

(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
23 février 2006 (23.02.2006)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2006/018558 A1

(51) Classification internationale des brevets⁷ :
B01D 53/047, 53/22

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2005/050448

(22) Date de dépôt international : 16 juin 2005 (16.06.2005)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0451678 28 juillet 2004 (28.07.2004) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **L'AIR LIQUIDE SOCIÉTÉ ANONYME À DIRECTOIRE ET CONSEIL DE SURVEILLANCE POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDES GEORGES CLAUDE** [FR/FR]; 75, Quai d'Orsay, F-75321 PARIS CEDEX 07 (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **VANDROUX, Olivier** [FR/FR]; 21, rue du Général Mangin,

F-38000 GRENOBLE (FR). **GUILBAUD, Eric** [FR/FR]; c/o AIR LIQUIDE SPATIAL, RN1 Ensemble de lancement ARIANE, BP 827, KOUROU CEDEX, 97388 (GF). **TOUVARD, Frédéric** [FR/FR]; 53, avenue du Vercors, F-38240 MEYLAN (FR). **SCHMUTZ, Nicolas** [FR/FR]; 10bis, boulevard Gambetta, F-38000 GRENOBLE (FR). **BALLAND, Lionel** [FR/FR]; 72, chemin de Tessy, F-38690 COLOMBE (FR).

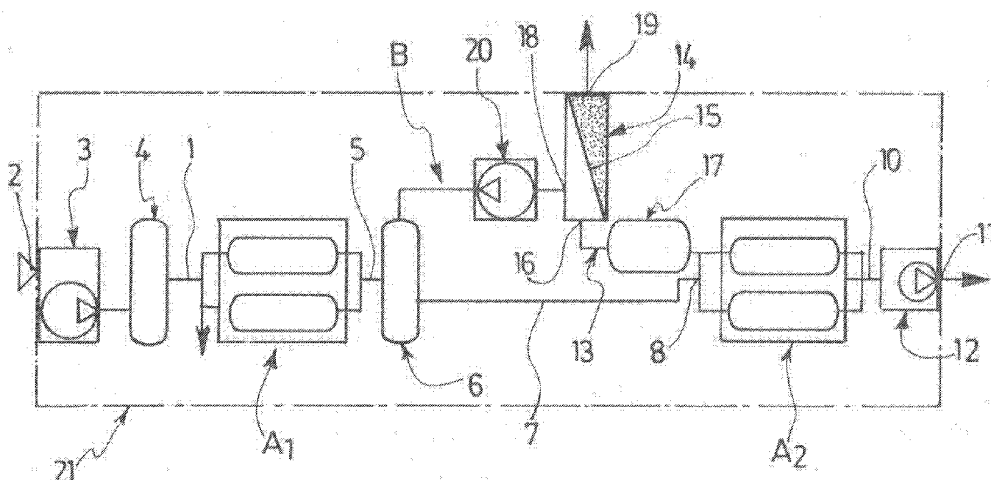
(74) Mandataire : **LE MOENNER, Gabriel**; L'Air Liquide S.A., 75, Quai d'Orsay, F-75321 PARIS CEDEX 07 (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: INSTALLATION FOR PRODUCING OXYGEN OF HIGH PURITY

(54) Titre : INSTALLATION DE PRODUCTION D'OXYGÈNE DE HAUTE PURETÉ



(57) Abstract: The invention relates to an installation for producing oxygen of high purity, which is advantageously installed in a transportable container (21), comprising: an upstream pressure-swing-adsorption (PSA) device (A₁) containing a zeolite sieve; a downstream PSA device (A₂) containing a carbonaceous sieve; in a loop between the two devices, a permeation device (P) capable of separating oxygen from argon, and; a medium-pressure oxygen compressor (20). The invention is used for producing oxygen of high purity on-site, typically in isolated locations.

(57) Abrégé : L'installation de production d'oxygène de haute pureté, avantageusement installée dans un conteneur transportable (21), comprend un dispositif PSA amont (A₁) contenant un tamis zéolithe, un dispositif PSA aval (A₂) contenant un tamis carboné et, dans un boucle entre les deux dispositifs, un dispositif de perméation (P) capable de séparer l'oxygène de l'argon, et un compresseur d'oxygène moyenne pression (20). Application à la production sur site, typiquement dans des lieux isolés, d'oxygène de haute pureté.

