

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

11 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 079 923

21 N° d'enregistrement national : 18 52962

51 Int Cl⁸ : F 25 J 1/00 (2018.01)

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 05.04.18.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 11.10.19 Bulletin 19/41.

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 :

Demande(s) d'extension :

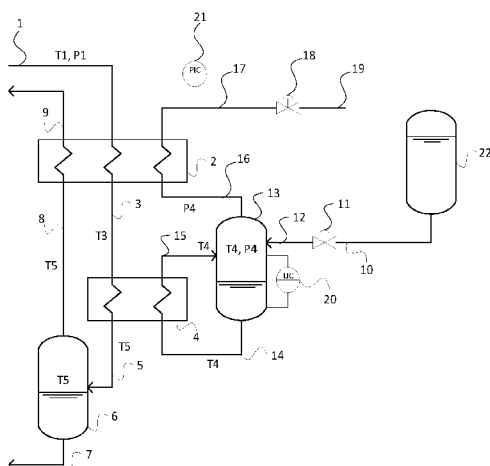
71 Demandeur(s) : WAGA ENERGY Société anonyme —
FR.

72 Inventeur(s) : PRINCE GUENAEL.

73 Titulaire(s) : WAGA ENERGY Société anonyme.

74 Mandataire(s) : CABINET LAURENT & CHARRAS.

54 PROCÉDE DE LIQUEFACTION DE METHANE GAZEUX PAR VAPORISATION D'AZOTE, INSTALLATION DE
LIQUEFACTION DU METHANE GAZEUX METTANT EN ŒUVRE LE PROCÉDE.



FR 3 079 923 - A1



PROCEDE DE LIQUEFACTION DE METHANE GAZEUX PAR VAPORISATION D'AZOTE, INSTALLATION DE LIQUEFACTION DU METHANE GAZEUX METTANT EN ŒUVRE LE PROCEDE

5 La présente invention a pour objet un procédé de liquéfaction de méthane gazeux par vaporisation d'azote. Elle se rapporte également à une installation de liquéfaction du méthane gazeux mettant en œuvre le procédé.

10 Plus précisément, la présente invention concerne un procédé et une installation de liquéfaction d'un débit de méthane gazeux, contenant au moins 80% molaire de méthane issu d'une source de méthane, pour produire un débit de méthane liquide, par un cycle ouvert utilisant un débit d'azote liquide issu d'une source froide d'azote liquide.

15 La source de méthane peut être par exemple un réseau de transport de gaz naturel, ou un site de production de bio-méthane équipé de méthaniseurs, comme certaines stations d'épuration ou certains centres d'enfouissement de déchets.

20 Le terme bio-méthane fait référence au méthane composant une fraction des gaz produits par un processus biologique de dégradation de la matière organique en milieu anaérobie.

L'émergence de nombreux sites de production de méthane, ainsi que leur éloignement des réseaux de transport de gaz naturel, rendent nécessaire le développement de procédés de liquéfaction pour de petits débits de méthane gazeux, dont les coûts d'investissement soient faibles, et qui soient faciles à exploiter.

25 La liquéfaction d'un débit de méthane en utilisant l'enthalpie de vaporisation d'un débit d'azote liquide, c'est-à-dire un procédé de liquéfaction de méthane gazeux par vaporisation d'azote est un procédé bien connu. Cependant, il implique la consommation continue d'azote liquide, lequel est stocké au sein d'une ou plusieurs citernes, ce qui limite la taille de ces installations à des débits de méthane de 10 tonnes par jour environ.

30 En effet, au-delà de cette valeur, il est nécessaire de recharger fréquemment les citernes ce qui élève les coûts opératoires de l'installation. Pour des débits de méthane à liquéfier

supérieurs à 10 tonnes par jour, il existe des installations de l'art antérieur, dont les coûts d'investissement sont très élevés du fait de la présence de machines tournantes comme des pompes, compresseurs, ou turbines de détente qui participent à la circulation du fluide frigorigène.

5

Par conséquent, un premier problème que se propose de résoudre l'invention est celui de mettre au point un procédé et une installation de liquéfaction de méthane par vaporisation d'azote liquide, dont les coûts d'investissement soient faibles, et dont le fonctionnement soit très simple d'usage. En particulier, l'objectif est de mettre au point une installation qui soit dépourvue autant que possible de machines tournantes, avantageusement qui n'en contienne aucune.

