

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 19.04.91.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la demande : 23.10.92 Bulletin 92/43.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche : *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

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

⑦2 Inventeur(s) : Lehman Jean-Yves et Colin Jean-Claude.

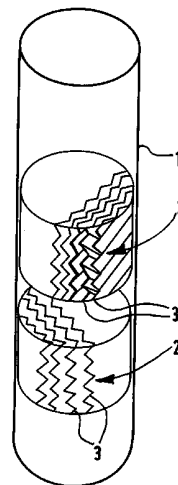
⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire : L'Air Liquide, Service Brevets & Marques.

⑤4 Procédé de séparation cryogénique de mélanges contenant de l'oxygène et garnissages organisés pour la mise en œuvre de ce procédé.

⑤7 Le procédé de séparation cryogénique, comprenant l'étape d'effectuer un échange de chaleur et de matière dans au moins une zone de transfert où la concentration en oxygène est supérieure à 98 % et/ou la pression est supérieure à $1,5 \times 10^5$ Pa absolus, avec un paquet de garnissages dont les nappes sont réalisées en feuillard d'aluminium d'épaisseur comprise entre 0,3 et 1 mm, le paquet de nappes présentant une surface spécifique inférieure à $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$.

Application notamment à la séparation cryogénique de l'air.



La présente invention concerne les procédés de séparation cryogénique de mélanges contenant de l'oxygène pour l'obtention de produit à forte concentration en oxygène, comprenant l'étape d'effectuer un échange de chaleur et de matière à contre-courant entre un liquide descendant et un gaz ascendant dans au moins une zone de transfert comportant un paquet de garnissages organisés constitués de nappes métalliques ondulées-croisées.

Un procédé et des garnissages organisés de ce type sont décrits dans le document WO-A-89/10527, au nom de la Demanderesse, dont le contenu est supposé intégré ici pour référence.

Dans les procédés classiques de ce type, notamment pour la distillation de l'air, les nappes métalliques de garnissage sont constituées à partir de feuillards d'une épaisseur de 0,2 mm et présentent une surface spécifique d'environ $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$, le métal étant de l'acier inoxydable, de l'aluminium ou du cuivre. (cf. introduction de la présentation au 1990 AIChE Loss Prevention Symposium d'août 1990 à San Diego par MM. Dunbobbin, Werley and Hansel).

Dans la pratique, en raison de son coût et de ses performances, l'aluminium est le meilleur matériau dans la plupart des applications de séparation cryogénique. Toutefois, dans les zones à haute pureté en oxygène (supérieure à 98 %), notamment à pression élevée, l'aluminium peut présenter des risques d'inflammation dans des garnissages de ce type.

C'est pourquoi il a été préconisé (cf. la présentation susmentionnée) de ne recourir qu'à des garnissages en cuivre, malgré l'augmentation importante de coûts afférente.

La présente invention a pour objet de proposer un procédé de séparation cryogénique permettant d'utiliser des garnissages en aluminium même dans les zones à très forte concentration en oxygène et sous pression élevée en éliminant les risques d'inflammation et en permettant de conserver des coûts de fabrication réduits.

A cet effet, selon une caractéristique de l'invention, au moins dans une zone de transfert où la concentration en oxygène est supérieure à 98 %, les nappes sont réalisées en feuillard d'aluminium d'épaisseur comprise entre 0,3 et 1 mm, le paquet de nappes présentant une surface spécifique inférieure à $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$, typiquement comprise entre $100 \text{ m}^2/\text{m}^3$ et $300 \text{ m}^2/\text{m}^3$.

Selon une caractéristique plus particulière de l'invention, les nappes sont mises en forme avec un pas d'ondulation supérieur à 7 mm, typiquement de l'ordre de 10 mm, et ont contrairement aux nappes de garnissage habituelles, une densité de perforation inférieure à 10 perforations par m², en pratique sensiblement exemptes de perforations.

Selon une autre caractéristique de l'invention, le paquet de nappes est soumis à une étape d'oxydation superficielle soit de type anodique, soit avec formation d'oxyde par trempage à l'eau ou sous une atmosphère oxydante contenant de la vapeur d'eau, typiquement à une température entre 60 et 200°C, pendant au moins une heure.

La présente invention a également pour objet un garnissage organisé pour la mise en oeuvre de ce procédé, caractérisé en ce qu'il est constitué de nappes de feuillards d'aluminium ayant une épaisseur entre 0,3 et 1 mm et présentant un pas d'ondulation supérieur à 7 mm, typiquement d'environ 10 mm, et sensiblement exempt de perforations.