WO 2006/018558 A1



SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN,
YU, ZA, ZM, ZW.

SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN,
GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(84) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible*) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO,

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

INSTALLATION DE PRODUCTION D'OXYGENE DE HAUTE PURETE

La présente invention concerne les installations de production on-site d'oxygène de haute pureté convenant en particulier pour des sites de
5 consommation isolés ou difficilement approvisionnables en oxygène haute pureté conditionné.

Les dispositifs de séparation de gaz par adsorption de type PSA permettant, en configuration monoétage, de produire de l'oxygène à une pureté n'excédant pas 95 %, il a été proposé, pour des installations sur site ou
10 embarquées, des systèmes avec, en cascade, au moins un dispositif de séparation de gaz par adsorption de type PSA couplé à un autre PSA ou à un dispositif de séparation de gaz par perméation. Les dispositifs connus présentent des rendements énergétiques assez faibles et sont de mise en œuvre délicate.

La présente invention a pour objet de proposer une installation capable de
15 fournir de l'oxygène à une pureté atteignant ou dépassant 99,5 %, de mise en œuvre aisée, permettant de ce fait une intégration facilitée sur site, notamment une grande standardisation des sous-composants permettant de réduire les coûts, et présentant un rendement énergétique satisfaisant.

Pour ce faire, selon une caractéristique de l'invention, l'installation
20 comprend :

- un premier dispositif de séparation de gaz par adsorption ayant une première entrée, typiquement connectable à une source d'air sous pression, et une deuxième sortie, et contenant au moins un adsorbant capable de retenir l'azote ;
- 25 - un deuxième dispositif de séparation de gaz par adsorption ayant une deuxième entrée reliée à la première sortie et une deuxième sortie, et contenant au moins un adsorbant capable de retenir l'argon ; et
- dans une branche d'une boucle entre la première sortie et la deuxième entrée, un dispositif de séparation de gaz par perméation comportant au moins
30 une membrane capable de séparer l'oxygène de l'argon et ayant une troisième entrée reliée à la deuxième entrée et une sortie d'oxygène reliée à la première sortie du premier dispositif de séparation.

Selon d'autres caractéristiques de l'invention :

- l'installation comprend un compresseur d'oxygène disposé dans la boucle, entre la première sortie et la deuxième entrée ou entre la sortie d'oxygène et la première sortie ;

- l'adsorbant du premier dispositif de séparation comprend au moins une
5 zéolithe, typiquement une zéolithe X, avantageusement une zéolithe LiX, l'adsorbant du deuxième dispositif de séparation comprenant au moins un tamis carboné ;

- l'installation est installée opérationnellement dans un conteneur de transport standardisé.

10 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront de la description suivante d'un mode de réalisation, donné à titre illustratif mais nullement limitatif, faite en relation avec le dessin annexé, sur lequel :

la figure unique représente schématiquement un mode de réalisation d'une installation selon l'invention intégré dans une enveloppe transportable.

15 Sur la figure unique on reconnaît un premier dispositif de séparation de gaz par adsorption de type PSA A₁ à tamis zéolithique ayant une entrée 1 d'air comprimé fourni, à partir d'une entrée d'air atmosphérique 2, par un ensemble de compression basse pression/filtration et séchage 3 via, typiquement, un réservoir d'air tampon 4.

20 Le dispositif de séparation A₁ comporte une sortie de mélange enrichi en oxygène 5 débitant dans une capacité d'oxygène tampon 6 reliée, via une ligne 7, à l'entrée 8 d'un deuxième dispositif de séparation de gaz par adsorption de type PSA A₂ à tamis carboné comportant une sortie d'oxygène 10 connectable à un circuit utilisateur externe 11 via un compresseur d'oxygène 12, typiquement
25 haute pression.

Le premier dispositif de séparation de gaz A₁ comprend au moins un, typiquement au moins deux adsorbeurs comportant au moins un tamis zéolithique de type X, avantageusement une zéolithe au lithium LiX, pour fournir en sortie 5 un oxygène à une pureté entre 94 et 95 %.

30 Le second dispositif de séparation de gaz par adsorption A₂ comporte, pour sa part, au moins un, typiquement au moins deux adsorbeurs comportant chacun au moins un tamis carboné capable de séparer l'argon résiduaire de

l'oxygène enrichi transmis par la ligne 7 pour fournir, en sortie 10, un oxygène à une pureté d'environ 99,5 %.