10

Pour résoudre ces problèmes, le document US 6 598 423 B1 décrit un procédé de liquéfaction d'un débit de gaz par vaporisation d'azote liquide. Le débit de gaz circule à travers un unique échangeur à haute pression, dans lequel il est liquéfié au contact d'un débit d'azote liquide, qui se vaporise en récupérant les calories du débit de gaz. Ce procédé permet de produire du gaz liquéfié d'une part, et de remplir des bouteilles d'azote gazeux d'autre part.

15

20

Cependant, cette unité de liquéfaction d'un débit de méthane par vaporisation d'azote liquide présente plusieurs difficultés.

25

Ainsi, le débit de méthane arrivant de la source de méthane gazeux présente, en pratique, une pression supérieure à 1 bar absolu. Dans ces conditions, sa température de liquéfaction minimale est de 111,5K. Or l'azote liquide tel que vendu par les fournisseurs est disponible à une unique température de 77K, qui est inférieure à la température du point triple du méthane, qui est de 90,7K.

30

En condensant au sein d'un échangeur ledit débit de méthane à une température supérieure à 111,5K par un débit d'azote liquide ayant une température de 77K provenant directement de la source d'azote liquide, le méthane risque d'être refroidi en dessous de la température de son point triple. De ce fait, il y aurait production de méthane solide au sein de l'échangeur, obstruant les canalisations de l'échangeur et provoquant ainsi un arrêt de l'unité de liquéfaction par bouchage des conduites.

D'autre part, dans ces conditions, la différence de température entre les deux débits est d'au moins 34,5K, valeur d'autant plus élevée que la pression du débit de méthane est élevée. Cet écart thermique important induit des contraintes mécaniques fortes sur les pièces de l'échangeur, avec un risque de fragilisation de celui-ci et de casse.

5

Par conséquent, un second problème que se propose de résoudre l'invention est celui de mettre au point un procédé et une installation de liquéfaction de méthane par vaporisation d'azote liquide, qui n'entraîne pas l'obstruction des canalisations et dont la différence de température entre les deux bornes d'entrée et de sortie des échangeurs soit réduite de manière à limiter les contraintes mécaniques.

10

Pour résoudre ce problème, le document EP 1 030 135 A1 décrit un procédé permettant de refroidir un débit de fluide chaud. Le débit de fluide chaud perd ses calories au sein d'un échangeur, lesquelles sont transférées à un débit de fluide intermédiaire. Le débit de fluide intermédiaire forme une boucle fermée, et est refroidi par passage dans un échangeur, dans lequel, en perdant les calories acquises au contact du débit de fluide chaud, le fluide intermédiaire évapore un débit d'azote liquide. La nature du débit de fluide intermédiaire est choisie pour que sa température de vaporisation soit inférieure à la température de refroidissement ou de liquéfaction du débit de fluide chaud à refroidir, et pour que sa température de condensation soit supérieure à la température d'évaporation de l'azote liquide. De ce fait, en utilisant un fluide intermédiaire approprié, ce procédé évite ainsi le gel du débit de fluide chaud, ce dernier n'étant jamais en contact direct avec le débit d'azote liquide.

15

20

25

Néanmoins, ce procédé ne permet pas de résoudre la problématique posée par l'écart de température élevé aux bornes des échangeurs de chaleur. En outre, l'installation requiert la présence d'une pompe permettant de faire circuler le débit de fluide chaud.

30

Dans le document EP 3 026 379 A1, on fait passer le débit de méthane gazeux dans un pré-refroidisseur jusqu'à atteindre son point de rosée, puis dans un échangeur dans lequel il sera liquéfié. L'échangeur et le pré-refroidisseur sont alimentés par un même circuit d'azote gazeux en boucle ouverte, permettant de refroidir puis de liquéfier le débit de méthane gazeux par deux échanges gaz / gaz. Ce procédé propose donc une solution pour

