparé par une membrane 25 pour former un perméat 29 et un non-perméat 27. Le non-perméat 27 se réchauffe dans les troisième et premier échangeurs puis est envoyé à l'air. Le perméat 29 se réchauffe dans les troisième et premier échangeurs puis sert à régénérer le lit d'adsorbant A1 qui est en régénération. Le débit 55 ayant servi à la régénération est mélangé avec le débit 3 en aval de l'étage C1.

Il est bien évidemment possible de vaporiser le liquide 33 dans le deuxième échangeur 35 par échange de chaleur indirect avec un autre fluide du procédé, par exemple une partie du liquide de cuve vaporisé.

Il est possible de réchauffer le liquide 41 ainsi pompé dans la pompe P2 avant de le mélanger avec le CO₂ liquide à température ambiante afin de récupérer les frigories de la chaleur sensible de la purge.

Dans la variante de la Figure 2, le gaz 23 est simplement réchauffé dans le troisième échangeur et ensuite dans le premier échangeur sans avoir été séparé par perméation.

Dans la variante de la Figure 3, le procédé correspond à celui de la Figure 2 sauf que le sous-refroidisseur 109 est incorporé dans l'échangeur 9. Ainsi on voit que le liquide 33 se refroidit en parcourant partiellement l'échangeur 9 avant d'être envoyé à la vanne 31.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de purification d'un gaz riche en dioxyde de carbone à basse température pour produire un fluide riche en dioxyde de carbone dans lequel :

i) le gaz riche en dioxyde de carbone est refroidi dans un premier échangeur de chaleur en plaques d'aluminium brasées, constitué de tapis d'ondes séparés par des plaques,

ii) le gaz refroidi ou au moins un fluide dérivé du gaz refroidi est envoyé à une étape de purification comprenant une étape de distillation et/ou au moins deux étapes successives de condensation partielle,

iii) l'étape de purification produit un gaz appauvri en dioxyde de carbone qui se réchauffe dans le premier échangeur,

iv) l'étape de purification produit un liquide riche en dioxyde de carbone qui est refroidi, ensuite est détendu puis est envoyé à un deuxième échangeur de chaleur où il est réchauffé au moyen d'un fluide du procédé qui est un gaz dérivé du gaz refroidi dans le premier échangeur, le deuxième échangeur effectuant un échange de chaleur indirect uniquement entre le liquide riche en dioxyde de carbone et le fluide du procédé, et

v) le liquide riche en dioxyde de carbone se vaporise au moins partiellement dans le deuxième échangeur et le gaz vaporisé formé se réchauffe dans le premier échangeur pour former un gaz riche en dioxyde de carbone, pouvant être le produit final du procédé

dans lequel :

- le gaz refroidi se condense au moins partiellement dans le premier échangeur et est envoyé à un premier séparateur de phases et le gaz du premier séparateur de phases est envoyé au deuxième échangeur où il se condense pour former du liquide condensé;

-le deuxième échangeur est un échangeur à tubes et à calandre, le liquide riche en dioxyde de carbone étant envoyé se réchauffer dans la calandre et le fluide du procédé étant envoyé se refroidir dans les tubes; et

-le liquide riche en dioxyde de carbone est refroidi avant la détente dans un troisième échangeur de chaleur par échange de chaleur indirect avec le gaz appauvri en dioxyde de carbone qui se réchauffe dans le premier échangeur et avec le gaz vaporisé dans le deuxième échangeur .

2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel le gaz riche en dioxyde de carbone est comprimé et condensé pour former un liquide riche en dioxyde de carbone qui est un produit final du procédé.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 dans lequel, un liquide du premier séparateur de phases est détendu et envoyé à un deuxième séparateur de phases ou à la colonne de distillation.

4. Procédé selon la revendication 3 dans lequel le liquide condensé est envoyé au deuxième séparateur de phases et le liquide du deuxième séparateur de phases est envoyé en tête de la colonne de distillation pour alimenter la colonne de distillation.

5. Procédé selon la revendication 3 ou 4 dans lequel un gaz du deuxième séparateur de phases se réchauffe dans le premier échangeur.

6. Appareil de purification d'un gaz contenant du dioxyde de carbone à basse température pour produire un fluide riche en dioxyde de carbone, comprenant un premier échangeur de chaleur en plaques d'aluminium brasées, constitué de tapis d'ondes séparés par des plaques, un deuxième échangeur de chaleur différent du premier échangeur, le deuxième échangeur étant un échangeur à tubes et à calandre capable de permettre un échange de chaleur indirect entre seulement deux fluides, un troisième échangeur de chaleur, une unité de purification comprenant au moins une colonne de distillation et/ou au moins un premier et un

