

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 952 415 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication: 27.10.1999 Bulletin 1999/43

(51) Int Cl.6: F25J 3/02, F25J 3/04

(21) Numéro de dépôt: 99400957.9

(22) Date de dépôt: 20.04.1999

(84) Etats contractants désignés: AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC NL PT SE
Etats d'extension désignés: AL LT LV MK RO SI

(72) Inventeurs: De Bussy, François 75012 Paris (FR); Staine, Frédéric 94510 La Queue en Brie (FR); Saulnier, Bernard 92700 Colombes (FR)

(30) Priorité: 21.04.1998 FR 9804972; 22.12.1998 FR 9816245

(74) Mandataire: Le Moenner, Gabriel et al L'Air Liquide S.A., DSPI, Service Brevets et Marques, 75 Quai d'Orsay 75321 Paris Cedex 07 (FR)

(71) Demandeur: L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE 75007 Paris (FR)

(54) Procédé et installation de distillation d'air avec production variable d'argon

(57) Procédé de distillation d'air avec production d'argon au moyen d'une installation (1) de distillation d'air comprenant un appareil (2) de distillation d'air, notamment à double colonne, et au moins une colonne (3) de production d'argon impur, l'installation étant dimensionnée pour fournir de l'argon avec un rendement nominal pn d'extraction d'argon en sortie de la colonne (3)

de production d'argon impur. Pour des besoins en production d'argon réduits correspondant à un rendement nécessaire p d'extraction d'argon en sortie de la colonne de production d'argon impur, avec p ≤ po ≤ pn où po est un rendement optimal prédéterminé, on maintient le rendement d'extraction d'argon en sortie de la colonne de production d'argon impur sensiblement à la valeur po.

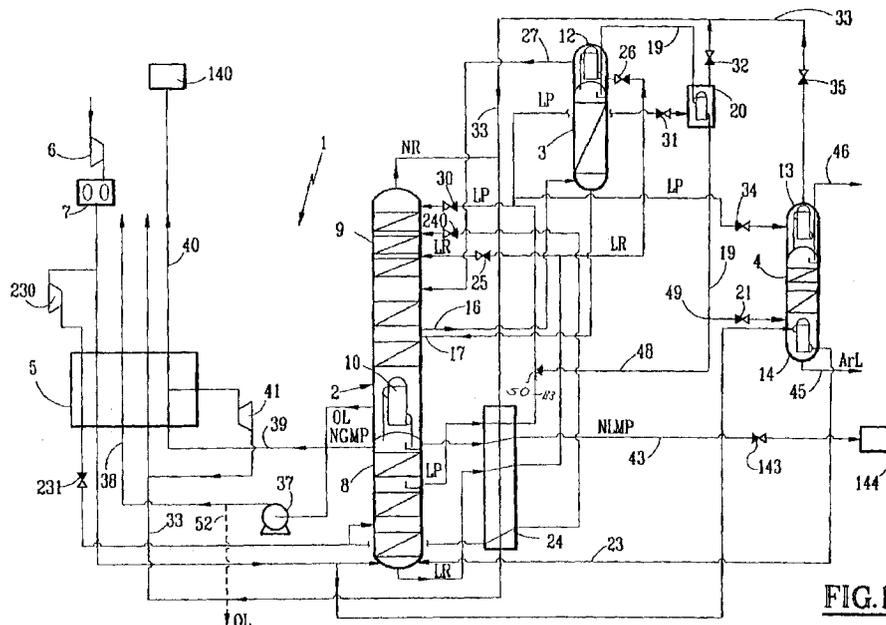


FIG.1

EP 0 952 415 A1

## Description

**[0001]** L'invention concerne un procédé de distillation d'air avec production d'argon au moyen d'une installation de distillation d'air comprenant un appareil de distillation d'air et au moins une colonne de production d'argon impur, l'installation étant destinée à fournir de l'argon avec un rendement nominal  $p_n$  d'extraction d'argon en sortie de ladite colonne de production d'argon impur.

**[0002]** L'invention s'applique en particulier à la production d'argon au moyen d'installations de distillation d'air à double colonne de distillation.

**[0003]** Dans une telle installation à double colonne de distillation d'air, on prélève généralement de l'azote moyenne pression en tête de la colonne moyenne pression de la double colonne. On utilise cet azote moyenne pression, généralement après détente dans une turbine, comme source frigorifique, notamment pour refroidir l'air à distiller. Ainsi, on peut récupérer une partie de l'énergie frigorifique apportée à l'air à distiller et donc limiter les coûts de fonctionnement d'une telle installation.

