

⑤④ Procédé et appareil de séparation d'air par distillation cryogénique.

②② Date de dépôt : 15.11.22.

③③ Priorité :

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

☐ Demande(s) d'extension :

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

④③ Date de mise à la disposition du public
de la demande : 17.05.24 Bulletin 24/20.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du
certificat d'utilité : 25.10.24 Bulletin 24/43.

⑤⑥ Les certificats d'utilité ne font pas l'objet d'un
rapport de recherche.

⑦② Inventeur(s) : RANCHOUX Maxime, RAUCH Jean-
François et SAULNIER Bernard.

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

⑦④ Mandataire(s) : L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ
ANONYME POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION
DES PROCÉDES GEORGES CLAUDE.



Description

Titre de l'invention : Procédé et appareil de séparation d'air par distillation cryogénique

- [0001] La présente invention est relative à un procédé de séparation d'air par distillation cryogénique, avec ou sans production d'argon.
- [0002] Il est bien connu de séparer de l'air dans un ensemble composé d'une première colonne K01 opérant à une première pression K01, une deuxième colonne K02 opérant à une deuxième pression inférieure à la première pression, et une colonne de production d'argon K10.
- [0003] Il est un but de l'invention de proposer un appareil de séparation d'air qui nécessite moins de dégivrages pendant une période donnée, voire dont un des condenseurs n'a pas besoin d'être dégivré.
- [0004] Pour l'industrie électronique, il est nécessaire de fournir un débit constant d'azote à partir d'un appareil de séparation d'air. Si cet azote ne peut être plus produit par l'appareil de séparation d'air, il doit être importé sous forme liquide, ce qui est coûteux. Or les appareils de séparation d'air par distillation cryogénique, comme décrit dans FR1480184, doivent être arrêtés de temps en temps pour enlever les dépôts gênants qui se forment, en particulier, dans les vaporiseurs-condenseurs de l'appareil. Pour ce faire, on doit envoyer un gaz de dégivrage à température ambiante dans le condenseur pour enlever les impuretés accumulées, ce qui veut dire que la distillation dans la colonne associée au condenseur n'est plus possible. Dans ce cas, la fourniture d'azote sera interrompue. Sachant que le dégivrage d'un vaporiseur-condenseur peut prendre deux à trois jours, il est nécessaire de trouver un moyen de réduire la fréquence des dégivrages pour au moins un vaporiseur-condenseur de l'appareil, de préférence le plus grand.
- [0005] Il est un but de l'invention de permettre un fonctionnement continu de la double colonne d'un système de colonnes comprenant la double colonne et une colonne d'argon.
- [0006] Il est un but de l'invention de proposer un appareil de séparation d'air qui nécessite moins de dégivrages pendant une période donnée, voire dont un des condenseurs n'a pas besoin d'être dégivré.
- [0007] Selon un objet de l'invention, il est prévu un procédé de séparation d'air par distillation cryogénique dans lequel :
- i. on envoie un débit d'air comprimé, épuré et refroidi à une première colonne opérant sous une première pression où il se sépare formant un premier liquide enrichi en oxygène et un premier débit enrichi en azote

- ii. on envoie au moins une partie du premier liquide enrichi en oxygène à un premier vaporiseur-condenseur où il se vaporise partiellement formant un liquide enrichi en oxygène et un gaz enrichi en oxygène
- iii. on envoie au moins une partie du premier débit enrichi en azote à une deuxième colonne opérant sous une deuxième pression inférieure à la première pression
- iv. on envoie un liquide extrait à un niveau intermédiaire de la première colonne à la deuxième colonne
- v. on chauffe la cuve de la deuxième colonne au moyen d'un deuxième vaporiseur-condenseur de cuve
- vi. on envoie un fluide enrichi en argon de la deuxième colonne à une troisième colonne et le fluide se sépare dans la colonne formant un débit riche en argon en tête de colonne et un débit appauvri en argon en cuve de colonne
- vii. le débit riche en argon se condense dans le premier vaporiseur-condenseur et
- viii. au moins 90% du liquide enrichi en oxygène est vaporisé et envoyé à l'air, de préférence tout le liquide enrichi en oxygène est vaporisé et envoyé à l'air.

