DISPOSITIF ET PROCEDE DE PRE-REFROIDISSEMENT D'UN FLUX D'UN FLUIDE CIBLE A UNE TEMPERATURE INFERIEURE OU EGALE A 90 K

Domaine technique de l'invention

La présente invention vise un dispositif de refroidissement d'un flux d'un fluide cible à une température inférieure ou égale à 90 K et un procédé de refroidissement d'un flux d'un fluide cible à une température inférieure ou égale à 90 K. Elle s'applique, par exemple, au domaine de la liquéfaction de l'hydrogène.

État de la technique

Un procédé de liquéfaction d'un fluide se divise schématiquement en trois grands blocs technologiques de température : la compression, le pré-refroidissement (« pre-cooling », en anglais) et la réfrigération. Le pré-refroidissement a, par exemple, pour but de baisser les températures d'entrée situées entre 273 K et 320 K d'un flux d'hydrogène d'intérêt et du fluide servant à la réfrigération dans le bloc suivant, jusqu'à une température dite de pré-refroidissement située entre 78 K et 120 K.

Dans des systèmes connus, l'étape de refroidissement est historiquement réalisée à l'aide d'azote liquide s'écoulant à contre-sens dans un échangeur de chaleur. Cet azote entre à une température de 78 K environ, sort à température ambiante et est rejeté dans l'atmosphère. De tels systèmes sont ci-après surnommés « P1 ».

Dans de tels systèmes, la mise en œuvre d'une boucle ouverte d'azote liquide présente les inconvénients d'impliquer une gestion logistique de son approvisionnement, le stockage en grande quantité d'azote et de présenter des performances énergétiques peu élevées (environ de 3,5 à 4,5 kWh/kg LH_2). Les atouts économiques et pratiques de ces systèmes sont justifiés dans le cadre de petites productions inférieures à 5 tonnes par jour, mais ne sont pas viables ou opérationnellement complexes au-delà. Enfin, ces systèmes ne conviennent pas aux productions situées dans des zones isolées et difficiles d'accès en raison de la nécessité de créer une chaîne d'approvisionnement en azote liquide.

D'autres systèmes connus s'attachent à recycler l'azote dans un cycle (ou circuit) fermé. De tels systèmes sont ci-après surnommés « P2 ».

Ceci est réalisé par une série de compressions et de refroidissements avec une détente finale permettant de diminuer la température de l'azote jusqu'à environ 80 K. À l'aide d'échangeurs de chaleur, les fluides à refroidir sont amenés à environ 80 K également. De tels systèmes sont ci-après surnommés « P2.1 ».

Une amélioration de cette boucle effectue plusieurs détentes au cours du refroidissement permettant d'optimiser l'apport de froid au sein des échangeurs. De tels systèmes sont ci-après surnommés « P2.2 ».

Une amélioration de P2.2 peut être obtenue par la mise en place d'un cycle d'azote fermé dit dual car il existe deux pressions d'admission simultanées dans les compresseurs. De tels systèmes sont ci-après surnommés « P2.3 ».

De tels systèmes sont tous des alternatives de la solution P1 en ce qu'elles opèrent en cycle fermé d'azote, évitant l'ensemble des problématiques citées précédemment. La solution P2.3 est une amélioration des solutions P2.2 et P2.1 permettant d'optimiser l'apport de froid au sein des échangeurs. Néanmoins, ces solutions nécessitent des investissements élevés en équipements, notamment les compresseurs, en raison de leur débit élevé d'azote (environ 8 tonnes par jour pour produire une tonne d'hydrogène liquide par jour).

D'autres systèmes connus sous la dénomination de "MRC" (pour « Mixed-Refrigerant Cycle », traduit pour cycles à réfrigérant-mixte) utilisent comme réfrigérant un mélange d'hydrocarbures et d'azote dont la composition varie selon les solutions. Par le même principe opératoire de compression, refroidissement, détente, le réfrigérant est refroidi jusqu'à environ 90 à 130 K. À l'aide d'échangeurs de chaleur, les fluides à refroidir sont amenés à environ 90 à 130 K également. De tels systèmes sont ci-après surnommés « P3 ».

Une variante de cette solution produit du froid dans l'intervalle 90-110K à l'aide d'un réfrigérant mixte composé d'azote, de méthane, d'éthane et de propane. De tels systèmes sont ci-après surnommés « P3.1 ».

Une variante de cette solution applique le concept à la liquéfaction de l'hydrogène avec un pré-refroidissement à trois étages de détente réalisée au travers de vanne de Joule-Thomson (dites « J-T »). De tels systèmes sont ci-après surnommés « P3.2 ».

Une variante prévoit un cycle similaire, mais où des turbines venaient remplacer les vannes J-T. Par ailleurs, la composition incluait alors l'azote, les hydrocarbures C_1 à C_5, l'éthylène, du tétrafluorométhane R_{14} et le néon. De tels systèmes sont ci-après surnommés « P3.3 ».

Une variante simplifie le cycle de mélange réfrigérant à un seul étage de détente et cinq composants (N_2 et C_1 à C_4). De tels systèmes sont ci-après surnommés « P3.4 ».

Une autre variante aboutit également à une composition simplifiée (H_2, N_2, C_1, C_2 et C_4) dans un système à trois étages de détente et ajoute un étage de compression effectuée en partie par une pompe. De tels systèmes sont ci-après surnommés « P3.5 ».

Une autre variante met en œuvre un système de mélange réfrigérant à deux étages de détente, où la compression est effectuée en partie à l'aide d'une pompe et dont la composition se limite à quatre composants (N_2, C_1, C_2, iC_4). De tels systèmes sont ci-après surnommés « P3.6 ».

Ces systèmes P3 recourent à un cycle réfrigérant mixte et optimisent l'efficacité énergétique du cycle par rapport aux précédents systèmes en permettant d'adapter les échanges de chaleur entre fluides froids et chauds grâce aux évaporations partielles successives des différents composés. Les variations entre ces solutions tiennent à la modification des compositions, du nombre d'étages de détente et l'ajout d'un étage de compression en partie assurée par une pompe.

Cependant, les pré-refroidissements utilisant un réfrigérant mixte décrits précédemment permettent de refroidir le fluide cible jusqu'à une température limitée à environ 90K sans risque de cristallisation. Cette limite impose au cycle de refroidissement de réaliser le refroidissement à une valeur supérieure à 90 K ou à prendre le risque de la cristallisation, augmentant le besoin en puissance de compression de ce dernier par rapport à un cycle utilisant de l'azote pur.

On connait la demande de brevet US 2018 347 897 A qui divulgue un dispositif de pré-refroidissement d'un gaz cible par mise en œuvre de deux circuits distincts de fluide de refroidissement. Cependant, un tel dispositif ne permet pas de réaliser un pré-refroidissement d'un gaz à une température inférieure à 90 K.

On connait également la demande de brevet US 2019 063 824 qui divulgue un dispositif de pré-refroidissement d'un gaz cible par mise en œuvre de quatre circuits distincts de fluide de refroidissement et liquéfaction conjointe de gaz naturel. Cependant, un tel dispositif met en œuvre un nombre important de circuits de fluide cible et de fluide de refroidissement. Par ailleurs, ce dispositif est complexe et coûteux de par l'utilisation conjointe de certains éléments, tels que des turbines de détente, dans les circuits de refroidissement.

On connait également la publication scientifique « *A novel hydrogen liquefaction process configuration with combined mixed refrigerant systems* » d'Asadnia *et al* qui divulgue un dispositif de pré-refroidissement d'un gaz cible par mise en œuvre de deux circuits distincts de fluide de refroidissement. Cependant, un tel dispositif présente une complexité de par certains éléments, tels que des turbines de détente, utilisées dans les circuits de refroidissement.

Exposé de l'invention

La présente invention vise à remédier à tout ou partie de ces inconvénients.

À cet effet, selon un premier aspect, la présente invention vise un dispositif de pré-refroidissement d'un flux d'un gaz cible à une température inférieure ou égale à 90 K, qui comporte :

- un groupe d'au moins deux échangeurs de chaleur entre le flux de gaz cible, un flux d'un premier fluide de refroidissement et au moins un flux parmi un flux d'un deuxième fluide de refroidissement et un flux d'un troisième fluide de refroidissement,

le gaz cible en aval du groupe d'échangeurs restant sous forme gazeuse,

- un circuit fermé de circulation d'un flux d'un deuxième fluide de refroidissement, ledit fluide comportant au moins du méthane, ledit circuit comportant :

- au moins un étage de compression du flux du deuxième fluide,

- au moins un étage de séparation liquide-gaz du flux du deuxième fluide pour former une partie liquide et une partie gazeuse, au moins l'une des deux parties étant fournies à au moins un dit échangeur de chaleur et

- au moins un étage de détente du flux du deuxième fluide et

- un circuit de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement à travers au moins un desdits échangeurs de chaleur, ledit circuit ne comportant pas de turbine de détente, ledit troisième fluide présentant une température de circulation dans ledit échangeur inférieure à 90K,

lesdits circuits de circulation de chaque fluide de refroidissement étant distincts.

