

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 436 079**

51 Int. Cl.:

F25J 3/04

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.04.2011** **E 11160944 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.09.2013** **EP 2381197**

54 Título: **Método y aparato de producción de nitrógeno por destilación criogénica de aire**

30 Prioridad:

22.04.2010 FR 1053075

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

26.12.2013

73 Titular/es:

**L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME POUR
L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS
GEORGES CLAUDE (100.0%)
Direction de la Propriété Intellectuelle 75 quai
d'Orsay
75007 Paris, FR**

72 Inventor/es:

LE BOT, PATRICK

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 436 079 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método y aparato de producción de nitrógeno por destilación criogénica de aire

La presente invención es relativa a un procedimiento y a un aparato de producción de nitrógeno por destilación criogénica. La industria de la farmacia es un mercado potencial para la venta de nitrógeno.

5 Sin embargo, para poder pretender a tal aplicación, el nitrógeno debe responder a las siguientes especificaciones:

$\text{CO}_2 < 300 \text{ ppm}$

$\text{CO} < 5 \text{ ppm}$

$\text{O}_2 < 5 \text{ ppm}$

$\text{H}_2\text{O} < 67 \text{ ppm}$

10 $\text{N}_2 > 99,5\%$

Todas las purezas son purezas molares en este documento.

Sólo el contenido en CO puede generar una preocupación. En efecto, en un generador de nitrógeno de columna simple con adición de nitrógeno líquido para garantizar el comportamiento en frío, el contenido de CO en el nitrógeno producido es alrededor de 80% del contenido de CO en el aire que alimenta la columna simple.

15 Se ve, por lo tanto, que el contenido crítico de CO en el aire, más allá del cual la limitación de contenido de CO en el nitrógeno ya no es respetada, es del orden de 6 ppm.

Si el contenido normal de CO en el aire (0,6 ppm) es generalmente muy inferior a este valor crítico, puede suceder que exceda significativamente el valor límite, bien sea forma continua pero más generalmente en punta.

20 Por lo tanto, es necesario detener la producción por destilación criogénica de aire y proporcionar al cliente por vaporización de nitrógeno líquido a partir de un almacenamiento cuyo contenido ha sido controlado.

Eso es más costoso, y este modo de funcionamiento sólo tiene por autonomía la capacidad de líquido almacenado.

25 Se conoce reducir el contenido en monóxido de carbono de un producto rico en nitrógeno en el caso en que el aire tenga un contenido constante de monóxido de carbono. En este caso, la destilación criogénica (solicitud de patente europea nº 0376465, Gas Aktuell 39,1990, pág. 4-8) o la catálisis (patente de EE.UU. nº 5.441.719) se pueden utilizar para purificar el aire o el nitrógeno.

Las patentes de EE.UU. nº 4.617.040 y japonesa nº 05001882 describen un procedimiento según el preámbulo de la reivindicación 1.

30 Un objetivo de la invención es permitir la producción de nitrógeno muy pobre en monóxido de carbono por destilación criogénica de aire incluso cuando el aire que alimenta la columna esté puntualmente muy contaminada en monóxido de carbono.

35 Según un objeto de la invención, está previsto un procedimiento de producción de nitrógeno por destilación criogénica de aire en el cual del aire que contiene monóxido de carbono se envía a una columna de destilación criogénica, se sustrae un caudal D de nitrógeno en cabeza de la columna de destilación, con un contenido de CO inferior a un valor fijado S1, y se envía un caudal de líquido criogénico rico en nitrógeno procedente de una fuente exterior en cabeza de la columna, siendo el caudal de líquido criogénico enviado a la columna inferior a un valor V si el contenido de CO en el aire no supera un valor límite máximo previamente definido (SO) caracterizado porque: el caudal de líquido criogénico enviado a la columna es superior a un valor V si el contenido en monóxido de carbono del aire supera este valor límite previamente definido (SO).

Según otros objetos facultativos:

- 40
- El caudal de aire enviado a la columna de destilación es reducido si el contenido en monóxido de carbono del aire supera el valor límite previamente definido;
 - si el contenido en monóxido de carbono del aire está por debajo del valor límite dado, el caudal molar de líquido criogénico enviado a la columna es igual a lo sumo a 5% del caudal molar de nitrógeno gaseoso D sustraído de la columna;
- 45
- se produce un caudal de purga de líquido enriquecido en oxígeno, caracterizado porque el caudal de líquido criogénico enriquecido en oxígeno producido es sensiblemente constante cuando el caudal de líquido

criogénico enviado a la columna es inferior a un valor V y aumentado con respecto al caudal constante si el caudal de líquido criogénico enviado a la columna es superior a un valor V;

- el aumento del caudal molar enriquecido en oxígeno sustraído es sensiblemente igual al aumento del caudal molar de líquido criogénico enviado a la columna;
- 5 - la relación entre el caudal de líquido criogénico enviado a la columna y el contenido en monóxido de carbono del aire es constante;
- el caudal de líquido criogénico enviado a la columna tiene uno o varios valor(es) dado(s) si el contenido en monóxido de carbono del aire se encuentra en una o varias gama(s) predefinida (s);
- el caudal de líquido criogénico se regula según el contenido en monóxido de carbono del aire;
- 10 - el caudal de líquido criogénico se regula según el contenido en monóxido de carbono del nitrógeno producido.