Selon l'invention, la ligne 7 est intégrée dans une boucle B comprenant une branche 13 s'étendant, en parallèle à la ligne 7, entre l'entrée 8 du deuxième
5 dispositif de séparation 9 et la sortie 5 du premier dispositif de séparation 1, typiquement via un second raccordement à la capacité 6.

Selon un aspect de l'invention, la branche 13 inclut un dispositif de séparation de gaz par perméation 14 comprenant au moins une membrane perméable 15 capable de séparer l'oxygène de l'argon, par exemple un faisceau
10 de membranes polymériques commercialisé par la Société américaine MedAl, Wilmington USA, sous la référence « fibre type C ou D ». Le dispositif de séparation membranaire 14 comporte une entrée 16 reliée, typiquement via une capacité tampon de gaz de purge 17, à l'entrée du deuxième dispositif de séparation 9, une sortie d'oxygène 18 et une sortie 19 de gaz de purge constitué
15 majoritairement d'argon.

Selon un aspect de l'invention, un compresseur d'oxygène Moyenne Pression 20 est disposé dans la boucle B, entre la sortie d'oxygène 18 du dispositif de perméation 14 et la capacité tampon 6, comme dans le mode de réalisation représenté, ou, en variante, dans la ligne 7, entre l'entrée 8 du
20 deuxième dispositif de séparation 9 et la capacité tampon 6, cette dernière étant, dans ce cas, reliée directement à la sortie d'oxygène 18 de dispositif de perméation 14.

Dans un mode de réalisation concret, pour une pression d'air d'alimentation d'environ 6,5 bars à l'entrée 1 et un débit d'oxygène moyenne
25 pression d'environ 20 Nm³/h à la sortie 5, le compresseur 20 est dimensionné pour fournir en sortie 10 un débit d'oxygène haute pureté d'environ 6 Nm³/h à une pression de service d'environ 3,5 bars.

Selon un aspect de l'invention, les principaux constituants 3, 1, 9, 12, 14, 20 sont réalisés sous la forme de structures individuelles autoporteuses
30 comportant des entrées/sorties de fluide standardisées et disposées, comme les capacités 4, 6 et 17 dans une enveloppe à rigidité de forme transportable 21, typiquement un conteneur maritime ISO 40 pieds, pour standardiser l'assemblage et faciliter l'acheminement et la mise en place sur site de l'installation, notamment

dans le cadre d'opérations sanitaires, dans des contrées ravagées, pour la fourniture d'oxygène médical.

Bien que l'invention ait été décrite en relation avec un mode de réalisation particulier, elle ne s'en trouve pas limitée mais est susceptible de modifications et
5 de variantes qui apparaîtront à l'homme du métier dans le cadre des revendications ci-après.

REVENDICATIONS

1. Installation de production d'oxygène de haute pureté comprenant :

- un premier dispositif de séparation de gaz par adsorption (A_1) ayant une première entrée (1) et une première sortie (5) et contenant au moins un adsorbant capable de retenir l'azote ;

- un second dispositif de séparation de gaz par adsorption (A_2) ayant une deuxième entrée (8) reliée à la première sortie (5), et une deuxième sortie (10) et contenant au moins un adsorbant capable de retenir l'argon ; et

- dans une branche d'une boucle (B) entre la première sortie (5) et la deuxième entrée (8), un dispositif de séparation de gaz par perméation (14) comportant au moins une membrane (15) capable de séparer l'oxygène de l'argon, ayant une troisième entrée (16) reliée à la deuxième entrée (8) et une sortie d'oxygène (18) reliée à la première sortie (5).

2. Installation selon la revendication 1, comprenant un compresseur d'oxygène (20) disposé dans la boucle (B).

3. Installation selon la revendication 2, où le compresseur d'oxygène (20) est disposé entre la première sortie (5) et la deuxième entrée (8).

4. Installation selon la revendication 2, où le compresseur d'oxygène (20) est disposé entre la sortie d'oxygène (18) et la première sortie (5).

5. Installation selon l'une des revendications précédentes, comprenant un ensemble compresseur d'air basse pression (3) relié à la première entrée (1).