Les mesures selon l'invention permettent, par le choix de l'épaisseur du feuillard, d'augmenter l'inertie thermique et de limiter ainsi la possibilité de propagation d'un feu éventuel. La diminution de la surface spécifique permet de diminuer l'adiabaticité de la structure de garnissage en diluant la chaleur dégagée par l'inflammation d'une impureté organique et une combustion locale résultante du matériau. La réduction considérable de perforations, voire leur disparition, permet d'augmenter le confinement dans la structure de garnissage de manière à conserver les gaz d'une éventuelle combustion à l'endroit de cette dernière. Enfin, l'oxydation superficielle des feuillards limite considérablement les risques d'inflammation.

Ces mesures permettent d'étendre le domaine des garnissages en aluminium vers les hautes puretés en oxygène et les fortes pressions avec une excellente sécurité et à un coût demeurant limité.

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

- la figure 1 représente schématiquement une colonne de distillation d'air équipée de garnissages ondulés-croisés selon l'invention ; et

- la figure 2 est une vue schématique en coupe d'une nappe de garnissage selon l'invention.

Comme représenté sur la figure 1, une colonne de distillation d'air 1 comporte au moins un paquet de garnissages 2
5 constitué chacun d'un assemblage croisé de nappes 3 ondulées en oblique, les ondes ayant typiquement un profil triangulaire, comme on le voit sur la figure 2. Le sens d'inclinaison des ondes est inversé d'une nappe à la suivante. Toutes les nappes d'un même élément sont disposés dans des plans verticaux parallèles. Les garnissages 2
10 constituent des dispositifs d'échange de chaleur et de matière à contre-courant entre un liquide descendant et un gaz ascendant dans la colonne, au bas de laquelle un liquide riche en oxygène est typiquement recueilli, un mélange de gaz appauvri en oxygène étant récupéré en tête de colonne.

15 Conformément à l'invention, les nappes 3 sont réalisées par découpe et mise en forme de feuillets en aluminium d'épaisseur comprise entre 0,3 et 1 mm, typiquement d'environ 0,5 mm, les ondulations ayant un pas p supérieur à 7 mm, typiquement de l'ordre de 10 mm et une hauteur d'ondulation h supérieure à 7 mm, typiquement de
20 l'ordre de 10 mm. Chaque nappe est sensiblement exempte de perforations, le nombre de perforations étant en tous les cas inférieur à 10 perforations par m^2 de nappe. Les garnissages réalisés par assemblage de telles nappes présentent une surface spécifique inférieure à $500 m^2/m^3$, typiquement comprise entre $100 m^2/m^3$ et
25 $300 m^2/m^3$ selon les conditions de pureté et de pression.

Selon une caractéristique de l'invention, chaque nappe préformée est soumise, avant montage, à une étape de dégraissage et de nettoyage par l'immersion ou vaporisation avec une composition
30 nettoyante ou un solvant, puis séchée (à l'air sec, éventuellement chauffé à une température inférieure à $100^\circ C$), afin d'éliminer les éventuels dépôts organiques.

Le procédé selon l'invention convient pour les zones de colonne de distillation d'air avec des teneurs en oxygène supérieures à 98 %, pouvant atteindre 99,99 %, et/ou sous des pressions locales
35 supérieures à $1,5 \times 10^5$ Pa absolus.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de séparation cryogénique de mélanges contenant de l'oxygène pour l'obtention de produit à forte concentration en oxygène, comprenant l'étape d'effectuer un échange de chaleur et de matière à contre-courant entre un liquide descendant et un gaz ascendant dans au moins une zone de transfert comportant un paquet de garnissages organisés (2) constitué de nappes métalliques ondulées-croisées (3), caractérisé en ce qu'au moins dans une zone de transfert où la concentration en oxygène est supérieure à 98 %, les nappes (3) sont réalisées en feuillard d'aluminium d'épaisseur comprise entre 0,3 et 1 mm, le paquet de nappes présentant une surface spécifique inférieure à $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la surface spécifique est comprise entre 100 et $300 \text{ m}^2/\text{m}^3$.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que chaque nappe (3) est mise en forme avec un pas d'ondulation (p) supérieur à 7 mm.

4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que chaque nappe (3) est mise en forme avec une hauteur d'ondulation (h) supérieure à 7 mm.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que chaque nappe (3) a une densité de perforations inférieure à 10 perforations par m^2 .

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le paquet (2) est soumis à une étape d'oxydation superficielle.

7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que chaque nappe (3) est soumise, avant montage, à une étape de nettoyage.