éviter la solidification du débit à liquéfier, via le contrôle de la température de condensation dudit débit par ajout d'azote liquide. Il présente toutefois l'inconvénient de nécessiter l'emploi d'au moins une machine tournante, en l'espèce une pompe cryogénique ou un compresseur cryogénique. Ces équipements sont très onéreux, et ont des intervalles de maintenance réduits. Ainsi, ils ne répondent ni à l'impératif de simplicité d'opération, ni à celui d'avoir de faibles coûts d'investissement et d'exploitation de l'installation. D'autre part, l'énergie transmise à la machine tournante est intégralement transférée au débit d'azote gazeux, ce qui a pour effet de diminuer l'efficacité du procédé, car une consommation supplémentaire de froid est requise pour équilibrer cet apport d'énergie, en diminuant la température dudit débit. Enfin, l'utilisation d'azote gazeux comme fluide frigorigène pour la liquéfaction du fluide implique une surface d'échange particulièrement élevée au sein des éléments d'échange thermique que sont le pré-refroidisseur, le refroidisseur et l'échangeur, car les coefficients d'échange en phase gazeuse sont plus faibles que les coefficients d'échange pour des fluides en phase liquide ou diphasiques. Cela implique donc l'utilisation d'échangeurs de grandes dimensions, alourdissant le coût total de l'installation.

Le but de la présente invention est de pallier aux inconvénients précités.

Pour ce faire, le déposant a mis au point un procédé de liquéfaction d'un débit gazeux ne nécessitant pas de machine tournante, et comportant deux échangeurs successifs, combinés à un ballon séparateur de phase, minimisant les écarts de température aux bornes de ces échangeurs, réduisant ainsi le risque de casse mécanique ; et d'autre part évitant le risque de solidification du débit gazeux à liquéfier, en assurant une température de l'azote circulant dans les échangeurs toujours supérieure à la température du point triple du débit gazeux à liquéfier.

Plus précisément, l'invention a pour objet un procédé de liquéfaction d'un débit gazeux, notamment un débit de méthane gazeux, dans lequel :

- on fournit une source de méthane gazeux, produisant un débit de méthane gazeux à une température T_1 et à une pression P_1 ,

- on fournit une source d'azote liquide, produisant un débit d'azote liquide, de pression P_2 et dont la température T_2 est inférieure à la température du point triple du méthane,
- 5 - au sein d'un premier échangeur, on refroidit, à contre-courant, le débit de méthane gazeux de température T_1 jusqu'à une température T_3 correspondant à celle de son point de rosée par échange de chaleur avec un débit d'azote gazeux de température T_4 provenant d'un ballon séparateur de phase,
- on transfère le débit de méthane gazeux de température T_3 dans un second échangeur à contre-courant,
- 10 - on transfère le débit d'azote liquide de température T_2 depuis la source d'azote liquide jusqu'au ballon séparateur de phase,
- on applique dans le ballon séparateur de phases une température T_4 supérieure à la température du point triple du méthane et une pression P_4 de telle sorte que soient présentes au sein dudit ballon une phase liquide de température T_4 produisant un
- 15 débit d'azote liquide, et une phase vapeur de température T_4 produisant un débit d'azote gazeux,
- dans le second échangeur, on liquéfie le débit de méthane gazeux de température T_3 en produisant un débit de méthane liquide de température T_5 , par vaporisation du débit d'azote liquide de température T_4 en produisant un débit
- 20 d'azote vaporisé de température T_4 ,
- on transfère le débit d'azote vaporisé de température T_4 dans le ballon séparateur.

Avantageusement, on transfère puis on stocke le débit de méthane liquide de température T_5 dans un réservoir de stockage, contenant une phase de méthane liquide et une phase de

25 méthane gazeux ; ladite phase de méthane gazeux s'échappant dudit réservoir de stockage en formant un débit de fuite de méthane.

Dans un mode de réalisation préféré :

- 30 - la pression P_1 est d'au moins 1 bar absolu, avantageusement égale à 1,5 bar absolu,
- la température T_1 est comprise entre 270K et 320K, avantageusement égale à 300K,

- la pression P2 est d'au moins 6 bar absolu, avantageusement égale à 10 bar absolu,
- la température T2 est comprise entre 75K et 85K, avantageusement égale à 77K,
- la température T3 est comprise entre 110K et 130K, avantageusement égale à 116.6K,
- la pression P4 est comprise entre 4 et 6 bars absolus, avantageusement égale à 5 bar absolu,
- la température T4 est comprise entre 90K et 100K, avantageusement égale à 94K,
- la température T5 est comprise entre 110K et 120K, avantageusement égale à 115K.