Grâce à ces dispositions, il est possible d'atteindre des températures de pré-refroidissement inférieures à 90K à faible coût énergétique et économique tout en conservant des échanges optimisés accrus entre le mélange réfrigérant et les fluides à refroidir sans risque de cristallisation.

La présente invention se distingue par un pré-refroidissement permettant de surmonter le compromis entre efficacité énergétique et température de pré-refroidissement que l'on retrouve dans

les solutions existantes. En effet le procédé proposé est à la fois très efficace énergétiquement grâce à l'utilisation d'un mix de réfrigérants et à la fois capable d'atteindre les températures les plus froides usuellement atteintes sans risque de cristallisation par un circuit de pré-refroidissement dans la liquéfaction d'un fluide cible, notamment de l'hydrogène, grâce à la boucle azote.

La présente invention permet ainsi de réduire significativement la consommation énergétique du circuit de refroidissement du procédé entier.

Par ailleurs, la présente invention permet d'éviter l'utilisation d'une turbine de détente dans le circuit de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement. Une simplification du circuit est donc réalisée, réduisant ainsi le coût du dispositif.

Dans des modes de réalisation, le circuit de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement comporte au moins un étage de détente du flux du troisième fluide, l'étage de détente comportant une vanne de Joule-Thompson, en amont dudit au moins un échangeur thermique.

Dans des modes de réalisation, le circuit de circulation du flux du troisième fluide est configuré pour que le troisième fluide de refroidissement comporte un mélange de liquide et de gaz en aval de l'étage de détente.

Dans des modes de réalisation, le circuit de circulation du flux du troisième fluide est configuré pour traverser au moins deux des échangeurs de chaleur du groupe d'échangeurs de chaleur.

Dans des modes de réalisation, le circuit de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement comporte l'étage de détente du flux du troisième fluide entre une sortie pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur parmi les deux desdits échangeurs de chaleur et une entrée pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur parmi les deux desdits échangeurs de chaleur.

Dans des modes de réalisation, le circuit de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement comporte au moins un étage de compression du flux du troisième fluide entre une sortie pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur parmi les deux desdits échangeurs de chaleur et une entrée pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur parmi les deux desdits échangeurs de chaleur.

Dans des modes de réalisation, le circuit de circulation d'un flux est un circuit fermé de circulation d'un flux d'un troisième fluide de refroidissement.

Dans des modes de réalisation, le circuit de circulation d'un flux est un circuit fermé de circulation d'un flux d'un troisième fluide de refroidissement à travers au moins deux desdits échangeurs de chaleur, comportant :

- au moins un étage de compression du flux du troisième fluide entre une sortie pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur parmi les deux desdits échangeurs de chaleur et une entrée pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur parmi les deux desdits échangeurs de chaleur et
- au moins un étage de détente du flux du troisième fluide entre une sortie pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur parmi les deux desdits échangeurs de chaleur et une entrée pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur parmi les deux desdits échangeurs de chaleur.

Ces modes de réalisation permettent de former un pré-refroidissement à deux boucles intégrées, optimisant davantage encore le fonctionnement du dispositif.

Dans des modes de réalisation :

- le fluide cible traverse successivement au moins un premier échangeur de chaleur et un deuxième échangeur de chaleur,

- le circuit fermé de circulation du flux du troisième fluide de refroidissement traverse également au moins le premier échangeur de chaleur et le deuxième échangeur de chaleur et

- au moins un étage de compression du circuit fermé de circulation du flux du troisième fluide de refroidissement est positionné entre une sortie pour troisième fluide du premier échangeur de chaleur et une entrée pour troisième fluide comprimé dudit premier échangeur de chaleur.

Ces modes de réalisation permettent de conditionner, en pression, le troisième fluide réfrigérant en amont de l'injection de ce fluide dans le groupe d'échangeurs réalisant le pré-refroidissement du fluide cible.

Dans des modes de réalisation :

- le fluide cible traverse successivement au moins un premier échangeur de chaleur et un deuxième échangeur de chaleur,

- le circuit fermé de circulation du flux du troisième fluide de refroidissement traverse également le premier échangeur de chaleur et le deuxième échangeur de chaleur et

- au moins un étage de détente du circuit fermé de circulation du flux du troisième fluide de refroidissement est positionné en aval du deuxième échangeur de chaleur.

Ces modes de réalisation permettent de régénérer des frigories dans le troisième fluide, en amont notamment d'une traversée inverse du groupe d'échangeurs de chaleur.

Dans des modes de réalisation, le circuit de circulation d'un flux d'un troisième fluide est un circuit ouvert de circulation d'un flux d'un troisième fluide de refroidissement à travers au moins un échangeur de chaleur.

Ces modes de réalisations permettent de réduire le nombre de canaux d'échangeur et de diminuer la complexité du cycle de réfrigération en cas de circuit ouvert de troisième fluide.

Dans des modes de réalisation, le circuit ouvert de circulation du flux du troisième fluide est configuré pour traverser au moins deux des échangeurs de chaleur du groupe d'échangeurs de chaleur.

Ces modes de réalisations permettent de réduire le nombre de canaux d'échangeur et de diminuer la complexité du cycle de réfrigération en cas de circuit ouvert de troisième fluide.

Dans des modes de réalisation, le flux de troisième fluide de refroidissement est un flux d'azote.

Dans des modes de réalisation, le flux de troisième fluide de refroidissement présente une température de liquéfaction à pression atmosphérique inférieure ou égale à la température de liquéfaction à pression atmosphérique du deuxième fluide de refroidissement.

Dans des modes de réalisation, le circuit de circulation du flux d'azote est configuré pour que le flux d'azote soit contraint par au moins l'une des conditions opératoires suivantes :

- une pression haute comprise entre 22 et 100 bara,

- une pression basse comprise entre 1 et 2,2 bara,

- un ratio massique d'azote sur fluide cible compris entre 1 et 8 et/ou

- une température en entrée dans au moins un échangeur de chaleur comprise entre 78 K et 88 K.

Ces conditions opératoires présentent les meilleurs rendements de pré-refroidissement.

Dans des modes de réalisation :

- un circuit de fluide cible traverse successivement un premier échangeur de chaleur et un deuxième échangeur de chaleur du groupe,

- le circuit fermé de circulation du flux du deuxième fluide de refroidissement traverse également le premier échangeur de chaleur et le deuxième échangeur de chaleur et

- au moins un étage de détente du circuit fermé de circulation du flux du deuxième fluide de refroidissement est positionné en aval d'une sortie pour deuxième fluide d'un échangeur de chaleur.

Ces modes de réalisation permettent une restauration d'une partie des frigories du deuxième fluide de refroidissement en amont de la traversée à rebours, totale ou partielle, du groupe d'échangeurs de chaleur.

Dans des modes de réalisation :

- un circuit de fluide cible traverse successivement un premier échangeur de chaleur et un deuxième échangeur de chaleur du groupe,

- le circuit fermé de circulation du flux du deuxième fluide de refroidissement traverse également le premier échangeur de chaleur et le deuxième échangeur de chaleur du groupe et

- au moins un étage de compression du circuit fermé de circulation du flux du deuxième fluide de refroidissement est positionné entre une sortie pour deuxième fluide du premier échangeur de chaleur et une entrée pour deuxième fluide comprimé dudit premier échangeur de chaleur.

Ces modes de réalisation permettent de conditionner le deuxième fluide de refroidissement en amont de l'étape de pré-refroidissement.

Dans des modes de réalisation :

- le fluide cible traverse successivement un premier échangeur de chaleur et un deuxième échangeur de chaleur,

- le circuit fermé de circulation du flux du deuxième fluide de refroidissement traverse également le premier échangeur de chaleur et le deuxième échangeur de chaleur et

- au moins un étage de séparation liquide-gaz du flux du deuxième fluide est positionné en amont du premier échangeur de chaleur, au moins l'une des parties liquide et gazeuse étant fournies au dit premier échangeur de chaleur.

Les séparations permettent de constituer des flux composés majoritairement d'espèces légères se vaporisant à basse température et des flux composés majoritairement d'espèces lourdes se vaporisant à moyenne ou haute température (référentiel cryogénique).

L'intérêt est multiple :

- affiner les paliers de température d'ébullition pour avoir une vaporisation partielle optimisée et

- diminuer les risques de cristallisation des composés lourds à basse température.

Dans des modes de réalisation :

- le groupe d'échangeurs de chaleur comporte un échangeur de chaleur intermédiaire,

- un circuit de fluide cible traverse successivement un premier échangeur de chaleur du groupe, l'échangeur de chaleur intermédiaire et un deuxième échangeur de chaleur du groupe,

- le circuit fermé de circulation du flux du deuxième fluide de refroidissement traverse également le premier échangeur de chaleur, l'échangeur de chaleur intermédiaire de chaleur et le deuxième échangeur de chaleur et

- au moins un étage de séparation liquide-gaz du flux du deuxième fluide est positionné en aval du premier échangeur de chaleur et amont de l'échangeur de chaleur intermédiaire, au moins l'une des parties liquide et gazeuse étant fournies au dit échangeur de chaleur intermédiaire.