deuxième séparateur de phases reliés en série, une conduite pour envoyer le gaz riche en dioxyde de carbone se refroidir dans le premier échangeur, une conduite pour envoyer le gaz refroidi ou au moins un fluide dérivé du gaz refroidi à l'unité de purification, une conduite pour sortir de l'unité de purification un gaz appauvri en dioxyde de carbone reliée au premier échangeur, une conduite pour sortir de l'unité de purification un liquide riche en dioxyde de carbone reliée au troisième échangeur pour refroidir le liquide riche en dioxyde de carbone, une vanne pour détendre le liquide refroidi, la vanne étant reliée au deuxième échangeur de chaleur et une conduite pour envoyer un fluide du procédé qui est un gaz dérivé du gaz refroidi dans le premier échangeur du premier échangeur au deuxième échangeur pour vaporiser le liquide riche en dioxyde de carbone dans la calandre et une conduite pour envoyer le gaz produit par la vaporisation du liquide riche en dioxyde de carbone dans le deuxième échangeur au premier échangeur pour se réchauffer, l'appareil comprenant des moyens pour envoyer le gaz refroidi au moins partiellement condensé dans le premier échangeur et au premier séparateur de phases, des moyens pour envoyer le gaz du premier séparateur de phases au deuxième échangeur et des moyens pour envoyer le liquide riche en dioxyde de carbone se réchauffer dans la calandre.

7. Appareil selon la revendication 6 comprenant des moyens pour envoyer un gaz de tête de la colonne de distillation et/ou le gaz vaporisé dans le deuxième échangeur et/ou un gaz dérivé du fluide de procédé au troisième échangeur pour se réchauffer en amont du premier échangeur.

8. Appareil selon la revendication 6 ou 7 comprenant des moyens pour envoyer un liquide détendu du premier séparateur de phases au deuxième séparateur de phases ou à la colonne de distillation.

9. Appareil selon l'une quelconque des revendications 6 à 8 comprenant des moyens pour envoyer du deuxième échangeur à un deuxième séparateur de phases et des moyens pour envoyer un liquide du deuxième séparateur de phases en tête de la colonne de distillation pour alimenter la colonne de distillation.

10. Appareil selon l'une quelconque des revendications 6 à 9, comprenant des moyens pour envoyer un gaz du deuxième séparateur de phases se réchauffer dans le premier échangeur.