Le Demandeur a mis en évidence que l'utilisation d'un ballon séparateur de phases permettait avantageusement d'augmenter la température du débit d'azote liquide, de T2 à T4, permettant d'éviter le gel du débit de méthane liquide et le bouchage du second échangeur et d'éviter des écarts thermiques importants aux bornes des premier et deuxième échangeurs.

En effet, le procédé n'implique jamais d'échange direct entre le débit d'azote liquide à la température T2 et le débit de méthane gazeux. De ce fait, les premier et second échangeurs sont sujets à des gradients thermiques moins importants, ce qui a pour effet de limiter les contraintes mécaniques auxquelles ils sont exposés, et d'augmenter la durée de vie de ces éléments.

Par ailleurs, le ballon séparateur de phases permet également de créer une circulation de l'azote à travers les différents organes, du type thermosiphon, évitant ainsi l'utilisation de machine tournante.

Comme dit précédemment, la pression P4 et la température T4 présentes dans le ballon séparateur de phases permettent la coexistence d'azote au sein de ce ballon sous la forme de deux phases, la phase liquide et la phase vapeur, ledit ballon permettant de séparer par gravité ces deux phases. La phase liquide présente dans le ballon séparateur de phases est à l'origine du débit d'azote liquide de température T4. Ce débit sort du ballon séparateur par gravité.

Par contact avec le débit de méthane gazeux de température T_3 , le débit d'azote liquide de température T_4 reçoit des calories du débit de méthane gazeux, produisant une vaporisation partielle de ce débit d'azote liquide pour former le débit d'azote vaporisé. En changeant partiellement d'état, le débit d'azote vaporisé conserve la température du débit d'azote de température T_4 .

Le second échangeur et le ballon séparateur de phases étant en équilibre de niveau, le débit d'azote vaporisé va naturellement rejoindre le ballon séparateur de phases, et ainsi créer une circulation de type thermosiphon permettant le brassage du volume d'azote présent dans le ballon séparateur de phases. Cela assure un mélange satisfaisant du débit d'azote liquide de température T_2 introduit dans le ballon, avec l'azote sous forme liquide et vapeur déjà présent dans ledit ballon, à la température T_4 .

L'azote de température T_2 nouvellement introduit dans le ballon se met instantanément à la température T_4 du fait du mélange, et de l'apport constant de chaleur par le débit d'azote vaporisé provenant du second échangeur. Il n'y a donc plus de risque d'envoyer de l'azote liquide trop froid dans le second échangeur, écartant ainsi le risque de gel du débit gazeux à liquéfier.

Enfin, la phase vapeur contenue dans le ballon séparateur de phase, alimentée par la fraction d'azote gazeux présente dans le débit d'azote vaporisé, est vidangée en continu sous la forme d'un débit d'azote gazeux de température T_4 , afin de maintenir une pression P_4 constante dans ledit ballon. Ce débit d'azote gazeux est ensuite dirigé dans le premier échangeur, où il capte des calories du débit de méthane gazeux de température T_1 , afin que ce dernier atteigne son point de rosée de température T_3 .

Dans un mode de réalisation particulier, on contrôle la température T_4 en régulant la pression P_4 régnant au sein du ballon séparateur de phases. En pratique, on utilise ensemble un régulateur de type PIC et une vanne limitant le débit d'azote gazeux.

Selon une autre caractéristique pour maintenir l'équilibre de niveau entre le second échangeur et le ballon séparateur de phase, on maintient le volume de la phase d'azote

liquide de température T4 contenue dans le ballon séparateur de phases en régulant le débit d'azote liquide de température T2 et de pression P2 entrant dans ledit ballon.

5 Selon un mode de réalisation de l'invention, on transfère puis on stocke le débit de méthane liquide de température T5 dans un réservoir de stockage, contenant une phase de méthane liquide et une phase de méthane gazeux ; ladite phase de méthane gazeux s'échappant dudit réservoir de stockage en formant un débit de fuite de méthane.

10 Dans un mode de réalisation de l'invention particulier, le débit de fuite de méthane de température T5 est dirigé dans le premier échangeur, à contre-courant du débit de méthane gazeux de température T1, et à co-courant du débit d'azote gazeux de température T4, contribuant ainsi à refroidir ledit débit de méthane gazeux.