Dans des modes de réalisation, le dispositif objet de la présente invention comporte, en aval d'un étage de compression du deuxième fluide de refroidissement :

- un étage de séparation liquide-gaz du deuxième fluide de refroidissement pour former une partie gaz et une partie liquide,

- un étage de compression de la partie gazeuse,

- un moyen de compression de la partie liquide et

- un moyen de mélange de la partie gazeuse comprimée et de la partie liquide comprimée.

Dans des modes de réalisation, le circuit de circulation du deuxième fluide réfrigérant est configuré pour que le flux de deuxième fluide réfrigérant soit contraint par au moins l'une des conditions opératoires suivantes :

- une pression haute comprise entre 20 et 36 bara,

- une pression basse comprise entre 1 et 2 bara,

- un ratio massique d'azote sur fluide cible compris entre 17,5 et 28,

- une température en entrée du groupe d'échangeurs de chaleur comprise entre 86 K et 100 K,

- une température en entrée d'un échangeur intermédiaire du groupe d'échangeurs de chaleur comprise entre 166 K et 210 K et/ou

- une température en entrée d'un deuxième échangeur de chaleur du groupe d'échangeurs de chaleur comprise entre 95 K et 132 K.

Ces conditions opératoires présentent les meilleurs rendements de pré-refroidissement.

Dans des modes de réalisation, le flux de fluide cible est un flux d'hydrogène et/ou d'hélium.

Dans des modes de réalisation, le flux de premier fluide réfrigérant est un flux comportant au moins ou constitué :

- de dihydrogène,

- de néon, d'hélium ou d'un mélange de néon et d'hélium où

- d'un mélange de néon, d'hélium et de dihydrogène.

Dans des modes de réalisation, le flux de deuxième fluide réfrigérant est un flux comportant au moins ou constitué d'un mélange parmi :

- un mélange d'azote, de méthane, d'éthylène ou d'éthane, de propane ou de propène et de n-butane ou de i-butane ou de but-1-ène,

- un mélange de méthane, d'éthylène ou d'éthane, de propane ou de propène et de n-butane ou de i-butane ou de but-1-ène et

- un mélange d'azote, de méthane, d'éthylène ou d'éthane, de propane ou de propène, de n-butane ou de i-butane ou de but-1-ène et de n-pentane ou de i-pentane.

Dans des modes de réalisation, le flux de deuxième fluide réfrigérant est constitué, en pourcentage molaire, de :

- 4% à 14% d'azote,
- 26,4% à 40% de méthane,
- 14.9 % à 36.4 % d'éthylène,
- 21.5 % à 35 % de propane et
- 14.8 % à 25 % de butane.

Selon un deuxième aspect, la présente invention vise un procédé de pré-refroidissement d'un flux d'un gaz cible à une température inférieure ou égale à 90 K, qui comporte :

- une étape de traversée, par le flux de gaz cible, d'un groupe d'au moins deux échangeurs de chaleur entre le flux de fluide cible, un flux d'un premier fluide de refroidissement et au moins un flux parmi un flux d'un deuxième fluide de refroidissement et un flux d'un troisième fluide de refroidissement,
- une étape de circulation d'un flux d'un troisième fluide de refroidissement à travers au moins un desdits échangeurs de chaleur, ladite étape de circulation ne comportant pas d'étape de détente réalisée par une turbine de détente, ledit troisième fluide présentant une température de circulation dans ledit échangeur inférieure à 90K et
- une étape de circulation en circuit fermé d'un flux d'un deuxième fluide de refroidissement, ledit fluide comportant au moins du méthane, ladite étape de circulation comportant :
  - au moins une étape de compression du flux du deuxième fluide,
  - au moins une étape de séparation liquide-gaz du flux du deuxième fluide pour former une partie liquide et une partie gazeuse, au moins l'une des deux parties étant fournies à au moins un dit échangeur de chaleur et
  - au moins une étape de détente du flux du deuxième fluide.

Le procédé objet de la présente invention présente les mêmes avantages que le dispositif objet de la présente invention.

Brève description des figures

D'autres avantages, buts et caractéristiques particulières de l'invention ressortiront de la description non limitative qui suit d'au moins un mode de réalisation particulier du dispositif et du procédé objets de la présente invention, en regard des dessins annexés, dans lesquels :

La figure 1 représente, schématiquement, un premier mode de réalisation particulier du dispositif objet de la présente invention,

La figure 2 représente, schématiquement, un deuxième mode de réalisation particulier du dispositif objet de la présente invention,

La figure 3 représente, schématiquement, un troisième mode de réalisation particulier du dispositif objet de la présente invention,

La figure 4 représente, schématiquement, un quatrième mode de réalisation particulier du dispositif objet de la présente invention,

La figure 5 représente, schématiquement et sous forme d'un logigramme, une première succession d'étapes particulière du procédé objet de la présente invention,

La figure 6 représente, schématiquement et sous forme d'un logigramme, une deuxième succession d'étapes particulière du procédé objet de la présente invention,

La figure 7 représente, schématiquement et sous forme d'un logigramme, une troisième succession d'étapes particulière du procédé objet de la présente invention et

La figure 8 représente, schématiquement et sous forme d'un logigramme, une quatrième succession d'étapes particulière du procédé objet de la présente invention.

Description des modes de réalisation

La présente description est donnée à titre non limitatif, chaque caractéristique d'un mode de réalisation pouvant être combinée à toute autre caractéristique de tout autre mode de réalisation de manière avantageuse.

On note dès à présent que les figures ne sont pas à l'échelle.

Dans la présente description, on désigne par « fluide » d'un composé donné un fluide comportant au moins ledit composé dans une part majoritaire. On appelle « part majoritaire » au moins une majorité relative.

Dans des variantes, le terme « part majoritaire » désigne une part correspondant à au moins 30%, 40%, 50%, 60%, 70%, 80%, 90%, 95% ou 99% en volume du flux.

On désigne par « fluide cible » un gaz à liquéfier par l'action d'une des variantes du dispositif ou du procédé objets de la présente invention. Un tel gaz peut correspondre, par exemple, à du dihydrogène. Un tel fluide cible est, par exemple, configuré pour présenter initialement une température de 298 K. Un tel fluide cible est, par exemple, configuré pour présenter initialement une pression de 21 bara.

On désigne par « premier fluide de refroidissement » tout gaz ou liquide susceptible de permettre au dispositif ou procédé de refroidir le flux cible à une température inférieure ou égale à 90 K. Un tel premier fluide comporte au moins ou est constitué, par exemple :

- de dihydrogène,
- de néon, de l'hélium ou d'un mélange de néon et d'hélium,
- de néon, de dihydrogène ou d'un mélange de néon et de dihydrogène où
- d'un mélange de néon, d'hélium et de dihydrogène.

Un tel flux de premier fluide est, par exemple, configuré pour opérer en circuit fermé entre 298 K et 22 K au gré de la circulation dans le circuit fermé.

On désigne par « deuxième fluide de refroidissement » tout gaz ou liquide susceptible de permettre au dispositif ou procédé de refroidir le flux cible à une température inférieure ou égale à 90 K et préférentiellement 80 K ou 83 K.

Préférentiellement, le deuxième fluide réfrigérant circulant, par exemple, dans un circuit fermé de circulation est sous forme liquide ou diphasique, c'est-à-dire un mélange liquide-gaz, dans la majorité du circuit.

Ce deuxième fluide réfrigérant présente plusieurs variantes :

Dans une première variante, le deuxième fluide est constitué de ou comporte cinq composés :

- de l'azote,

- du méthane,
- de l'éthylène ou de l'éthane,
- du propane ou du propène et
- un n-butane ou un i-butane ou un but-1-ène.

Dans une deuxième variante, le deuxième fluide est constitué de quatre composés :

- du méthane,
- de l'éthylène ou de l'éthane,
- du propane ou du propène et
- un n-butane ou un i-butane ou un but-1-ène.

Dans une troisième variante, le deuxième fluide est constitué de six composés :

- de l'azote,
- du méthane,
- de l'éthylène ou de l'éthane,
- du propane ou du propène,
- un n-butane ou un i-butane ou un but-1-ène et
- un n-pentane ou un i-pentane.

On désigne par « troisième fluide de refroidissement » tout gaz ou liquide susceptible de permettre au dispositif ou procédé de refroidir le flux cible à une température inférieure ou égale à 90 K. Autrement dit, le troisième fluide de refroidissement présente une température de circulation dans un échangeur thermique inférieure à 90K. Un tel troisième fluide est, par exemple, de l'azote ou de l'argon.

Dans des modes de réalisation, le flux de troisième fluide de refroidissement présente une température de liquéfaction à une pression prédéterminée, par exemple, à pression atmosphérique, inférieure ou égale à la température de liquéfaction à pression prédéterminée identique du deuxième fluide de refroidissement.

Dans des modes de réalisation, le flux de troisième fluide de refroidissement présente un point de rosée inférieur ou égal au point de rosée du deuxième fluide de refroidissement à une pression prédéterminée, par exemple, à pression atmosphérique. Préférentiellement, le flux de troisième fluide de refroidissement présente également un point de bulle inférieur ou égal au point de bulle du deuxième fluide de refroidissement à une pression prédéterminée, par exemple, à pression atmosphérique.