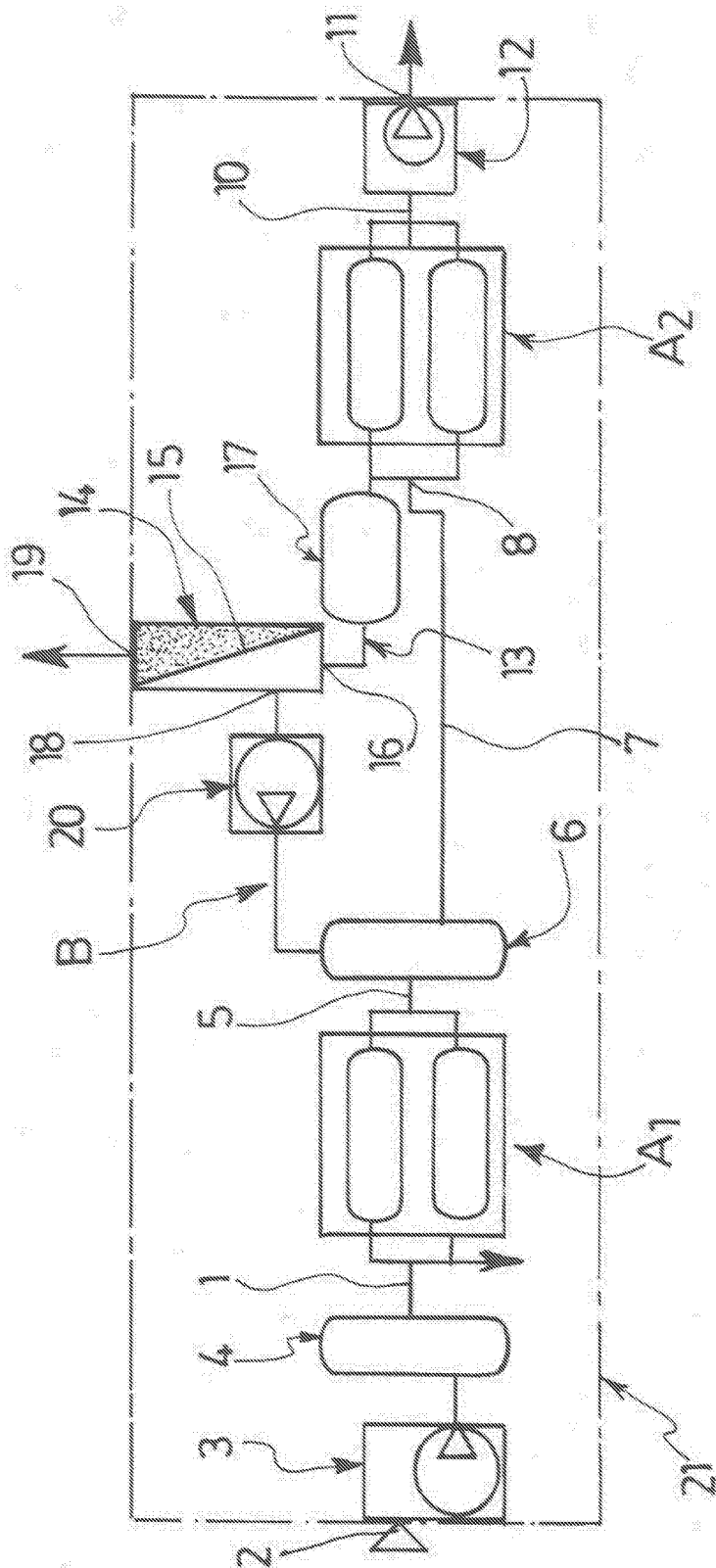
6. Installation selon l'une des revendications précédentes, comprenant en outre un compresseur d'oxygène (12) en aval de la deuxième sortie (10).

7. Installation selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'adsorbant du premier dispositif de séparation (A_1) comprend au moins une zéolithe.

8. Installation selon l'une des revendications précédentes, dans laquelle l'adsorbant du deuxième dispositif de séparation (A_2) comprend au moins un tamis carboné.

9. Installation selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle est installée opérationnellement dans un conteneur de transport (21).