[0008] Selon d'autres aspects facultatifs :

- le gaz enrichi en oxygène du premier vaporiseur-condenseur est détendu dans une turbine avant d'être envoyé à la deuxième colonne.
- un gaz enrichi en oxygène soutiré de la deuxième colonne est détendu dans une turbine après s'être réchauffé dans un échangeur de chaleur par échange de chaleur avec l'air qui se refroidit.
- un gaz enrichi en azote soutiré de la deuxième colonne est détendu dans une turbine après s'être réchauffé dans un échangeur de chaleur par échange de chaleur avec l'air qui se refroidit.
- de l'azote gazeux soutiré de la deuxième colonne constitue un produit du procédé.
- tout le premier liquide enrichi en oxygène soutiré de la première colonne est envoyé au condenseur de tête

[0009] Selon un autre objet de l'invention, il est prévu un appareil de séparation d'air par distillation cryogénique comprenant un échangeur de chaleur, une première colonne opérant sous une première pression, une deuxième colonne opérant sous une deuxième pression inférieure à la première pression, une troisième colonne ayant un premier vaporiseur-condenseur, un deuxième vaporiser-condenseur reliant thermiquement la tête de la première colonne avec la cuve de la deuxième colonne, des moyens pour envoyer un débit d'air comprimé, épuré et refroidi à la première colonne opérant sous une première pression où il se sépare formant un premier liquide enrichi en oxygène et un premier débit enrichi en azote, des moyens pour envoyer au moins une partie du

premier liquide enrichi en oxygène au premier vaporiseur-condenseur où il se vaporise partiellement formant un liquide enrichi en oxygène et un gaz enrichi en oxygène, des moyens pour envoyer le gaz enrichi en oxygène à la deuxième colonne, des moyens pour envoyer au moins une partie du premier débit enrichi en azote à la deuxième colonne, des moyens pour envoyer un liquide extrait à un niveau intermédiaire de la première colonne à la deuxième colonne, des moyens pour envoyer un fluide enrichi en argon de la deuxième colonne à la troisième colonne pour que le fluide se sépare dans la colonne formant un débit riche en argon en tête de colonne et un débit appauvri en argon en cuve de colonne, des moyens pour envoyer le débit riche en argon se condenser dans le premier vaporiseur-condenseur, un vaporiseur de purge, des moyens pour envoyer au moins 90% du liquide enrichi en oxygène au vaporiseur de purge, des moyens pour envoyer le liquide vaporisé dans le vaporiseur de purge à l'air.

[0010] Selon d'autres aspects de l'invention, l'appareil comprend :

- des moyens pour envoyer un gaz de dégivrage au premier vaporiseur-condenseur.
- des moyens pour envoyer un gaz de dégivrage au deuxième vaporiseur-condenseur, ces moyens servant de préférence uniquement pour le premier démarrage de l'appareil.

[0011] Selon un autre aspect de l'invention, il est prévu un procédé d'entretien d'un appareil tel que décrit ci-dessus dans lequel pendant une période donnée, le premier vaporiseur-condenseur est dégivré n fois et le deuxième vaporiseur-condenseur est dégivré au plus $n-1$ fois, voire au plus $n-2$ fois.

[0012] De préférence, pendant le dégivrage du premier vaporiseur-condenseur, la troisième colonne ne fonctionne pas mais les première et deuxième colonnes ainsi que le deuxième vaporiseur-condenseur fonctionnent.

[0013] De préférence, le deuxième vaporiseur-condenseur n'est jamais dégivré.

[0014] De préférence, la période est de trois ans.

[0015] L'invention sera décrite de manière plus détaillée en se référant aux figures.

[0016] [Fig.1][Fig.2] et [Fig.3] représentent des schémas de procédé selon l'invention.