Dans la description ci-dessous, on désigne par « échangeur de chaleur », tout échangeur de chaleur susceptible de convenir aux conditions opératoires permettant l'accomplissement d'un refroidissement inférieur à 90 K du fluide cible. Par exemple, un tel échangeur de chaleur est un échangeur de chaleur à plaques et ailettes à flux multiples.

On note que des dispositifs d'un même type, par exemple compresseurs ou échangeurs, peuvent ne pas être des dispositifs distincts, mais des étages d'un dispositif unique pour tout ou partie des dispositifs d'un type donné. Par exemple, les échangeurs, 106, 107, 108 et 136, peuvent correspondre à trois étages distincts d'un échangeur unique.

On observe, sur la figure 1, qui n'est pas à l'échelle, une vue schématique d'un mode de réalisation du dispositif 100 objet de la présente invention. Ce dispositif 100 de refroidissement d'un flux 101 d'un fluide cible à une température inférieure ou égale à 90 K, comporte :

- un groupe 105 d'au moins deux échangeurs, 106, 107, 108 et/ou 136, de chaleur entre le flux de fluide cible, un flux 102 d'un premier fluide de refroidissement, un flux d'un deuxième fluide de refroidissement et/ou un flux d'un troisième fluide de refroidissement,

- un circuit 110 fermé de circulation d'un flux d'un deuxième fluide de refroidissement, ledit fluide comportant au moins du méthane, ledit circuit comportant :

- au moins un étage, 111 et/ou 112, de compression du flux du deuxième fluide,

- au moins un étage, 115 et/ou 116, de séparation liquide-gaz du flux du deuxième fluide pour former une partie liquide et une partie gazeuse, au moins l'une des deux parties étant fournies à au moins un dit échangeur de chaleur et

- au moins un étage, 120, 121 et/ou 122, de détente du flux du deuxième fluide et

- un circuit 125 de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement à travers au moins un, voire deux, desdits échangeurs de chaleur.

Dans des modes de réalisation, le troisième fluide circulant dans le circuit 125 de circulation présente une température de circulation dans un échangeur inférieure à 90 K. Autrement dit, dans ces modes de réalisation, le troisième fluide de refroidissement refroidit le fluide cible à une température inférieure ou égale à 90 K dans un tel échangeur thermique.

Dans des modes de réalisation, le circuit 125 de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement ne comporte pas de turbine de détente (« turboexpander », en anglais). Notamment, la quantité de frigories produites dans le circuit fermé 110 du deuxième fluide réfrigérant de circulation est suffisante pour permettre d'éviter d'utiliser une turbine de détente circuit 125 de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement. Autrement dit, le circuit de circulation fermé 110 du deuxième fluide réfrigérant, comportant différents étages, est donc suffisamment efficace énergétiquement et permet ainsi de simplifier le circuit 125 de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement. Par ailleurs la présence d'une turbine de détente limite l'utilisation du troisième fluide à des plages de pression et température spécifiques, puisqu'un tel fluide doit rester sous forme gazeuse au cours de la détente afin de ne pas détériorer la turbine. Préférentiellement une telle limitation est à éviter dans le circuit 125 du troisième fluide puisque la partie liquide du troisième fluide participe à l'intensification des échanges thermiques dans un ou plusieurs échangeurs. De plus, une telle partie liquide du troisième fluide permet un refroidissement efficace du fluide cible à une température inférieure ou égale à 90 K.

Dans des modes de réalisation, le circuit de circulation 125 du flux du troisième fluide de refroidissement comporte un étage de détente. Un tel circuit de circulation 125 du flux du troisième fluide de refroidissement peut être fermé ou ouvert. Préférentiellement, un tel étage de détente ne comporte pas de turbine de détente (« turboexpander », en anglais).

Dans des modes de réalisation, l'étage de détente du circuit 125 de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement est une vanne Joule-Thompson. Encore plus préférentiellement, le flux du troisième fluide de refroidissement est diphasique, c'est-à-dire que le flux du troisième fluide de refroidissement comporte un mélange de liquide et de gaz, en aval de l'étage de détente.

On désigne par groupe 105 d'au moins deux échangeurs, 106, 107, 108 et/ou 136, de chaleur préférentiellement des échangeurs appartenant à un groupe de pré-refroidissement du fluide cible 101.

Le groupe 105 d'échangeurs est caractérisé par le fait qu'y interagissent, dans au moins un échangeur, 106, 107, 108 et/ou 136, le flux de fluide cible 101, le premier fluide 102 de refroidissement et le deuxième fluide de refroidissement. Ce groupe 105 d'échangeurs peut également, dans des variantes, être un lieu d'échanges entre les fluides susnommés et un troisième fluide de refroidissement.

Dans au moins un échangeur, 106, 107, 108 et/ou 136, du groupe 105 d'échangeurs, le premier fluide 102 de refroidissement présente une température inférieure à la température du fluide cible 101 traversant chaque dit échangeur, 106, 107, 108 et/ou 136.

Préférentiellement, chaque échangeur, 106, 107, 108 et 136, du groupe 105 d'échangeurs est traversé à la fois par le fluide cible 101 et par le premier fluide 102 de refroidissement. Le fluide cible 101 et le premier fluide 102 de refroidissement peuvent circuler à co-courant et/ou à contre-courant l'un de l'autre.

Le dispositif 100 de refroidissement peut comporter, de plus, une pluralité d'échangeurs de chaleur supplémentaires en aval du groupe 105 d'échangeurs de chaleur. Ces échangeurs de chaleur correspondent à la mise en œuvre ordinaire de l'étage de refroidissement d'un dispositif de liquéfaction du fluide cible 101.

Ainsi, comme on le comprend, dans des modes de réalisations tels que ceux représentés en figures 1 à 4, le fluide cible 101 traverse initialement le groupe 105 d'échangeurs de chaleur dans un étage de pré-refroidissement puis une succession d'au moins un échangeur de chaleur dans un étage de refroidissement.

En sortie de ces deux étages, le fluide cible 101 liquéfié peut être évacué ou inséré dans un étage de séparation gaz-liquide, la fraction liquide du fluide cible 101 étant évacuée et la fraction gazeuse du fluide cible 101 étant recirculée dans au moins l'un des échangeurs de l'étage de pré-refroidissement ou de refroidissement.

Un tel mécanisme est représenté en figures 1 à 4 sans être référencé.

Le premier fluide 102 réfrigérant peut traverser tout ou partie des échangeurs de chaleur traversés par le fluide cible 101, que ce soit dans le groupe 105 d'échangeurs ou dans au moins un échangeur positionné en amont ou en aval dudit groupe 105 d'échangeurs.

Les figures 1 à 4 présentent une variante dans laquelle le premier fluide 102 réfrigérant traverse tous les échangeurs traversés par le fluide cible 101.

Préférentiellement, le dispositif 100 comporte un circuit fermé de circulation du premier fluide 102 réfrigérant dans tout ou partie des échangeurs de chaleur du dispositif, dans le groupe 105 d'échangeurs, en amont et/ou en aval dudit groupe 105 d'échangeurs. Dans ces modes de réalisations, représentés en figure 1 à 4, le fluide réfrigérant 102 traverse les échangeurs dans un premier sens, à co-courant du fluide cible 101 puis à contre-courant de ce fluide cible 101 dans un deuxième sens.

Ce circuit fermé peut comporter des étapes intermédiaires de compression, de détente, de division ou de mélange du flux 102 du premier fluide réfrigérant, comme représenté en figures 1 à 4.

Le circuit 110 fermé de circulation d'un flux d'un deuxième fluide de refroidissement a pour objectif de contribuer au refroidissement, dans au moins un échangeur, 106, 107, 108 et/ou 136, de chaleur du groupe 105 d'échangeurs, du premier fluide 102 réfrigérant et/ou du fluide cible 101.

L'architecture exacte du circuit 110 dépend d'un compromis entre performance théorique et complexité du cycle.

Le nombre d'échangeurs est d'ailleurs lié au nombre de séparations, tout comme le nombre de détente est lié au nombre de séparations.

Un circuit avec une seule séparation (et donc deux échangeurs et deux détentes) est adapté si la composition du réfrigérant est adaptée et que les risques de cristallisation des espèces les plus lourdes à basse température sont limités. De même, certaines variantes ne mettent pas en œuvre de séparation. De telles variantes contraignent encore davantage la composition et la température la plus basse atteignable.

Ces deux variantes détériorent les performances du procédé en augmentant la consommation énergétique, mais simplifient les variantes du dispositif exposées en figures 1 à 4.

À l'inverse, avec une séparation en plus (donc quatre échangeurs et quatre détentes) diminue la consommation énergétique, mais complexifie le cycle.

Ce circuit 110 fermé comporte :

- au moins un étage, 111 et/ou 112, de compression du flux du deuxième fluide,
- au moins un étage, 115 et/ou 116, de séparation liquide-gaz du flux du deuxième fluide pour former une partie liquide et une partie gazeuse, au moins l'une des deux parties étant fournies à au moins un dit échangeur de chaleur et
- au moins un étage, 120, 121 et/ou 122, de détente du flux du deuxième fluide.

Au moins un étage, 111 et/ou 112, de compression ou un moyen 150 de compression est, par exemple, un turbocompresseur (« turbocompressor », en anglais), un compresseur mécanique ou alternatif.