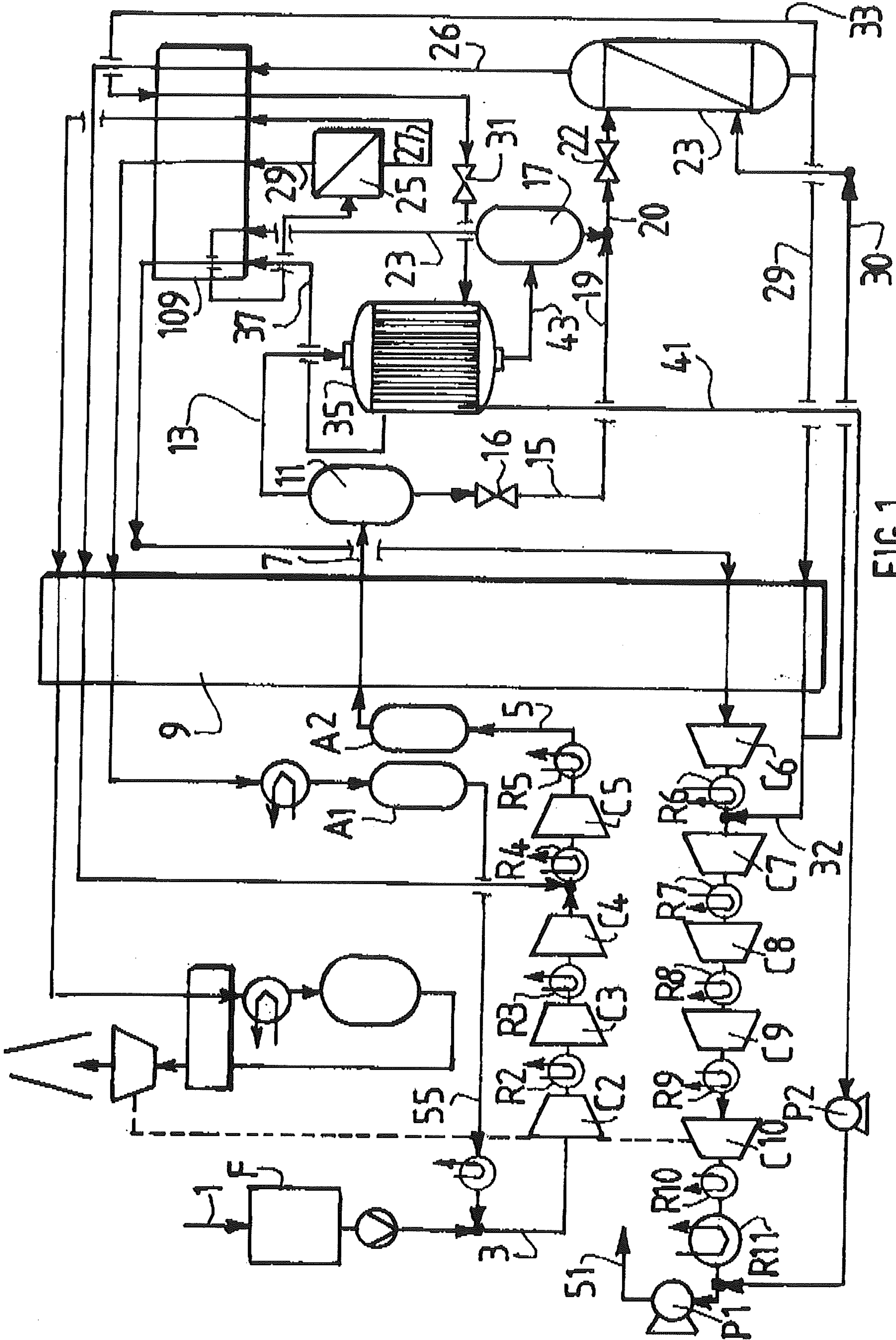


FIG.1

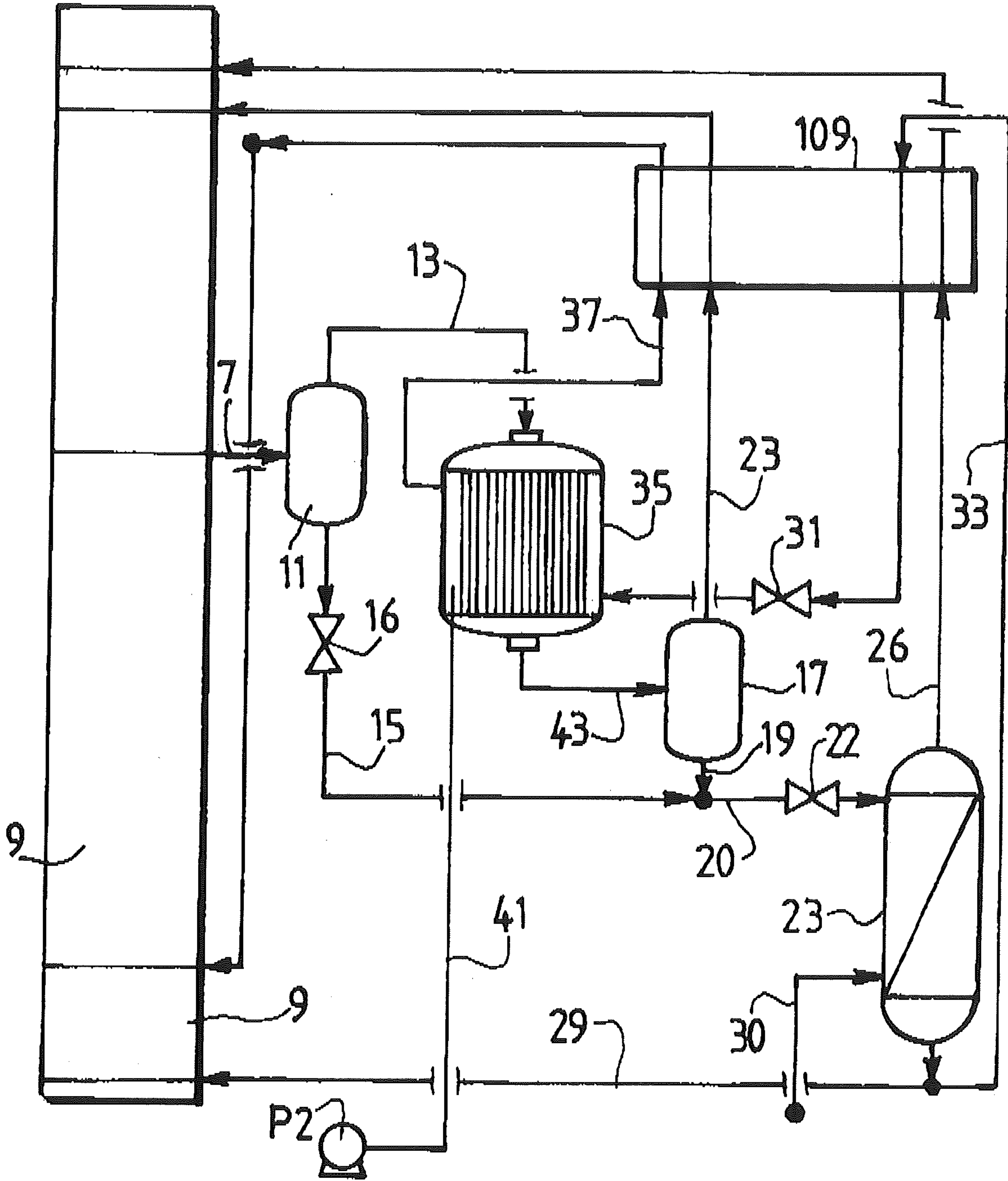


FIG.2