Según un objeto de la invención, está previsto un aparato de producción de nitrógeno por destilación criogénica que incluye una columna de destilación criogénica, un conducto para enviar el aire que contiene monóxido de carbono a la columna, un conducto para sustraer un producto rico en nitrógeno de la columna, un conducto para enviar nitrógeno líquido de una fuente exterior, por ejemplo un almacenamiento, a la columna caracterizado porque comprende medios para regular el caudal de nitrógeno líquido enviado a la columna en función del contenido en monóxido de carbono del aire, medios para medir el contenido en monóxido de carbono del aire o de producto rico en nitrógeno y medios para aumentar el caudal de nitrógeno líquido enviado a la columna si el contenido supera un valor límite.

- 20 La invención propuesta permite rechazar significativamente el contenido límite de CO en el aire más allá del cual no se puede producir más nitrógeno gaseoso suficientemente puro a partir del aparato de separación de aire.

La invención se describirá con más detalle refiriéndose a la figura que representa un aparato de separación de aire según la invención.

- 25 Se enfría un caudal de aire 1 purificado en CO₂ y en humedad pero conteniendo monóxido de carbono en un intercambiador de calor 2. Su contenido en monóxido de carbono es medido por un analizador 3 aguas arriba de la columna de destilación 5.

- 30 El aire se separa en un gas de cabeza rico en nitrógeno y un líquido de cuba enriquecido en oxígeno. El líquido de cuba 17 se descomprime por una válvula 18 y se envía al condensador de cabeza 9 de manera conocida. El líquido vaporizado 21 se calienta en el intercambiador 2. Se sustrae en cabeza de la columna, un producto gaseoso rico en nitrógeno 29, se recalienta en el intercambiador 2 y se envía a un cliente. Su contenido en monóxido de carbono se mide por un analizador 23 y no debe superar un valor límite S1, por ejemplo de 5 ppm.

- 35 El comportamiento en frío del aparato está garantizado por un envío de nitrógeno líquido procedente de un almacenamiento 7 que constituye una fuente exterior al aparato de separación de aire. El caudal V de este líquido es sensiblemente constante mientras que el contenido de monóxido de carbono del aire no supere un valor límite S0. El conducto 19 de nitrógeno líquido se conecta a la cabeza de la columna 5 a través de una válvula 11. Un líquido enriquecido en oxígeno se puede sustraer de la columna 5 a través de un conducto 13.

- 40 Si el aire 1 tiene un contenido en monóxido de carbono inferior al valor límite dado S0, por ejemplo 5,9 ppm, la cantidad V molar de nitrógeno líquido enviado en la columna 5 por el conducto 19 corresponde a lo sumo a aproximadamente 5% del caudal molar de nitrógeno producido, eventualmente a lo sumo 3% del caudal molar de nitrógeno producido, es decir, la cantidad que es necesaria para tener el aparato en frío, en ausencia de turbina de recuperación de energía u otro medio de producción de frío. La cantidad V es, por lo tanto, sensiblemente constante. El contenido en CO de este caudal V de nitrógeno es inferior a 5 ppm, puesto que el líquido almacenado en este almacenamiento exterior 7 puede eventualmente servir de ayuda, después de la vaporización, en caso de paro, intempestivo o no, de la unidad de producción de nitrógeno. Todo el líquido sustraído en cuba es enviado por el
- 45 conducto 17 al condensador 9.

- 50 Si el contenido en monóxido de carbono supera el valor límite dado para el aire de S0, el analizador 3 envía una señal al FIC 12 para modificar el caudal enviado por el conducto 19 de tal modo que aumente la cantidad de nitrógeno líquido que llega en la columna de modo que supere valor el caudal V. Cuanto más el aire es impuro, más grande debe ser el aumento. Por este procedimiento, al enviar un 10% del caudal de producción de nitrógeno como caudal de nitrógeno líquido, el contenido límite en CO en el aire puede subir hasta 6,5 ppm sin que el contenido de monóxido de carbono en el nitrógeno producido 19 sobrepase 5 ppm, requerido por las normas. Al enviar nitrógeno líquido correspondiente al 40% del caudal de producción de nitrógeno, el contenido límite en CO en el aire 1 es 9,5 ppm sin que el contenido de monóxido de carbono en el nitrógeno producido 19 sobrepase 5 ppm, requerido por las normas.