15 Dans l'hypothèse où le méthane à liquéfier n'est pas suffisamment pur, on réduit la teneur en impuretés du débit de méthane gazeux entre la source de méthane gazeux et le premier échangeur.

20 Pour ce faire, on purifie le méthane gazeux par passage dudit méthane dans au moins un adsorbeur, l'adsorbeur étant de préférence régénéré au moyen du débit d'azote gazeux provenant du premier échangeur.

L'invention a également pour objet une installation mettant en œuvre le procédé ci-avant décrit et comprenant:

- une source de méthane gazeux de température T1 et de pression P1 ;
- une source d'azote liquide de température T2 et de pression P2 ;
- 25 - un premier échangeur à contre-courant dans lequel circulent le débit de méthane gazeux de température T1 et de pression P1 et le débit d'azote gazeux de température T4 provenant d'un ballon séparateur ;
- un second échangeur à contre-courant dans lequel entrent le débit de méthane gazeux de température T3 et le débit d'azote liquide de température T4 provenant
- 30 d'un ballon séparateur, et dont sortent le débit de méthane liquide de température T5 et le débit d'azote vaporisé de température T4;
- un ballon séparateur de phases relié à la source d'azote liquide de température T2 et de pression P2.

Selon une autre caractéristique, l'installation comprend un réservoir de stockage de méthane liquide.

5 Selon une autre caractéristique, l'installation comprend une vanne positionnée en aval du premier échangeur dans le sens de circulation du débit d'azote gazeux de manière à réguler la pression P4 au sein du ballon séparateur de phase.

10 Selon une autre caractéristique, l'installation comprend une vanne positionnée en aval de la source d'azote liquide permettant de réguler le débit d'azote liquide de température T2 entrant dans le ballon séparateur de phases.

L'invention et les avantages qui en découlent ressortiront bien des exemples suivants, à l'appui des figures annexées.

15 La figure 1 est une représentation schématique d'une installation selon l'invention.

On dispose d'un débit de méthane gazeux (1), provenant d'une source de méthane gazeux, à une pression P1 égale à 1,5 bar absolu, et à une température T1 égale à 300K.

20 On dispose également d'une source d'azote liquide stockée dans un réservoir (22) fournissant un débit d'azote liquide (10, 12) de pression P2 égale à 10 bars absolu, et de température T2 égale à 77K.

25 Le débit de méthane gazeux (1) de température T1 est introduit dans un premier échangeur (2), où il est refroidi à contre-courant d'un débit d'azote gazeux (16) de température T4, jusqu'à atteindre une température T3, correspondant à la température de son point de rosée.

30 Dans cet exemple, la température T3 est égale à 116.6K, et la température T4 est égale à 94K, correspondant à une pression P4 de 5 bar absolu.

Le débit de méthane gazeux (3) sort de ce premier échangeur (2) à sa température de rosée T3, et est dirigé dans un second échangeur (4). Dans ce second échangeur (4), on

liquéfie majoritairement le débit de méthane gazeux (3) de température T3 en produisant un débit de méthane liquide (5) de température T5, par vaporisation d'un débit d'azote liquide (14) de température T4 provenant d'un ballon séparateur (13) en produisant un débit d'azote vaporisé (15) de température T4.

5

Ce débit de méthane liquide (5) est ensuite dirigé et introduit dans le réservoir de stockage (6). Les évaporations de ce réservoir de stockage (6), autrement appelées « Boil Off Gas », ainsi que la fraction gazeuse résiduelle présente dans le débit de méthane liquide (5), s'échappent du réservoir de stockage (6) en formant un débit de fuite de méthane (8).

10

Ce débit de fuite de méthane (8) est dirigé et introduit à contre-courant dans l'échangeur (2), afin de récupérer l'enthalpie froide de ce fluide pour refroidir le débit de méthane gazeux (3), concomitamment avec le débit d'azote gazeux (16).

15

La température T5 est avantageusement de 115K.

Le débit d'azote liquide (10, 12) de température T2 et de pression P2 issu de la source d'azote liquide est introduit dans le ballon séparateur de phase (13) au sein duquel règne la température T4 et la pression P4. La température T4 dépend directement de la pression P4. Ces conditions de pression et de température induisent la présence de deux phases au sein dudit ballon séparateur (13) : une phase liquide produisant le débit d'azote liquide (14) de température T4, et une phase vapeur produisant le débit d'azote gazeux (16) de température T4.