Au moins un étage, 115 et/ou 116, de séparation liquide-gaz est, par exemple, une colonne de séparation.

Au moins un étage, 120, 121 et/ou 122, de détente est, par exemple, une vanne Joule-Tompson.

Comme on le comprend, les modes de réalisation de ce circuit 110 fermé sont nombreux.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, le circuit 110 fermé pour deuxième fluide réfrigérant comporte un étage 111 de compression du deuxième fluide réfrigérant en sortie d'un échangeur 106 de chaleur. Cet échangeur 106 de chaleur est, préférentiellement, le premier échangeur parcouru par le fluide cible 101 dans le groupe 105 d'échangeurs de chaleur.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, le circuit 110 fermé pour deuxième fluide réfrigérant comporte un étage 140 de séparation du deuxième fluide réfrigérant en sortie de l'étage 111 de compression.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, le circuit 110 fermé pour deuxième fluide réfrigérant comporte un étage 140 de séparation gaz-liquide du deuxième fluide réfrigérant en sortie de l'étage 111 de compression.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, le circuit 110 fermé pour deuxième fluide réfrigérant comporte un étage 112 de compression d'une partie gazeuse issue d'un étage 140 de séparation gaz-liquide.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, le circuit 110 fermé pour deuxième fluide réfrigérant comporte un moyen 150 de compression d'une partie liquide issue d'un étage 140 de séparation gaz-liquide.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, le circuit 110 fermé pour deuxième fluide réfrigérant comporte un moyen 155 de mélange d'une partie liquide comprimée issue d'un étage 112 de compression et d'une partie gazeuse comprimée issue d'un moyen 150 de compression.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, le circuit 110 fermé pour deuxième fluide réfrigérant comporte un étage 115 de séparation gaz-liquide du flux de deuxième réfrigérant issu d'un moyen 155 de mélange pour former une partie gazeuse et une partie liquide.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, la partie liquide du flux de deuxième réfrigérant issue de l'étage 115 de séparation gaz-liquide est fournie à un échangeur 106 de chaleur. Cet échangeur 106 de chaleur est, préférentiellement, le premier échangeur parcouru par le fluide cible 101 dans le groupe 105 d'échangeurs de chaleur.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, la partie liquide du flux de deuxième réfrigérant issue d'un échangeur 106 de chaleur est fournie à un étage 120 de détente puis injectée dans nouveau dans l'échangeur 106 avant d'être fournie à un étage 111 de compression.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, la partie gazeuse du flux de deuxième réfrigérant issue de l'étage 115 de séparation gaz-liquide est fournie à un échangeur 106 de chaleur. Cet échangeur 106 de chaleur est, préférentiellement, le premier échangeur parcouru par le fluide cible 101 dans le groupe 105 d'échangeurs de chaleur.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, le flux de deuxième réfrigérant issu d'un échangeur 106 de chaleur est fourni à un étage 116 de séparation liquide-gaz pour former une partie gazeuse et une partie liquide.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, la partie liquide du flux de deuxième réfrigérant issue de l'étage 116 de séparation gaz-liquide est fournie à un échangeur 107 de chaleur. Cet échangeur 107 de chaleur est, préférentiellement, le deuxième échangeur parcouru par le fluide cible 101 dans le groupe 105 d'échangeurs de chaleur.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, la partie liquide du flux de deuxième réfrigérant issue d'un échangeur 107 de chaleur est fournie à un étage 121 de détente puis injectée dans nouveau dans l'échangeur 107 de chaleur, puis optionnellement dans un échangeur 106 de chaleur, avant d'être fournie à un étage 111 de compression.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, la partie gazeuse du flux de deuxième réfrigérant issue de l'étage 116 de séparation gaz-liquide est fournie à un échangeur 107 de chaleur. Cet échangeur 107 de chaleur est, préférentiellement, le deuxième échangeur parcouru par le fluide cible 101 dans le groupe 105 d'échangeurs de chaleur.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, le flux de deuxième réfrigérant issu de l'échangeur 107 de chaleur est fourni à un troisième échangeur 108 de chaleur. Cet échangeur 108 de chaleur est, préférentiellement, le troisième échangeur parcouru par le fluide cible 101 dans le groupe 105 d'échangeurs de chaleur.

Dans certains modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 1, le flux de deuxième réfrigérant issu d'un échangeur 108 de chaleur est fourni à un étage 122 de détente puis injecté dans nouveau dans l'échangeur 108 de chaleur, puis optionnellement dans un échangeur 107 de chaleur et/ou puis dans un échangeur 106 de chaleur, avant d'être fourni à un étage 111 de compression.

Comme on le comprend, le schéma suivant peut être mis en œuvre de manière itérative :

- séparation gaz liquide du flux de deuxième fluide réfrigérant issu d'un échangeur de chaleur précédent ou d'une itération précédente,

- injection de la partie liquide dans un échangeur de chaleur traversé par le fluide cible 101, détente de la partie liquide en sortie de l'échangeur, réinjection dans l'échangeur puis transport, optionnellement à tout ou partie des échangeurs de chaleur précédents,

- injection de la partie gaz dans un échangeur de chaleur traversé par le fluide cible 101 et injection dans un étage de séparation de l'itération suivante.

La dernière étape, en fin d'itération du schéma, est marquée par l'absence de séparation en amont de l'injection dans un échangeur de chaleur.

Dans des modes de réalisation, tel que ceux représentés en figures 1 et 2, le dispositif, 100 ou 200, comporte un circuit 125 fermé de circulation d'un flux d'un troisième fluide de refroidissement à travers au moins deux des échangeurs, 106, 107, 108 et/ou 136, de chaleur, comportant :

- au moins un étage 130 de compression du flux du troisième fluide entre une sortie pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur et une entrée pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur et

- au moins un étage 135 de détente du flux du troisième fluide entre une sortie pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur et une entrée pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur.

Comme on le comprend, les modalités d'implémentation du circuit 125 fermé sont nombreuses. Ci-après, plusieurs modes de réalisation particuliers sont présentés.

Dans un premier mode de réalisation, représenté en figure 1, un étage 130 de compression est positionné à une extrémité du circuit 125 fermé, c'est-à-dire entre une sortie pour troisième fluide et une entrée pour troisième fluide d'un même échangeur 106 de chaleur.

Dans des modes de réalisation, tels que ceux représentés en figures 1 et 2 :

- le fluide cible 101 traverse successivement au moins un premier échangeur 106 de chaleur et un deuxième échangeur 108 de chaleur, ou préférentiellement le fluide cible 101 traverse successivement au moins un premier échangeur 106 de chaleur, un échangeur 107 de chaleur intermédiaire et un deuxième échangeur 108 de chaleur,

- le circuit 125 fermé de circulation du flux du troisième fluide de refroidissement traverse également au moins le premier échangeur 106 de chaleur et le deuxième échangeur 108 de chaleur, ou préférentiellement au moins un premier échangeur 106 de chaleur, un échangeur 107 de chaleur intermédiaire et un deuxième échangeur 108 de chaleur et

- au moins un étage 130 de compression du circuit fermé de circulation du flux du troisième fluide de refroidissement étant positionné entre une sortie pour troisième fluide du premier échangeur 106 de chaleur et une entrée pour troisième fluide comprimé dudit premier échangeur 106 de chaleur.

On désigne ici par « successivement » un enchainement direct ou indirect des étapes de traversées d'échangeurs, 106, 107, 108 et/ou 136, de chaleur par le troisième fluide refroidissant.

Dans ces modes de réalisation, au moins un étage 130 de compression est positionné à la jonction entre une traversée à co-courant et une traversée à contre-courant du troisième fluide réfrigérant.

Dans des modes de réalisation, tels que ceux représentés en figures 1 et 2 :

- le fluide cible 101 traverse successivement au moins un premier échangeur 106 de chaleur et un deuxième échangeur 108 de chaleur, ou préférentiellement le fluide cible 101 traverse successivement au moins un premier échangeur 106 de chaleur, un échangeur 107 de chaleur intermédiaire et un deuxième échangeur 108 de chaleur,

- le circuit 125 fermé de circulation du flux du troisième fluide de refroidissement traverse également le premier échangeur de chaleur et le deuxième échangeur de chaleur, ou préférentiellement au moins un premier échangeur 106 de chaleur, un échangeur 107 de chaleur intermédiaire et un deuxième échangeur 108 de chaleur et

- au moins un étage 135 de détente du circuit fermé de circulation du flux du troisième fluide de refroidissement étant positionné en aval du deuxième échangeur 108 de chaleur.

Dans ces modes de réalisation, au moins un étage 135 de détente est positionné à la jonction entre une traversée à co-courant et une traversée à contre-courant du troisième fluide réfrigérant.

Dans des modes de réalisation, tel que celui représenté en figure 2, le dispositif 200 comporte un échangeur 205 dédié de chaleur entre le flux du troisième fluide comprimé et au moins une partie du flux du troisième fluide issu de l'échangeur 136 supplémentaire de chaleur.