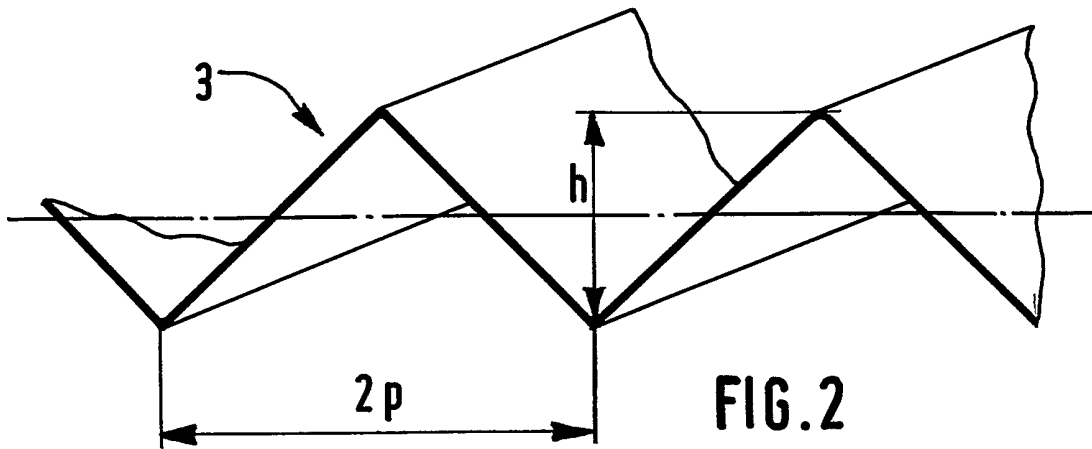
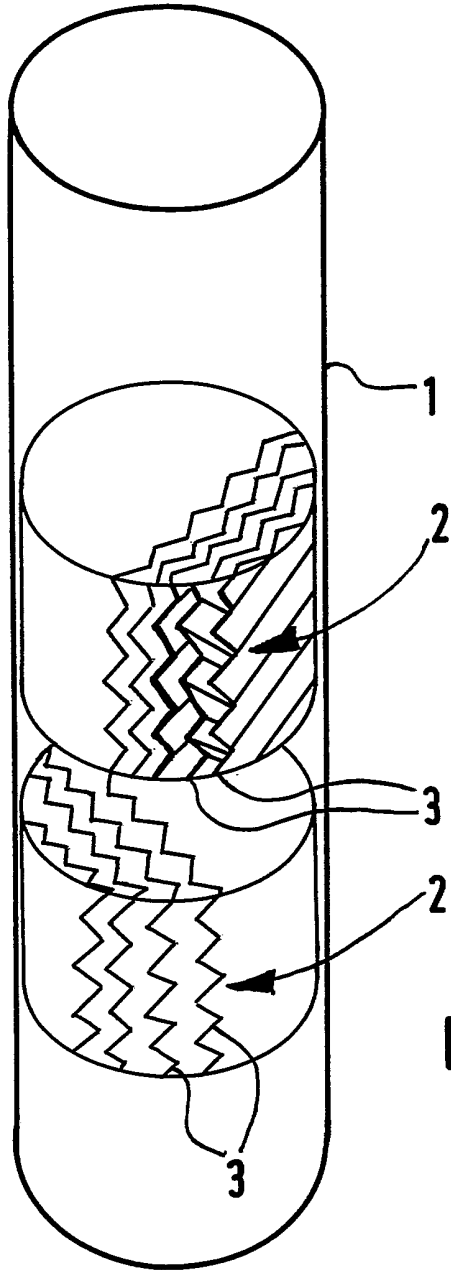
8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la pression dans ladite zone de transfert est supérieure à $1,5 \times 10^5$ Pa absolus.

9. Garnissage organisé pour la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il est constitué d'un assemblage de nappes en feuillard d'aluminium ayant une épaisseur entre 0,3 et 1 mm et présentant un pas d'ondulation d'environ 10 mm.

10. Garnissage selon la revendication 9, caractérisé en ce que les nappes (3) sont sensiblement exemptes de perforations.

5 11. Colonne de distillation d'air, caractérisée en ce qu'elle comporte au moins un paquet de garnissages selon l'une des revendications 9 et 10 présentant une surface spécifique inférieure à $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$.

1/1



INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

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

N° d'enregistrement
national

FR 9104844
FA 456133

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	EP-A-0 337 150 (UNION CARBIDE CORPORATION) * colonne 1, ligne 17 - ligne 20 * * colonne 2, ligne 36 - ligne 48 * * colonne 3, ligne 31 - colonne 4, ligne 8 * * colonne 5, ligne 7 - ligne 24 * * revendications 1,3,4,8-12; figures 1,3 * ---	1,3-5, 8-11
A	EP-A-0 341 854 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS) * page 2, ligne 23 - ligne 30 * * page 2, ligne 47 - ligne 55 * * page 5, ligne 48 - page 6, ligne 15 * * revendications 1-7 * ---	1
A	CHEMICAL ENGINEERING PROGRESS vol. 86, no. 1, Janvier 1990, NEW YORK, US pages 19 - 29; J. R. FAIR ET AL.: 'DISTILLATION COLUMNS CONTAINING STRUCTURED PACKING' * figure 3; tableau 1 * -----	1-4,9,11
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		B01J F25J B01D F28F
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
07 JANVIER 1992		STEVNSBORG N.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		