[0017] [Fig.1] montre un appareil à trois colonnes, dont une première colonne B opérant à une première pression, une deuxième colonne E opérant à une deuxième pression inférieure à la première pression, et une troisième colonne de production d'argon F. Cette colonne F comprend au moins une section de purification d'un débit 18 enrichi en argon provenant de la deuxième colonne et est surmonté d'un premier vaporiseur-condenseur G. En option, la colonne F peut comprendre une section de séparation au-dessus du condenseur G alimentée en tête par une partie du liquide de cuve 2 de la première colonne B. La première colonne B est thermiquement reliée à la deuxième colonne E par le deuxième vaporiseur-condenseur de cuve C de la deuxième colonne E

de manière connue.

- [0018] Un débit d'air 1 est comprimé par un compresseur (non-illustré) jusqu'à la haute pression, le débit comprimé est épuré dans une unité d'épuration (non-illustrée). L'air 1 est ensuite refroidi dans une ligne d'échange A et envoyé à la première colonne B.
- [0019] Un débit de liquide riche 2 (liquide enrichi en oxygène) est soutiré en cuve de la première colonne B et alimente un vaporiseur-condenseur de tête G de la colonne argon F. Le vaporiseur-condenseur G sert à condenser le gaz de tête de la colonne argon F. Le liquide 2 se vaporise partiellement, formant un gaz 5 qui est envoyé à la deuxième colonne E et un liquide P dont au moins 90% est vaporisé dans un échangeur de chaleur de préférence dédié appelé vaporiseur de purge (non-illustré) et envoyé à l'air. L'au plus 10% restant du liquide peut être envoyé à la deuxième colonne E. De préférence tout le liquide non vaporisé est vaporisé dans le vaporiseur de purge et envoyé à l'air.
- [0020] Le liquide non vaporisé peut constituer au moins 30% du liquide envoyé au condenseur G. Ainsi le vaporiseur G est massivement purgé : cela permet de diminuer la concentration en oxygène du fluide vaporisé et donc d'augmenter la pression de vaporisation à température donnée.
- [0021] L'écart de température entre le liquide enrichi en oxygène 2 entrant dans le condenseur G et la température du liquide sortant en bas-côté condensation du condenseur G peut être inférieur à 1°C, de préférence inférieur à 0.5 °C.
- [0022] Un liquide riche en azote 8 soutiré de la tête de la première colonne B est refroidi dans le sousrefroidisseur D et alimente la deuxième colonne E.
- [0023] Un débit intermédiaire 6 de la première colonne B est refroidi dans le sousrefroidisseur D et envoyé à la deuxième colonne E.
- [0024] Un débit gazeux riche en azote peut être soutiré en tête de la première colonne B comme produit.
- [0025] Un débit gazeux 10 riche en azote est soutire en tête de la deuxième colonne E, se réchauffe dans le sous-refroidisseur D formant le débit 13. Le débit 13 est optionnellement mélangé avec de l'oxygène gazeux 14 provenant de la deuxième colonne E et le débit formé 15 se réchauffe dans l'échangeur A, sort de celui-ci à une température intermédiaire de l'échangeur A, est détendu comme gaz 16 dans une turbine H et le gaz détendu 17 se réchauffe dans l'échangeur de chaleur A. Cette détente fournit du froid pour le procédé.
- [0026] La colonne argon F est alimentée en cuve par un débit 18 riche enrichi en argon provenant de la colonne E.
- [0027] Le liquide de cuve 19 de la colonne argon F est renvoyé à la deuxième colonne E.
- [0028] Un débit d'argon Ar est soutiré comme produit de la tête de la colonne F. La production d'argon n'est pas essentielle.