Al aumentar el caudal de nitrógeno líquido, es necesario reducir el caudal de aire de alimentación y en consecuencia reducir la cantidad de CO introducida en la unidad de producción de nitrógeno; esto reduce también el consumo eléctrico del aparato.

- 5 Simultáneamente, se sustrae un caudal suplementario de líquido enriquecido en oxígeno 13 de la cuba de la columna 5 por medio de una válvula 15 y de un conducto cuando el contenido en monóxido de carbono del aire supera el valor límite S0 y cuando el nitrógeno líquido llega por el conducto 19. Este caudal de purga es sensiblemente el mismo, sobre una base molar, que el caudal complementario enviado en la columna por el conducto 19, y se extrae de la unidad de producción. Se puede eventualmente almacenar en el tanque especial, o liberar a la atmósfera después de de vaporización.
- 10 La relación entre el caudal de líquido criogénico enviado a la columna y el contenido en monóxido de carbono del aire puede ser constante. Si no, el caudal de líquido criogénico enviado a la columna se puede fijar en uno o varios valor(es) dado (s), siendo el valor función del hecho que el contenido en monóxido de carbono del aire se encuentra en una o varios gama(s) predefinida (s). Así el caudal puede ser al 10%, si el contenido está entre 5 y 6,5 ppm y del 40% si el contenido está entre 6,5 y 9,5 ppm.

15

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento de producción de nitrógeno por destilación criogénica de aire en el cual el aire que contiene monóxido de carbono se envía a una columna de destilación criogénica, se sustrae un caudal D de nitrógeno en cabeza de la columna de destilación (5), con un contenido en CO inferior a un valor fijado S1, y se envía un caudal de líquido criogénico rico en nitrógeno procedente de una fuente exterior (7) en cabeza de la columna, siendo el caudal de líquido criogénico enviado a la columna inferior a un valor V si el contenido en CO en el aire no supera un valor límite previamente definido (S0) caracterizado porque: el caudal de líquido criogénico enviado a la columna es superior al valor V si el contenido en monóxido de carbono del aire supera este valor límite previamente definido (S0).
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1 en el cual el caudal de aire enviado a la columna de destilación (5) es reducida si el contenido en monóxido de carbono del aire supera el valor límite previamente definido.
- 3.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el cual si el contenido en monóxido de carbono del aire está por debajo del valor límite dado, el caudal molar de líquido criogénico enviado a la columna (5) es igual a lo sumo a 5% del caudal molar de nitrógeno gaseoso D sustraído de la columna.
- 4.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el cual se produce un caudal de purga de líquido enriquecido en oxígeno, caracterizado porque el caudal de líquido criogénico enriquecido en oxígeno producido es sensiblemente constante cuando el caudal de líquido criogénico enviado a la columna (5) es inferior a un valor V y aumentado si el caudal de líquido criogénico enviado a la columna es superior al valor V.
- 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, en el cual el aumento del caudal molar enriquecido en oxígeno sustraído es sensiblemente igual al aumento del caudal molar de líquido criogénico enviado a la columna (5).
- 6.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el cual la relación entre el caudal de líquido criogénico enviado a la columna (5) y el contenido en monóxido de carbono del aire es constante.
- 7.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en el cual el caudal de líquido criogénico enviado a la columna (5) tiene uno o varios valor(es) dado(s) si el contenido en monóxido de carbono del aire se encuentra en una o varias gama(s) predefinida(s).
- 8.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el cual el caudal de líquido criogénico se regula según el contenido en monóxido de carbono del aire.
- 9.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el cual el caudal de líquido criogénico se regula según el contenido en monóxido de carbono del nitrógeno producido.
- 10.- Aparato de producción de nitrógeno por destilación criogénica que incluye una columna de destilación criogénica (5), un conducto para enviar aire que contiene monóxido de carbono a la columna, un conducto para sustraer un producto rico en nitrógeno de la columna, un conducto para enviar nitrógeno líquido de una fuente exterior (7), por ejemplo un almacenamiento, a la columna caracterizado porque comprende medios para regular el caudal de nitrógeno líquido enviado a la columna en función del contenido en monóxido de carbono del aire, medios para medir el contenido en monóxido de carbono del aire o del producto rico en nitrógeno y medios para aumentar el caudal de nitrógeno líquido enviado a la columna si el contenido supera un valor límite.

FIG. 1