20

25

Le volume de la phase liquide du ballon séparateur (13) est maintenu constant en agissant sur une vanne (11) limitant le débit d'azote liquide (10) pour former le débit d'azote liquide (12), selon la consigne envoyée par un régulateur de niveau LIC (20) installé sur ledit ballon séparateur (13).

30

Le débit d'azote liquide (12) de température T2 se mélange dans le ballon séparateur (13) avec le débit d'azote vaporisé (15), et par bilan enthalpique, la température de mélange obtenue est de 94K.

Le débit d'azote liquide (14) de température T4 sort gravitairement du ballon séparateur (13) et est introduit dans le second échangeur (4), dans lequel il absorbe de la chaleur du débit de méthane gazeux de température T3.

5 Ce faisant, il se vaporise partiellement et perd de la densité en formant le débit d'azote vaporisé (15), composé d'azote liquide et d'azote partiellement vaporisé, à la même température T4, ce qui lui permet de s'échapper de l'échangeur. Le débit d'azote vaporisé (15) est ensuite introduit dans le ballon séparateur (13). La fraction d'azote gazeux contenue dans le débit d'azote vaporisé (15) alimente la phase vapeur contenue dans le
10 ballon séparateur (13) tout en gardant sa température T4.

Afin de maintenir une pression P4 constante dans le ballon séparateur (13), le débit d'azote gazeux (16) de température T4 est évacué du ballon séparateur (13), pour être introduit dans l'échangeur (2), où il échangera de la chaleur sensible avec le débit de
15 méthane gazeux (1).

Le débit de méthane gazeux (17) sortant de l'échangeur (2) est utilisé pour réguler la pression au sein du ballon séparateur (13) au moyen d'un régulateur de pression PIC (21) agissant sur une vanne (18) placée sur la conduite dans laquelle circule ledit débit de
20 méthane gazeux (17).

L'invention et les avantages qui en découlent ressortent bien de la description qui précède. On note en particulier l'absence de machines tournantes qui fait de l'installation une installation à coût réduit. En outre, la présence de deux échangeurs successifs, combinés à un ballon séparateur de phase, permet de minimiser les écarts de température
25 aux bornes de ces échangeurs, réduisant ainsi le risque de casse mécanique. D'autre part, il n'y a plus de risque de solidification du débit gazeux à liquéfier, du fait qu'on assure une température de l'azote circulant dans les échangeurs toujours supérieure à la température du point triple du débit gazeux à liquéfier.

30

REVENDEICATIONS

1/ Procédé de liquéfaction de méthane gazeux dans lequel :

- 5 - on fournit une source de méthane gazeux, produisant un débit de méthane gazeux à une température T1 et à une pression P1,
- on fournit une source d'azote liquide, produisant un débit d'azote liquide, de pression P2 et dont la température T2 est inférieure à la température du point triple du méthane,
- 10 - au sein d'un premier échangeur, on refroidit, à contre-courant, le débit de méthane gazeux de température T1 jusqu'à une température T3 correspondant à celle de son point de rosée par échange de chaleur avec un débit d'azote gazeux de température T4 provenant d'un ballon séparateur de phase,
- on transfère le débit de méthane gazeux de température T3 dans un second échangeur à contre-courant,
- 15 - on transfère le débit d'azote liquide de température T2 depuis la source d'azote liquide jusqu'au ballon séparateur de phase,
- on applique dans le ballon séparateur de phases une température T4 supérieure à la température du point triple du méthane et une pression P4 de telle sorte que soient présentes au sein dudit ballon une phase liquide de température T4 produisant un
- 20 débit d'azote liquide, et une phase vapeur de température T4 produisant un débit d'azote gazeux
- dans le second échangeur, on liquéfie le débit de méthane gazeux de température T3 en produisant un débit de méthane liquide de température T5, par vaporisation du débit d'azote liquide de température T4 en produisant un débit
- 25 d'azote vaporisé de température T4,
- on transfère le débit d'azote vaporisé de température T4 dans le ballon séparateur.

2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on transfère puis on stocke le

30 débit de méthane liquide de température T5 dans un réservoir de stockage, contenant une phase de méthane liquide et une phase de méthane gazeux ; ladite phase de méthane gazeux s'échappant dudit réservoir de stockage en formant un débit de fuite de méthane.