- [0029] Le débit riche en argon Ar peut être mélangé avec le fluide résiduaire 12 de la deuxième colonne E. Dans ce cas, il n'y a pas de production d'argon.
- [0030] Il sera compris que les impuretés (CO₂ et/ou H₂O et/ou NOX tel que N₂O et/ou C₃ et/ou C₃+) de l'appareil s'accumulent surtout dans le premier vaporiseur- condenseur G puisqu'aucune partie (voire au plus 10%) du liquide restant après la vaporisation du liquide riche 2 n'est envoyée à la deuxième colonne E. De cette façon, le deuxième vaporiseur-condenseur C reçoit très peu d'impuretés, par exemple le méthane qui est soluble dans l'oxygène liquide. Ainsi pendant une période de x années (par exemple trois ans), le premier vaporiseur-condenseur G doit être dégivré n fois et le deuxième vaporiseur-condenseur C doit être dégivré au plus n-1 fois, n pouvant être égal à 1, par exemple en y envoyant un débit d'air ou d'azote à température ambiante.
- [0031] Il sera compris qu'un grand avantage de cette manière de fonctionner est de pouvoir continuer à opérer la double colonne (première et deuxième colonnes B,E) alors que la troisième colonne (colonne argon F) est arrêtée pour dégivrage du vaporiseur-condenseur G. Evidemment dans ce cas, la troisième colonne F devra être isolée de manière indépendante de la double colonne B, E, par exemple en ayant une enceinte thermiquement isolée pour la colonne F et une autre pour les colonnes B,E.
- [0032] Ainsi il est possible de fournir une production d'azote gazeux de la première et/ou deuxième colonnes, même pendant les périodes où le condenseur C est en train d'être dégivré.
- [0033] Le vaporiseur-condenseur C sera dégivré moins souvent que le vaporiser-condenseur G.
- [0034] De plus, il est possible de se passer complètement de tout dégivrage du vaporiseur-condenseur C, de sorte qu'aucun moyen d'envoi de gaz de dégivrage n'est prévu pour ce vaporiseur-condenseur à part celui pour le séchage initial de l'appareil pendant la première mise en fonctionnement, réduisant l'équipement et simplifiant la construction de la double colonne.
- [0035] [Fig.2] illustre une variante de la [Fig.1] où la troisième colonne comprend une section supérieure contenant des plateaux ou des garnissages structurés au-dessus du condenseur G. Le liquide 2 enrichi en oxygène provenant de la cuve de la première colonne B est séparé en deux, une partie 3 étant envoyée en tête de la section supérieure et une partie 4 étant envoyée en cuve de la section de la section supérieure au niveau au vaporiseur-condenseur G. Le gaz de tête 5 de la tête de la section supérieure sera donc moins riche en oxygène que le gaz de tête 5 des deux autres figures, mais est envoyé à la colonne E.
- [0036] Dans ce cas, la première colonne opère à entre 8 et 10 bara et la deuxième colonne E entre 2 et 3 bara.
- [0037] En cuve de la section supérieure, le liquide à purger P sera à 70% mol d'oxygène.

- [0038] [Fig.3] illustre une variante de la [Fig.1] où le gaz 5 formé en vaporisant le liquide riche 2 dans le vaporiseur G est détendu dans une turbine I avant d'être envoyé à la deuxième colonne E. La turbine I génère du froid et/ou de l'énergie. L'écart de température entre le liquide enrichi en oxygène 3 entrant dans le condenseur G et la température du liquide sortant en bas-côté condensation du condenseur G peut être 1,3°C.
- [0039] Dans ce cas, la première colonne opère à entre 8 et 10 bara et la deuxième colonne E entre 2 et 3 bara.
- [0040] L'invention a été décrite dans un contexte particulier avec détente de gaz enrichi en azote et gaz enrichi en oxygène mélangé dans une turbine pour les deux figures. Il est évident que l'invention s'applique à des appareils sans ce genre de turbine, celle-ci pouvant être remplacée par une turbine Claude (turbine d'air alimentant la première colonne) et/ou une turbine d'insufflation (turbine d'air alimentant la deuxième colonne) et/ou au moins une turbine d'azote provenant de la première et/ou deuxième colonne, l'azote n'étant pas mélangé à l'oxygène gazeux.
- [0041] Il sera compris que le procédé de l'invention aura un rendement en argon réduit par rapport aux procédés connus où tout le liquide non vaporisé dans le condenseur de tête de la colonne argon est envoyé à la deuxième colonne.
- [0042] Le vaporiseur de purge peut permettre la vaporisation de la purge par échange de chaleur avec de l'air, de l'eau ou de l'huile. La purge peut être mélangée avec l'azote résiduaire 12 et se vaporiser dans l'échangeur A ou se vaporiser dans au moins un passage dédié de l'échangeur A.