Dans ces modes de réalisation, le circuit 125 fermé comporte un séparateur 202 positionné en aval de l'étage 130 de compression et en amont du groupe 105 d'échangeurs de chaleur, le long du chemin parcouru par le troisième fluide réfrigérant. Ce séparateur 202 est configuré pour séparer une partie prédéterminée ou variable, selon une commande émise par un automate par exemple. La partie ainsi séparée est fournie à l'échangeur de chaleur 205 dédié de sorte à refroidir le flux de troisième fluide réfrigérant détendu issu de l'étage 135 de détente.

Le troisième fluide réfrigérant issu de l'échangeur de chaleur 205 dédié est fourni à un moyen 201 de mélange, dans lequel se mixent ledit fluide et la partie non fournie à l'échangeur de chaleur 205 dédié.

En sortie du moyen 201 de mélange, le troisième fluide réfrigérant est fourni à l'étage 135 de détente.

Dans des modes de réalisations, tels que ceux représentés en figures 3 et 4, le dispositif, 300 ou 400, comporte un circuit 305 ouvert de circulation d'un flux d'un troisième fluide de refroidissement à travers au moins l'échangeur 136 de chaleur.

Dans des modes de réalisations, tels que celui représenté en figure 3, le circuit 305 ouvert de circulation du flux du troisième fluide est configuré pour traverser au moins un des échangeurs, 106, 107, 108 et/ou 136, de chaleur du groupe 105 d'échangeurs de chaleur.

Dans des modes de réalisation, préférentiellement adaptés au mode de réalisation représenté en figure 1, le troisième fluide réfrigérant est un flux d'azote contraint par au moins l'une des conditions opératoires suivantes :

- une pression haute comprise entre 22 et 100 bara,
- une pression basse comprise entre 1 et 2,2 bara,
- un ratio massique d'azote sur fluide cible compris entre 1 et 8 et/ou
- une température en entrée dans au moins un échangeur de chaleur comprise entre 78 K et 88 K.

Dans des modes de réalisation, préférentiellement adaptés au mode de réalisation représenté en figure 1, le deuxième fluide réfrigérant est contraint par au moins l'une des conditions opératoires suivantes :

- une pression haute comprise entre 20 et 36 bara,
- une pression basse comprise entre 1 et 2 bara,
- un ratio massique d'azote sur fluide cible compris entre 17,5 et 28,
- une température en entrée du groupe d'échangeurs de chaleur comprise entre 86 K et 100 K,
- une température en entrée d'un échangeur intermédiaire du groupe d'échangeurs de chaleur comprise entre 166 K et 210 K et/ou
- une température en entrée d'un deuxième échangeur de chaleur du groupe d'échangeurs de chaleur comprise entre 95 K et 132 K.

Par exemple, dans des variantes, le flux de fluide 101 cible est composé d'hydrogène normal (25% de para-hydrogène et 75% d'orthohydrogène) à 21 bara, 298K (25°C) avec un débit massique de 0.116 kg/s. Le flux est d'abord refroidi à 90K (-183°C) par trois échangeurs de chaleur, 106, 107, 108 et 136. Le fluide cible 101 entre ensuite dans un premier échangeur de chaleur 136, catalytique par exemple, réalisant la première étape de la conversion ortho-para. Le flux de fluide cible 101 sort de la partie de pré-refroidissement à 80K (-193°C) et 48% de para-hydrogène. Dans la partie de refroidissement en aval, l'hydrogène d'alimentation atteint 26K (-247°C) et 98% de para-hydrogène à travers cinq échangeurs de chaleur catalytiques en série (non référencés). Le flux de fluide cible 101 est mélangé avec du gaz d'évaporation (traduit par « boil-off gas », en anglais) provenant de la dernière étape de la liquéfaction et entre dans le dernier échangeur de chaleur catalytique pour atteindre 22K (-251°C). À ce stade, l'hydrogène d'alimentation est à 22K (-251°C), 20 bara et 99% de para-hydrogène. L'étape finale de la liquéfaction est réalisée avec une vanne Joule-Thompson qui abaisse la pression à 2 bara. La partie liquide du flux (98%) sort du liquéfacteur et la partie gazeuse restante est liquéfiée.

La réalisation de la conversion de l'orthohydrogène en para-hydrogène au cours de la liquéfaction peut être réalisée de plusieurs manières et entraîne donc des variantes.

L'intérêt de l'utilisation d'un échangeur catalytique est de réaliser une première étape de la conversion dans le circuit de pré-refroidissement pour éviter de la faire dans le circuit de refroidissement.

On peut toutefois ne pas avoir d'échangeur catalytique et utiliser un réacteur dédié, ou même ne pas faire de conversion à cet endroit.

L'idée générale est de réaliser une étape de conversion et de dissiper la chaleur de conversion grâce au troisième réfrigérant, en particulier à l'aide d'un échangeur catalytique.

Dans des variantes, le circuit 102 de premier fluide réfrigérant est une boucle Claude à double pression et le réfrigérant utilisé est de l'hydrogène normal. Le fluide réfrigérant est d'abord comprimé à 29 bara par un compresseur multi-étage (non référencé). Le fluide est refroidi à 90 K (-183°C) dans trois échangeurs de chaleur, 106, 107, 108 et 136 par échange contre le flux de troisième fluide réfrigérant, puis refroidi à 80 K (-193°C) dans l'échangeur 136 par échange contre le flux de troisième fluide réfrigérant. Le premier fluide réfrigérant entre ensuite dans la section de refroidissement et est refroidi à 69 K (-204°C) dans le premier échangeur de chaleur de refroidissement (non référencé). Le réfrigérant est séparé, 89% du débit total est détendu à 18,5 bara et atteint 60K (-213°C). Le premier fluide réfrigérant est ensuite refroidi à 51K (-222°C) dans un échangeur de chaleur (non référencé) et est à nouveau détendu avec un détendeur à deux étages à 4,5 bara pour atteindre 31,5K (-241,5°C). À partir de ce point, le premier fluide réfrigérant est utilisé comme réfrigérant dans les quatre premiers échangeurs de chaleur de refroidissement (non référencés). La partie restante (11%) est refroidie à 26K à travers quatre échangeurs de chaleur (non référencés). Cette partie est ensuite détendue avec une vanne Joule-Thompson à 1,5 bara pour atteindre 22K. Le réfrigérant liquide refroidit le fluide cible 101 à 22K dans deux échangeurs de chaleur biphasiques (non référencé) et sept échangeurs de chaleur multi-flux, dont notamment le groupe 105 d'échangeurs de chaleur et l'échangeur 136. Les deux flux de réfrigérant à 4,5 et 1,5 bara sortent de la partie pré-refroidissement à température ambiante. Celui à basse pression est comprimé à 4,5 bara dans un premier compresseur (non référencé). Il est ensuite mélangé au flux à moyenne pression avant d'entrer dans le deuxième étage de compression (non référencé).

Le troisième fluide réfrigérant, par exemple de l'azote, refroidit le fluide 101 cible de 90 K (-183°C) à 80 K (-193°C). L'azote est d'abord comprimé de 1 bara à 40 bara par un compresseur à plusieurs étages 130. L'azote est ensuite refroidi à 90 K (-183°C) dans trois échangeurs de chaleur, 106, 107, 108 et 136. L'azote est ensuite partiellement liquéfié à l'aide d'une vanne Joule-Thompson pour atteindre 78 K (-195°C) et l'azote fonctionne dans l'échangeur 106 de chaleur comme réfrigérant principal. La puissance froide restante de l'azote est utilisée dans les échangeurs de chaleur de pré-refroidissement, 106, 107, 108 et 136.

Dans des variantes, le deuxième fluide réfrigérant comporte un mélange de cinq composants dont les pourcentages molaires, par rapport à la quantité de matière totale du mélange des cinq composants, sont les suivants : R728 (azote), entre 4 et 14%, R50 (méthane) entre 26,4 et 40%, R1150 (éthylène) entre 14,9 et 36,4%, R290 (propane) entre 21,5 et 35% et R600 (butane) entre 14,8 et 25%. Ces réfrigérants ont des points d'ébullition différents allant de 78K (-195°C) à 261K (-12°C) à la pression atmosphérique, ce qui rend le deuxième fluide réfrigérant partiellement liquide pendant la majeure partie du processus.

Le deuxième fluide réfrigérant est d'abord comprimé de 1 bara à 11 bara par un étage de compression 111. A 11 bara une fraction liquide apparaît (environ 10%) après le refroidissement intermédiaire à la température ambiante, les phases sont séparées et la partie gazeuse termine sa compression dans un compresseur 112 tandis que la partie liquide la termine dans une pompe 150. L'utilisation d'une pompe permet une réduction de la puissance de compression et donc une réduction de la consommation d'énergie de l'installation. Les flux comprimés sont ensuite mélangés et les phases

sont à nouveau séparées. La partie liquide (30%) est refroidie à 182K (-91°C) dans le premier échangeur 106 de chaleur et détendue avec une vanne Joule-Thompson à 1 bara. La partie gazeuse (80%) est refroidie à 182K (-91°C) dans le premier échangeur 106 de chaleur et les phases sont séparées une fois de plus. La partie liquide (73%) est refroidie à 115K (-158°C) dans l'échangeur 107 de chaleur intermédiaire et détendue à 1 bara avec une vanne Joule-Thompson. La partie gazeuse (27%) est refroidie à 90K (-183°C) dans deux échangeurs de chaleur, 107 et 108, avant d'être détendue dans une vanne Joule-Thompson à 1 bara et de fournir sa puissance froide dans l'échangeur 108 de chaleur. Les deux flux précédents sont mélangés et fournissent de la puissance froide dans à l'échangeur 107 de chaleur. Enfin, les deux flux restants sont mélangés, fournissent de la puissance froide dans le premier échangeur 106 de chaleur et sont fournis à l'étage 111 de compression.