3/ Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on maintient la température T4 au sein du ballon séparateur de phases par une régulation de la pression P4 au sein dudit ballon.

5 4/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on maintient le volume de la phase d'azote liquide de température T4 au sein du ballon séparateur de phases par une régulation du débit d'azote liquide de température T2 et de pression P2 entrant dans ledit ballon.

10 5/ Procédé selon l'une des revendications 2 à 4, caractérisé en ce qu'on dirige le débit de fuite de méthane de température T5 dans le premier échangeur, à contre-courant du débit de méthane gazeux de température T1, et à co-courant du débit d'azote gazeux de température T4, contribuant ainsi à refroidir ledit débit de méthane gazeux.

15 6/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'on réduit la teneur en impuretés du débit de méthane gazeux entre la source de méthane gazeux et le premier échangeur.

7/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que :

- 20
- la pression P1 est d'au moins 1 bar absolu, avantageusement égale à 1,5 bar absolu,
 - la température T1 est comprise entre 270K et 320K, avantageusement égale à 300K,
 - la pression P2 est d'au moins 6 bar absolu, avantageusement égale à 10 bar
- 25
- la température T2 est comprise entre 75K et 85K, avantageusement égale à 77K,
 - la température T3 est comprise entre 110K et 130K, avantageusement égale à 116.6K,
 - la pression P4 est comprise entre 4 et 6 bars absolu, avantageusement égale à 5 bar
- 30
- la température T4 est comprise entre 90K et 100K, avantageusement égale à 94K,
 - la température T5 est comprise entre 110K et 120K, avantageusement égale à 115K.

8/ Installation mettant en œuvre le procédé selon les revendications 1 à 7 pour la production de méthane liquide et comprenant:

- une source de méthane gazeux de température T1 et de pression P1 ;
- une source d'azote liquide (22) de température T2 et de pression P2 ;
- 5 - un premier échangeur à contre-courant (2) dans lequel circulent le débit de méthane gazeux (1) de température T1 et de pression P1 et le débit d'azote gazeux (16) de température T4 provenant d'un ballon séparateur (13) ;
- un second échangeur à contre-courant (4) dans lequel entrent le débit de méthane gazeux (3) de température T3 et le débit d'azote liquide (14) de température T4
- 10 provenant d'un ballon séparateur (13), et dont sortent le débit de méthane liquide (5) de température T5 et le débit d'azote vaporisé (15) de température T4;
- un ballon séparateur de phases (13) relié à la source d'azote liquide (22) de température T2 et de pression P2.

15 9/ Installation selon la revendication 8, caractérisée en ce qu'elle comprend un réservoir de stockage (6) de méthane liquide.

20 10/ Installation selon la revendication 8 ou 9, caractérisée en ce qu'elle comprend une vanne (18) positionnée en aval du premier échangeur (2) dans le sens de circulation du débit d'azote gazeux (16, 17) de manière à réguler la pression P4 au sein du ballon séparateur de phase (13).

25 11/ Installation selon l'une des revendications 8 à 10, caractérisée en ce qu'elle comprend une vanne (11) positionnée en aval de la source d'azote liquide (22) dans le sens de circulation du débit d'azote liquide (10, 12) de température T2 de manière à réguler le volume de la phase liquide au sein du ballon séparateur de phase (13).