Revendications

- [Revendication 1] Procédé de séparation d'air par distillation cryogénique dans lequel :
- i. on envoie un débit d'air (1) comprimé, épuré et refroidi à une première colonne (B) opérant sous une première pression où il se sépare formant un premier liquide enrichi en oxygène et un premier débit enrichi en azote (8)
 - ii. on envoie au moins une partie du premier liquide enrichi en oxygène (2) à un premier vaporiseur-condenseur (G) où il se vaporise partiellement formant un liquide (38) enrichi en oxygène et un gaz (5) enrichi en oxygène
 - iii. on envoie au moins une partie du premier débit enrichi en azote (8) à une deuxième colonne (E) opérant sous une deuxième pression inférieure à la première pression
 - iv. on envoie un liquide extrait à un niveau intermédiaire de la première colonne à la deuxième colonne
 - v. on chauffe la cuve de la deuxième colonne au moyen d'un deuxième vaporiseur-condenseur de cuve (C)
 - vi. on envoie un fluide enrichi en argon (18) de la deuxième colonne à une troisième colonne (F) et le fluide se sépare dans la colonne formant un débit riche en argon (Ar) en tête de colonne et un débit appauvri en argon (19) en cuve de colonne
 - vii. le débit riche en argon se condense dans le premier vaporiseur-condenseur et
 - viii. au moins 90% du liquide enrichi en oxygène (P) est vaporisé et envoyé à l'air, de préférence tout le liquide enrichi en oxygène est vaporisé et envoyé à l'air.
- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1 dans lequel le gaz enrichi en oxygène (5) du premier vaporiseur-condenseur (G) est détendu dans une turbine (I) avant d'être envoyé à la deuxième colonne (E).
- [Revendication 3] Procédé selon la revendication 1 dans lequel un gaz enrichi en oxygène (14) soutiré de la deuxième colonne (E) est détendu dans une turbine (H) après s'être réchauffé dans un échangeur de chaleur (A) par échange de chaleur avec l'air (1) qui se refroidit.
- [Revendication 4] Procédé selon la revendication 1,2 ou 3 dans lequel un gaz enrichi en azote (12, 13) soutiré de la deuxième colonne est détendu dans une

turbine (H) après s'être réchauffé dans un échangeur de chaleur (A) par échange de chaleur avec l'air (1) qui se refroidit.

[Revendication 5]

Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel de l'azote gazeux (10, 11) soutiré de la deuxième colonne constitue un produit du procédé.

[Revendication 6]

Appareil de séparation d'air par distillation cryogénique comprenant un échangeur de chaleur (A), une première colonne (B) opérant sous une première pression, une deuxième colonne (E) opérant sous une deuxième pression inférieure à la première pression, une troisième colonne (F) ayant un premier vaporiseur-condenseur (G), un deuxième vaporiser-condenseur (C) reliant thermiquement la tête de la première colonne avec la cuve de la deuxième colonne, des moyens pour envoyer un débit d'air (1) comprimé, épuré et refroidi à la première colonne (B) opérant sous une première pression où il se sépare formant un premier liquide enrichi en oxygène et un premier débit enrichi en azote (8), des moyens pour envoyer au moins une partie du premier liquide enrichi en oxygène (2) au premier vaporiseur-condenseur (G) où il se vaporise partiellement formant un liquide (38) enrichi en oxygène et un gaz (5) enrichi en oxygène, des moyens pour envoyer le gaz enrichi en oxygène à la deuxième colonne, des moyens pour envoyer au moins une partie du premier débit enrichi en azote (8) à la deuxième colonne (E), des moyens pour envoyer un liquide (6) extrait à un niveau intermédiaire de la première colonne à la deuxième colonne, des moyens pour envoyer un fluide enrichi en argon (18) de la deuxième colonne à la troisième colonne (F) pour que le fluide se sépare dans la colonne formant un débit riche en argon (Ar) en tête de colonne et un débit appauvri en argon (19) en cuve de colonne, des moyens pour envoyer le débit riche en argon se condenser dans le premier vaporiseur-condenseur, un vaporiseur de purge (A), des moyens pour envoyer au moins 90% du liquide enrichi en oxygène (P) au vaporiseur de purge et des moyens pour envoyer le liquide vaporisé dans le vaporiseur de purge à l'air.