On observe, en figure 5, schématiquement, une succession d'étapes particulière du procédé 500 objet de la présente invention. Ce procédé 500 de refroidissement d'un flux d'un fluide cible à une température inférieure ou égale à 90 K, comporte :

- une étape 505 de traversée, par le flux de fluide cible, d'un groupe d'au moins deux échangeurs de chaleur entre le flux de fluide cible, un flux d'un premier fluide de refroidissement et un flux d'un troisième fluide de refroidissement,
- une étape 506 de circulation d'un flux d'un troisième fluide de refroidissement à travers au moins deux desdits échangeurs de chaleur et
- une étape 510 de circulation en circuit fermé d'un flux d'un deuxième fluide de refroidissement, ledit fluide comportant au moins du méthane, ladite étape de circulation comportant :
  - au moins une étape 515 de compression du flux du deuxième fluide,
  - au moins une étape 520 de séparation liquide-gaz du flux du deuxième fluide pour former une partie liquide et une partie gazeuse, au moins l'une des deux parties étant fournies à au moins un dit échangeur de chaleur et
  - au moins une étape 525 de détente du flux du deuxième fluide.

Ce procédé est décrit, mutatis mutandis, dans différents modes de réalisations et variantes, en regard du dispositif, 100, 200, 300 et/ou 400, illustrés en figures 1 à 4.

On observe, en figure 6, schématiquement, une succession d'étapes particulière du sous-procédé 600 objet de la présente invention. Ce sous-procédé 600 décrit un mode de réalisation particulier des interactions de premier fluide réfrigérant avec d'autres composants d'un dispositif, 100, 200, 300 ou 400, objet de la présente invention.

Ce sous-procédé 600 comporte :

- une étape 605 de compression du premier fluide réfrigérant à basse pression,
- une étape 610 de mélange du premier fluide réfrigérant comprimé et du premier fluide réfrigérant à moyenne pression,
- une étape 615 de compression du mélange du premier fluide réfrigérant,
- une étape 620 de refroidissement du premier fluide réfrigérant comprimé par échange de chaleur, dans le groupe 105 d'échangeurs, avec le deuxième fluide réfrigérant, pour atteindre une température comprise entre 90 K et 120 K,

- une étape 625 de refroidissement du premier fluide réfrigérant comprimé par échange de chaleur, dans un échangeur 136 de chaleur, avec le troisième fluide réfrigérant, pour atteindre une température comprise entre 78 K et 90 K,

- une étape 630 de refroidissement du premier fluide réfrigérant dans un troisième échangeur de chaleur,

- une étape 635 de séparation du flux de premier fluide réfrigérant en un flux à basse pression et un flux à basse pression,

- puis, d'une part :

- une étape 640 de refroidissement du flux de premier fluide réfrigérant à basse pression dans un ensemble d'échangeurs de refroidissement,

une étape 645 de détente du flux de premier fluide réfrigérant à basse pression,

- une étape 650 de refroidissement de fluides chauds dans au moins un échangeur du dispositif par le premier fluide réfrigérant,

- une étape 655 de circulation du premier fluide réfrigérant à basse pression vers l'étape 605 de compression,

- et, d'autre part :

- une étape 660 de détente du flux de premier fluide réfrigérant à moyenne pression issu de l'étape 635 de séparation,

- une étape 665 de refroidissement du premier fluide réfrigérant à moyenne pression détendu,

- une étape 670 de détente du flux de premier fluide réfrigérant à moyenne pression issu de l'étape 665 de refroidissement,

- une étape 675 de refroidissement de fluides chauds dans au moins un échangeur du dispositif par le premier fluide réfrigérant et

- une étape 680 de circulation du premier fluide réfrigérant à moyenne pression vers l'étape 610 de mélange.

On observe, en figure 7, schématiquement, une succession d'étapes particulière du sous-procédé 700 objet de la présente invention. Ce sous-procédé 700 décrit un mode de réalisation particulier des interactions de troisième fluide réfrigérant avec d'autres composants d'un dispositif, 100, 200, 300 ou 400, objet de la présente invention.

Ce sous-procédé 700 comporte :

- une étape 705 de compression du troisième fluide réfrigérant,

- une étape 710 de refroidissement du troisième fluide réfrigérant dans le groupe 105 d'échangeurs de chaleur,

- une étape 715 de détente du troisième fluide réfrigérant refroidi,

- une étape 720 de refroidissement des fluides chauds, par le troisième réfrigérant, dans le groupe 105 d'échangeurs de chaleur et dans un échangeur 136 et

- une étape 725 de circulation du troisième fluide réfrigérant jusqu'à l'étape 705 de compression.

Dans une variante, l'étape 720 est réalisée uniquement dans l'échangeur 136.

On observe, en figure 8, schématiquement, une succession d'étapes particulière du sous-procédé 800 objet de la présente invention. Ce sous-procédé 800 décrit un mode de réalisation

particulier des interactions de deuxième fluide réfrigérant avec d'autres composants d'un dispositif, 100, 200, 300 ou 400, objet de la présente invention.

Ce sous-procédé 800 comporte :

- une étape 805 de compression du deuxième fluide réfrigérant,
- une étape 810 de séparation du deuxième fluide réfrigérant en une phase liquide et une phase gazeuse,
- une étape 815 de compression de la phase liquide du deuxième fluide réfrigérant,
- une étape 820 de compression de la phase gazeuse du deuxième fluide réfrigérant,
- une étape 825 de mélange des phases gazeuse et liquide comprimées du deuxième fluide réfrigérant,
- une étape 830 de séparation du deuxième fluide réfrigérant en une partie liquide et une partie gazeuse,
- puis, d'une part :
- une étape 835 de refroidissement de la partie liquide, du deuxième fluide réfrigérant, issue de l'étape 830 de séparation,
- une étape 840 de détente de la partie liquide du deuxième fluide réfrigérant refroidie,
- et, d'autre part :
- une étape 860 de refroidissement de la partie gazeuse, du deuxième fluide réfrigérant, issue de l'étape 830 de séparation,
- une étape 865 de séparation du deuxième fluide réfrigérant issu de l'étape 860 de refroidissement en une partie liquide et une partie solide,
- puis, d'une part :
- une étape 870 de refroidissement de la partie liquide du deuxième fluide réfrigérant et
- une étape 871 de détente de la partie liquide refroidie,
- et, d'autre part :
- une étape 875 de refroidissement de la partie gazeuse du deuxième fluide réfrigérant,
- une étape 876 de détente de la partie gazeuse refroidie et
- une étape 877 de refroidissement des fluides chauds, par le deuxième fluide réfrigérant issu de l'étape 876 de détente, dans les échangeurs, 107 et 108,
- une étape 880 de mélange des parties liquides et solides issues des étapes 871 de détente et 877 de refroidissement,
- une étape 885 de refroidissement des fluides chauds, par le deuxième fluide réfrigérant, dans l'échangeur 107 intermédiaire et
- une étape 890 de circulation du deuxième fluide réfrigérant issu de l'étape 885 de refroidissement vers une étape 845 de mélange,
- l'étape 845 de mélange des flux issus d'une part de l'étape 840 de détente et de l'étape 890 de circulation,
- une étape 850 de refroidissement des fluides chauds, par le deuxième fluide réfrigérant, dans le premier échangeur 106 et

- une étape 855 de circulation du deuxième fluide réfrigérant issu de l'étape 850 de refroidissement vers l'étape 805 de compression.

REVENDICATIONS

1. Dispositif (100, 200, 300, 400) de pré-refroidissement d'un flux (101) d'un gaz cible à une température inférieure ou égale à 90 K, caractérisé en ce qu'il comporte :

- un groupe (105) d'au moins deux échangeurs (106, 107, 108, 136) de chaleur entre le flux de gaz cible, un flux (102) d'un premier fluide de refroidissement et au moins un flux parmi un flux d'un deuxième fluide de refroidissement et un flux d'un troisième fluide de refroidissement,

le gaz cible en aval du groupe d'échangeurs restant sous forme gazeuse,

- un circuit (110) fermé de circulation d'un flux d'un deuxième fluide de refroidissement, ledit fluide comportant au moins du méthane, ledit circuit comportant :

- au moins un étage (111, 112) de compression du flux du deuxième fluide,

- au moins un étage (115, 116) de séparation liquide-gaz du flux du deuxième fluide pour former une partie liquide et une partie gazeuse, au moins l'une des deux parties étant fournies à au moins un dit échangeur de chaleur et

- au moins un étage (120, 121, 122) de détente du flux du deuxième fluide et

- un circuit (125, 305) de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement à travers au moins un desdits échangeurs de chaleur, ledit circuit ne comportant pas de turbine de détente, ledit troisième fluide présentant une température de circulation dans ledit échangeur inférieure à 90K,

lesdits circuits de circulation de chaque fluide de refroidissement étant distincts.