1/1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR2005/050448

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B01D53/047 B01D53/22

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 858 826 A (PRAXAIR TECHNOLOGY, INC) 19 August 1998 (1998-08-19) page 3, line 48 - page 4, line 21; figure 1	1-9
A	----- MERCEA P V ET AL: "OXYGEN SEPARATION FROM AIR BY A COMBINED PRESSURE SWING ADSORPTION AND CONTINUOUS MEMBRANE COLUMN PROCESS" JOURNAL OF MEMBRANE SCIENCE, ELSEVIER SCIENTIFIC PUBL. COMPANY. AMSTERDAM, NL, vol. 88, no. 2/3, 16 March 1994 (1994-03-16), pages 131-144, XP000488341 ISSN: 0376-7388 abstract ----- -/--	1-9

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

16 November 2005

Date of mailing of the international search report

24/11/2005

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Degen, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR2005/050448

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 537 612 A (PRAXAIR TECHNOLOGY, INC) 21 April 1993 (1993-04-21) column 4, line 39 - column 5, line 35; figure 1	1-9
A	EP 0 312 743 A (UNION CARBIDE CORPORATION; UOP) 26 April 1989 (1989-04-26) claim 1; figure 1	1-9

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR2005/050448

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0858826	A	19-08-1998	BR 9800615 A	28-09-1999
			CA 2229632 A1	14-08-1998
			CN 1198360 A	11-11-1998
			ID 19896 A	20-08-1998
			JP 10235127 A	08-09-1998
			US 5827351 A	27-10-1998
EP 0537612	A	21-04-1993	BR 9203911 A	27-04-1993
			CA 2080087 A1	09-04-1993
			CN 1071346 A	28-04-1993
			JP 5253437 A	05-10-1993
			MX 9205750 A1	01-07-1993
			US 5163978 A	17-11-1992
EP 0312743	A	26-04-1989	BR 8804447 A	23-05-1989
			CA 1314491 C	16-03-1993
			CN 1042312 A	23-05-1990
			DE 3877315 D1	18-02-1993
			DE 3877315 T2	06-05-1993
			ES 2037162 T3	16-06-1993
			JP 1148324 A	09-06-1989
			JP 1943491 C	23-06-1995
			JP 6077663 B	05-10-1994
			KR 9301600 B1	06-03-1993
			US 4783203 A	08-11-1988

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT/FR2005/050448

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE

B01D53/047 B01D53/22

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

B01D

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 0 858 826 A (PRAXAIR TECHNOLOGY, INC) 19 août 1998 (1998-08-19) page 3, ligne 48 - page 4, ligne 21; figure 1	1-9
A	----- MERCEA P V ET AL: "OXYGEN SEPARATION FROM AIR BY A COMBINED PRESSURE SWING ADSORPTION AND CONTINUOUS MEMBRANE COLUMN PROCESS" JOURNAL OF MEMBRANE SCIENCE, ELSEVIER SCIENTIFIC PUBL.COMPANY. AMSTERDAM, NL, vol. 88, no. 2/3, 16 mars 1994 (1994-03-16), pages 131-144, XP000488341 ISSN: 0376-7388 abrégé ----- -/--	1-9



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- *T* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- *Z* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

16 novembre 2005

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

24/11/2005

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Degen, M

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT/FR2005/050448

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	EP 0 537 612 A (PRAXAIR TECHNOLOGY, INC) 21 avril 1993 (1993-04-21) colonne 4, ligne 39 - colonne 5, ligne 35; figure 1	1-9
A	EP 0 312 743 A (UNION CARBIDE CORPORATION; UOP) 26 avril 1989 (1989-04-26) revendication 1; figure 1	1-9

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande Internationale No

PCT/FR2005/050448

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0858826	A	19-08-1998	BR 9800615 A	28-09-1999
			CA 2229632 A1	14-08-1998
			CN 1198360 A	11-11-1998
			ID 19896 A	20-08-1998
			JP 10235127 A	08-09-1998
			US 5827351 A	27-10-1998
EP 0537612	A	21-04-1993	BR 9203911 A	27-04-1993
			CA 2080087 A1	09-04-1993
			CN 1071346 A	28-04-1993
			JP 5253437 A	05-10-1993
			MX 9205750 A1	01-07-1993
			US 5163978 A	17-11-1992
EP 0312743	A	26-04-1989	BR 8804447 A	23-05-1989
			CA 1314491 C	16-03-1993
			CN 1042312 A	23-05-1990
			DE 3877315 D1	18-02-1993
			DE 3877315 T2	06-05-1993
			ES 2037162 T3	16-06-1993
			JP 1148324 A	09-06-1989
			JP 1943491 C	23-06-1995
			JP 6077663 B	05-10-1994
			KR 9301600 B1	06-03-1993
			US 4783203 A	08-11-1988