[Revendication 7]

Appareil selon la revendication 6 comprenant des moyens pour envoyer un gaz de dégivrage au premier vaporiseur-condenseur (G).

[Revendication 8]

Procédé d'entretien d'un appareil selon une des revendications 6 ou 7 dans lequel pendant une période donnée, le premier vaporiser-condenseur (G) est dégivré n fois et le deuxième vaporiseur-condenser (C) est dégivré au plus n-1 fois, voire au plus n-2 fois.

[Revendication 9]

Procédé selon la revendication 8 dans lequel pendant le dégivrage du

premier vaporiseur-condenseur (G), la troisième colonne ne fonctionne pas mais les première et deuxième colonnes (B, E) ainsi que le deuxième vaporiseur-condenseur fonctionnent.

[Revendication 10] Procédé selon l'une des revendications précédentes 8 ou 9 dans lequel le deuxième vaporiseur-condenseur (C) n'est jamais dégivré.

[Fig. 1]

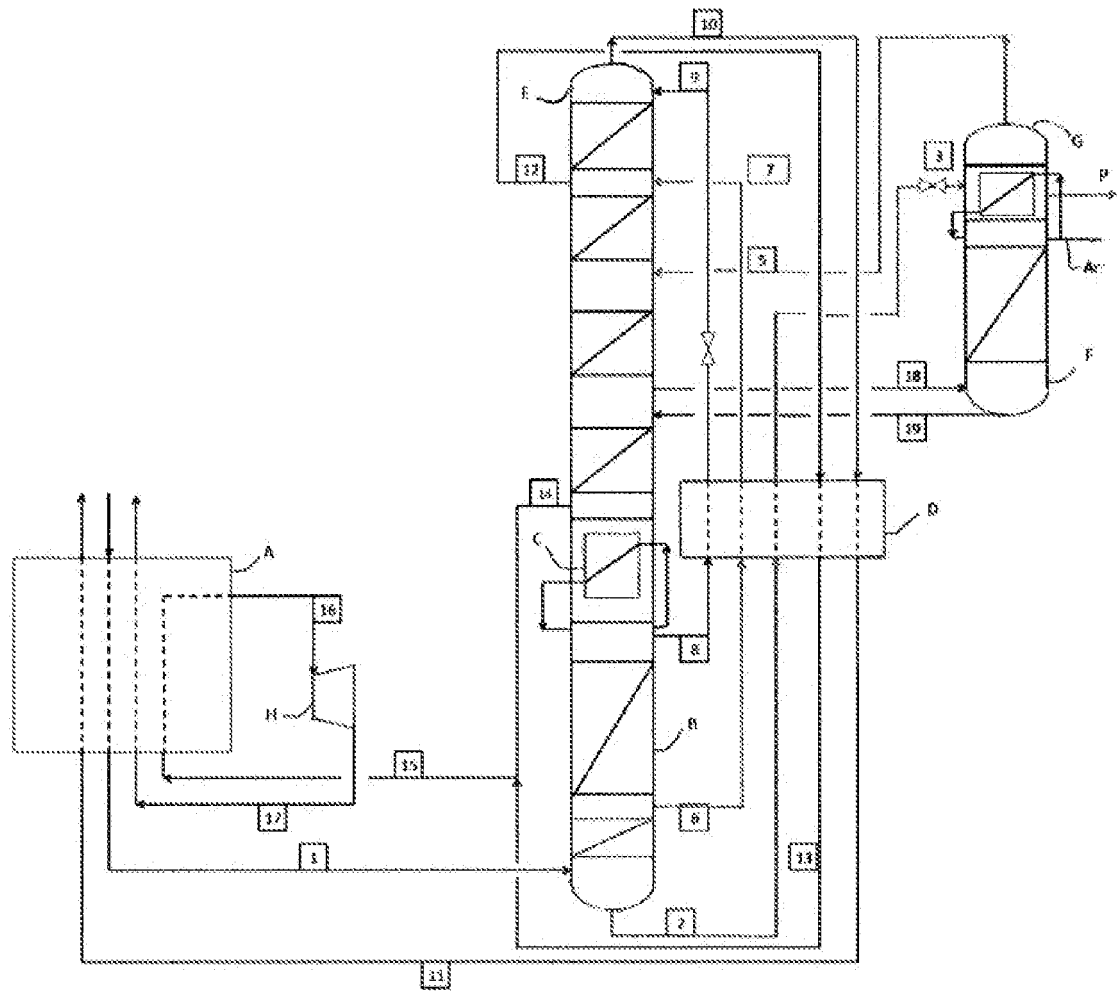


Figure 1

[Fig. 2]

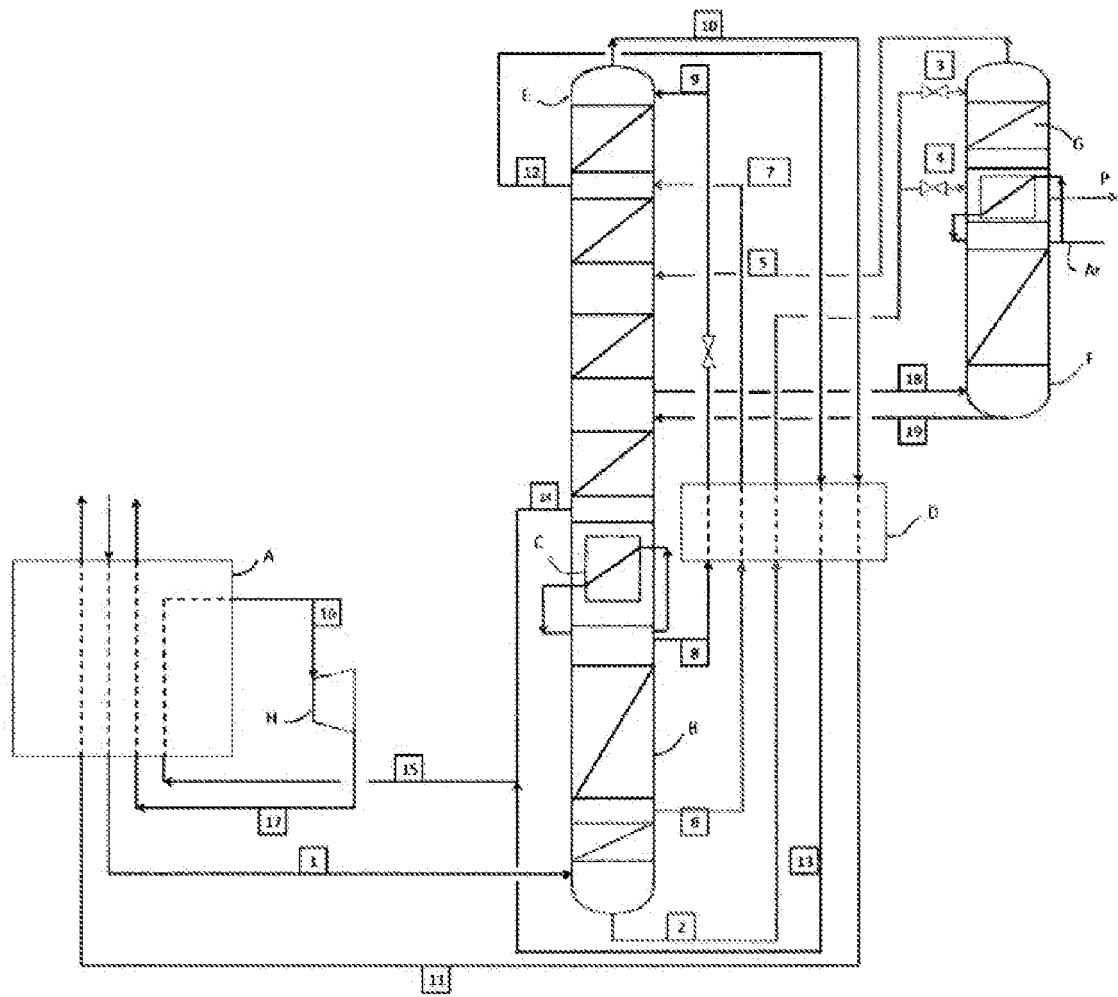


Figure 2

[Fig. 3]