2. Dispositif (100, 200) selon la revendication 1, dans lequel le circuit (125) de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement comporte au moins un étage (135) de détente du flux du troisième fluide, l'étage de détente comportant une vanne de Joule-Thompson, en amont dudit au moins un échangeur thermique.

3. Dispositif (100, 200) selon la revendication 2, dans lequel le circuit (125, 305) de circulation du flux du troisième fluide est configuré pour que le troisième fluide de refroidissement comporte un mélange de liquide et de gaz en aval de l'étage (135) de détente.

4. Dispositif (100, 200, 400) selon l'une des revendications 1 à 3, dans lequel le circuit (125) de circulation du flux du troisième fluide est configuré pour traverser au moins deux des échangeurs (106, 107, 108, 136) de chaleur du groupe (105) d'échangeurs de chaleur.

5. Dispositif (100, 200) selon l'une des revendications 2 ou 3 et selon la revendication 4, dans lequel le circuit (125) de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement comporte l'étage (135) de détente du flux du troisième fluide entre une sortie pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur (108) parmi les deux desdits échangeurs de chaleur et une entrée pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur (136) parmi les deux desdits échangeurs de chaleur.

6. Dispositif (100, 200) selon l'une des revendications 4 ou 5, dans lequel le circuit (125) de circulation d'un flux du troisième fluide de refroidissement comporte au moins un étage (130) de compression du flux du troisième fluide entre une sortie pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur (136) parmi les deux desdits échangeurs de chaleur et une entrée pour troisième fluide d'un échangeur de chaleur (106) parmi les deux desdits échangeurs de chaleur.

7. Dispositif (200) selon la revendication 6, qui comporte un échangeur (205) dédié de chaleur entre le flux du troisième fluide comprimé et au moins une partie du flux du troisième fluide issu d'un échangeur (136) de chaleur.

8. Dispositif (100, 200) selon l'une des revendications 1 à 7, dans lequel le circuit (125) de circulation d'un flux est un circuit (125) fermé de circulation d'un flux d'un troisième fluide de refroidissement.

9. Dispositif (300, 400) selon l'une des revendications 1 à 7, dans lequel le circuit (305) de circulation d'un flux d'un troisième fluide est un circuit ouvert de circulation d'un flux d'un troisième fluide de refroidissement à travers au moins un échangeur (136) de chaleur.

10. Dispositif (100, 200, 300, 400) selon l'une des revendications 1 à 9, dans lequel le flux de troisième fluide de refroidissement est un flux d'azote.

11. Dispositif (100, 200, 300, 400) selon la revendication 10, dans lequel le circuit de circulation du flux d'azote est configuré pour que le flux d'azote soit contraint par au moins l'une des conditions opératoires suivantes :

- une pression haute comprise entre 22 et 100 bara,
- une pression basse comprise entre 1 et 2,2 bara,
- un ratio massique d'azote sur fluide cible compris entre 1 et 8 et/ou
- une température en entrée dans au moins un échangeur de chaleur comprise entre 78 K et 88 K.

12. Dispositif (100, 200, 300, 400) selon l'une des revendications 1 à 11, dans lequel le flux de troisième fluide de refroidissement présente une température de liquéfaction à pression atmosphérique inférieure ou égale à la température de liquéfaction à pression atmosphérique du deuxième fluide de refroidissement

13. Dispositif (100, 200, 300, 400) selon l'une des revendications 1 à 12, dans lequel :

- un circuit de fluide cible (101) traverse successivement un premier échangeur (106) de chaleur et un deuxième échangeur (108) de chaleur du groupe (105),
- le circuit (110) fermé de circulation du flux du deuxième fluide de refroidissement traverse également le premier échangeur de chaleur et le deuxième échangeur de chaleur et

- au moins un étage (115) de séparation liquide-gaz du flux du deuxième fluide est positionné en amont du premier échangeur de chaleur, au moins l'une des parties liquide et gazeuse étant fournies au dit premier échangeur de chaleur.

14. Dispositif (100, 200, 300, 400) selon l'une des revendications 1 à 13, dans lequel :

- le groupe (105) d'échangeurs de chaleur comporte un échangeur (107) de chaleur intermédiaire,

- un circuit de fluide cible traverse successivement un premier échangeur (106) de chaleur du groupe (105), l'échangeur de chaleur intermédiaire et un deuxième échangeur (108) de chaleur du groupe (105),

- le circuit (110) fermé de circulation du flux du deuxième fluide de refroidissement traverse également le premier échangeur de chaleur, l'échangeur de chaleur intermédiaire de chaleur et le deuxième échangeur de chaleur et

- au moins un étage (116) de séparation liquide-gaz du flux du deuxième fluide est positionné en aval du premier échangeur de chaleur et amont de l'échangeur de chaleur intermédiaire, au moins l'une des parties liquide et gazeuse étant fournies au dit échangeur de chaleur intermédiaire.

15. Dispositif (100, 200, 300, 400) selon l'une des revendications 1 à 14, qui comporte, en aval d'un étage (111) de compression du deuxième fluide de refroidissement :

- un étage (140) de séparation liquide-gaz du deuxième fluide de refroidissement pour former une partie gaz et une partie liquide,

- un moyen (112) de compression de la partie gazeuse,

- un moyen (150) de compression de la partie liquide et

- un moyen (155) de mélange de la partie gazeuse comprimée et de la partie liquide comprimée.

16. Dispositif (100, 200, 300, 400) selon l'une des revendications 1 à 15, dans lequel le circuit de circulation du deuxième fluide réfrigérant est configuré pour que le flux de deuxième fluide réfrigérant soit contraint par au moins l'une des conditions opératoires suivantes :

- une pression haute comprise entre 20 et 36 bara,

- une pression basse comprise entre 1 et 2 bara,

- un ratio massique d'azote sur fluide cible compris entre 17,5 et 28,

- une température en entrée du groupe d'échangeurs de chaleur comprise entre 86 K et 100 K,

- une température en entrée d'un échangeur intermédiaire du groupe d'échangeurs de chaleur comprise entre 166 K et 210 K et/ou

- une température en entrée d'un deuxième échangeur de chaleur du groupe d'échangeurs de chaleur comprise entre 95 K et 132 K.

17. Dispositif (100, 200, 300, 400) selon l'une des revendications 1 à 16, dans lequel le flux (101) de fluide cible est un flux d'hydrogène et/ou d'hélium.

18. Dispositif (100, 200, 300, 400) selon l'une des revendications 1 à 17, dans lequel le flux de premier fluide réfrigérant est un flux comportant au moins ou constitué :

- de dihydrogène,
- de néon, d'hélium ou d'un mélange de néon et d'hélium où
- d'un mélange de néon, d'hélium et de dihydrogène.

19. Dispositif (100, 200, 300, 400) selon l'une des revendications 1 à 18, dans lequel le flux de deuxième fluide réfrigérant est un flux comportant ou constitué d'un mélange parmi :

- un mélange d'azote, de méthane, d'éthylène ou d'éthane, de propane ou de propène et de n-butane ou de i-butane ou de but-1-ène,
- un mélange de méthane, d'éthylène ou d'éthane, de propane ou de propène et de n-butane ou de i-butane ou de but-1-ène et
- un mélange d'azote, de méthane, d'éthylène ou d'éthane, de propane ou de propène, de n-butane ou de i-butane ou de but-1-ène et de n-pentane ou de i-pentane.

20. Dispositif (100, 200, 300, 400) selon l'une des revendications 1 à 19, dans lequel le flux de deuxième fluide réfrigérant est constitué, en pourcentage molaire, de :

- 4% à14% d'azote,
- 26,4% à 40% de méthane,
- 14.9 % à 36.4 % d'éthylène,
- 21.5 % à 35 % de propane et
- 14.8 % à 25 % de butane.

21. Procédé (500) de pré-refroidissement d'un flux d'un gaz cible à une température inférieure ou égale à 90 K, caractérisé en ce qu'il comporte :

- une étape (505) de traversée, par le flux de gaz cible, d'un groupe d'au moins deux échangeurs de chaleur entre le flux de gaz cible, un flux d'un premier fluide de refroidissement et au moins un flux parmi un flux d'un deuxième fluide de refroidissement et un flux d'un troisième fluide de refroidissement,
- une étape (506) de circulation d'un flux d'un troisième fluide de refroidissement à travers au moins un desdits échangeurs de chaleur, ladite étape de circulation ne comportant pas d'étape de détente réalisée par une turbine de détente, ledit troisième fluide présentant une température de circulation dans ledit échangeur inférieure à 90K et
- une étape (510) de circulation en circuit fermé d'un flux d'un deuxième fluide de refroidissement, ledit fluide comportant au moins du méthane, ladite étape de circulation comportant :
- au moins une étape (515) de compression du flux du deuxième fluide,
- au moins une étape (520) de séparation liquide-gaz du flux du deuxième fluide pour former une partie liquide et une partie gazeuse, au moins l'une des deux parties étant fournies à au moins un dit échangeur de chaleur et
- au moins une étape (525) de détente du flux du deuxième fluide.