1/1

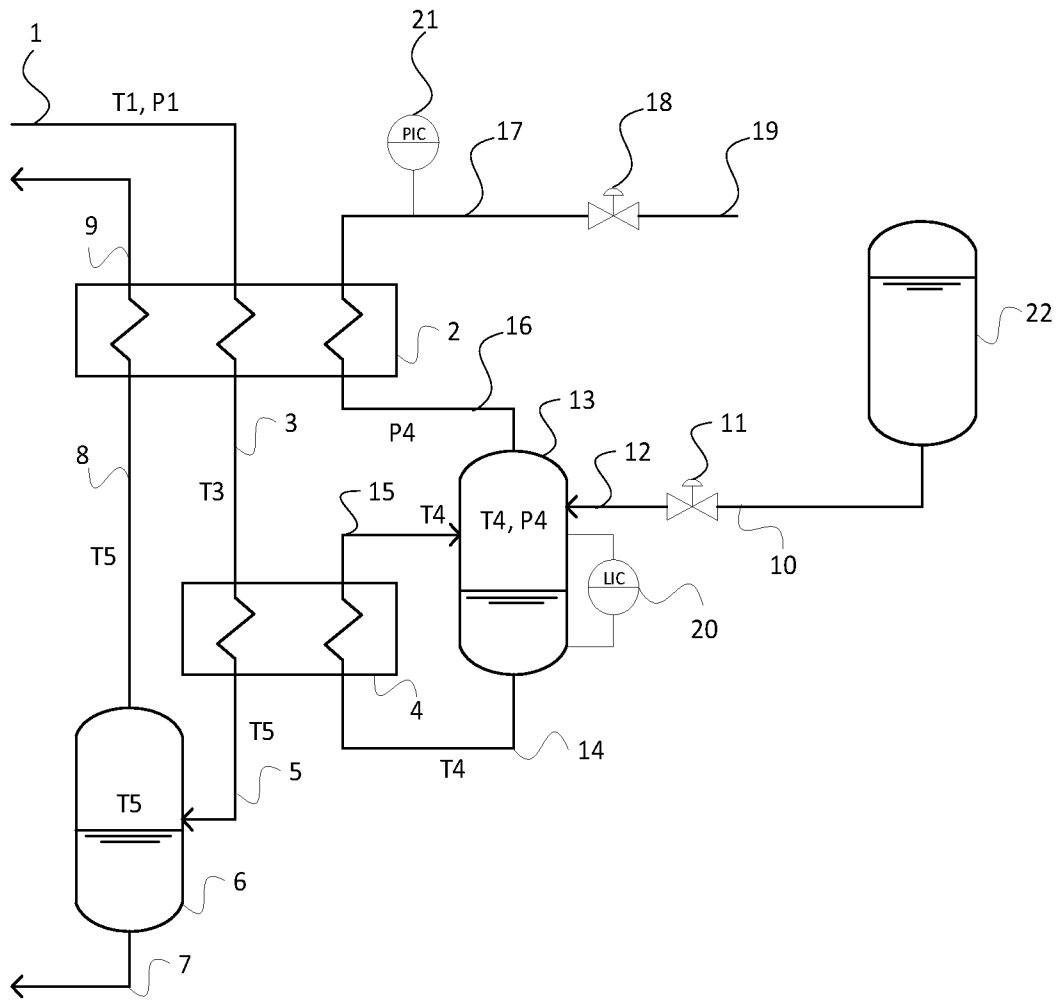


Fig. 1



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

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

N° d'enregistrement
national

FA 851531
FR 1852962

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	DE 23 54 726 A1 (MESSER GRIESHEIM GMBH) 7 mai 1975 (1975-05-07) * page 4, alinéa 6-10; figure * -----	1-11	F25J1/00
X	DE 10 2010 044869 A1 (LINDE AG) 15 mars 2012 (2012-03-15)	1-11	
Y	* alinéas [0013], [0016], [0018] - [0024]; figure *	1-11	
Y	US 2016/003527 A1 (DEAN IRINA [US] ET AL) 7 janvier 2016 (2016-01-07) * figure 4 *	1-11	
A	US 5 390 499 A (RHOADES GEORGE D [US] ET AL) 21 février 1995 (1995-02-21) * figure *	1,8	
A	US 3 792 590 A (LOFREDO A ET AL) 19 février 1974 (1974-02-19) * figure 2 * -----	4	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			F25J
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		12 décembre 2018	Göritz, Dirk
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			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1852962 FA 851531**

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 12-12-2018

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
DE 2354726 A1	07-05-1975	AUCUN	

DE 102010044869 A1	15-03-2012	AR 082919 A1	16-01-2013
		AU 2011221424 A1	29-03-2012
		BR PI1104609 A2	24-04-2013
		CH 703773 A2	15-03-2012
		CN 102410702 A	11-04-2012
		DE 102010044869 A1	15-03-2012
		US 2012060553 A1	15-03-2012

US 2016003527 A1	07-01-2016	AUCUN	

US 5390499 A	21-02-1995	AU 7519294 A	22-05-1995
		CA 2129465 A1	28-04-1995
		MX PA94006164 A	20-08-2004
		US 5390499 A	21-02-1995
		WO 9512100 A1	04-05-1995

US 3792590 A	19-02-1974	AUCUN	

EPO FORM P0485

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82