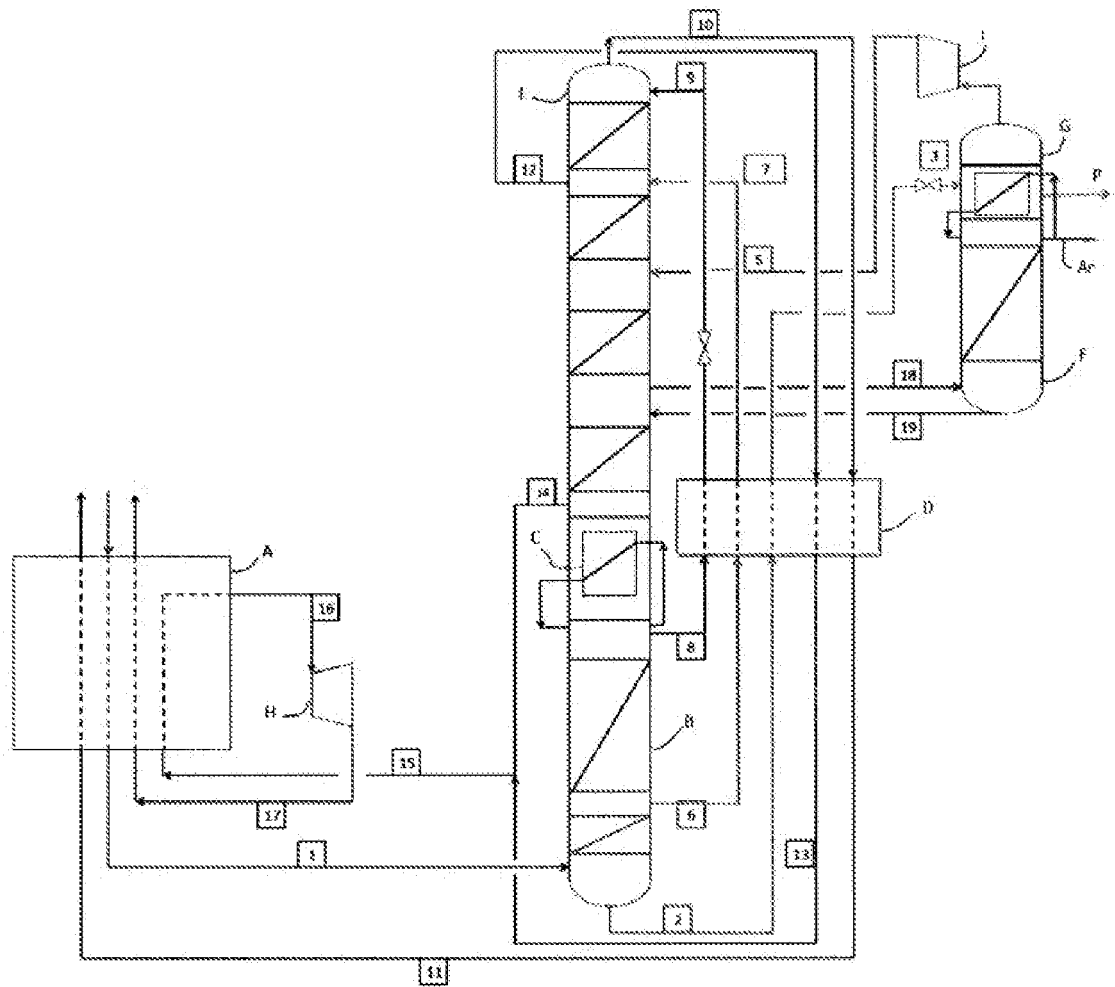


Figure 3