**[0004]** Une telle installation est dimensionnée pour répondre à des besoins nominaux de production d'argon, avec un rendement nominal  $p_n$  d'extraction d'argon en sortie de la colonne de production d'argon impur, dite colonne de mixture. On cherche généralement à avoir un rendement  $p_n$  maximal.

**[0005]** Jusqu'à présent, lorsque les besoins en production d'argon diminuent, par exemple dans les périodes de moindre charge d'une installation consommatrice ou lorsque des stockages à remplir sont pleins, on diminue de manière correspondante le rendement  $p$  d'extraction d'argon en sortie de la colonne de production d'argon impur pour satisfaire au plus juste à ces besoins réduits en production d'argon.

**[0006]** L'invention a pour but de fournir un procédé de distillation d'air avec production d'argon permettant d'optimiser les coûts de fonctionnement lorsque les besoins en production d'argon sont inférieurs aux besoins nominaux.

**[0007]** A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de distillation d'air avec production d'argon au moyen d'une installation de distillation d'air comprenant un appareil de distillation d'air et au moins une colonne de production d'argon impur, l'installation étant dimensionnée pour fournir de l'argon avec un rendement nominal  $p_n$  d'extraction d'argon en sortie de ladite colonne de production d'argon impur, caractérisé en ce que pour des besoins en production d'argon réduits correspondant à un rendement nécessaire  $p$  d'extraction d'argon en sortie de la colonne de production d'argon impur, avec  $p \leq p_o \leq p_n$  où  $p_o$  est un rendement optimal prédéterminé, on maintient le rendement d'extraction d'argon en sortie de la colonne de production d'argon impur sensiblement à la valeur  $p_o$ .

**[0008]** Selon des modes particuliers de réalisation, le procédé peut comprendre une ou plusieurs des caractéristiques suivantes, prises isolément ou selon toutes les combinaisons techniquement possibles :

- on utilise l'argon extrait en excès par rapport au rendement d'extraction nécessaire  $p$  comme source frigorifique dans l'installation de distillation d'air, par exemple pour refroidir l'air à distiller ;
- on soutire au moins en partie ledit excès d'argon sous forme gazeuse et/ou liquide en tête de la colonne de production d'argon impur, et on envoie cette partie soutirée vers au moins un échangeur de chaleur de l'installation ou vers l'appareil de distillation d'air ;
- on mélange ladite partie soutirée au moins partiellement avec un fluide résiduaire soutiré d'une des colonnes de l'installation avant de l'envoyer vers ledit échangeur de chaleur ;
- on mélange ladite partie soutirée au moins partiellement avec un fluide destiné à une des colonnes de l'installation
- l'installation comprenant également une colonne de production d'argon à peu près pur par déazotation raccordée à ladite colonne de production d'argon impur, on soutire au moins une partie de l'excès d'argon sous forme gazeuse et/ou liquide en cuve ou en tête de la colonne de production d'argon pur, et on envoie cette partie soutirée vers au moins un échangeur de chaleur de l'installation ou vers l'appareil de distillation d'air ;
- l'appareil de distillation d'air comprenant une double colonne comprenant elle-même une colonne moyenne pression, une colonne basse pression et un vaporiseur-condenseur de mise en relation d'échange thermique de la tête de la colonne moyenne pression avec la cuve de la colonne basse pression, on soutire de l'azote moyenne pression depuis la tête de la colonne moyenne pression,  $p_o$  est le rendement pour lequel on peut soutirer un débit maximal  $D(p_o)$  d'azote moyenne pression, et pour un rendement d'extraction nécessaire  $p$  inférieur à  $p_o$  on soutire un débit d'azote moyenne pression supérieure à  $D(p)$  ;
- pour un rendement d'extraction nécessaire  $p$  inférieur à  $p_o$ , on soutire le débit maximal  $D(p_o)$  d'azote moyenne pression ;
- on utilise l'azote moyenne pression soutiré comme source frigorifique dans l'installation en l'envoyant, notamment après détente dans une turbine, dans un échangeur de chaleur de l'installation, par exemple pour refroidir l'air à distiller ;
- l'appareil de distillation d'air comprenant une double colonne comprenant elle-même une colonne moyenne pression, une colonne basse pression et un vaporiseur-condenseur de mise en relation d'échange thermique de la tête de la colonne moyenne pression avec la cuve de la colonne basse pression, on soutire de l'azote moyenne

pression depuis la tête de la colonne moyenne pression,  $p_0$  est le rendement pour lequel on peut détendre un débit maximal  $D'(p_0)$  d'air à la basse pression, avec production de travail extérieur, en vue de l'insuffler dans la colonne basse pression, et pour un rendement d'extraction nécessaire  $\rho$  inférieur à  $p_0$  on détend à la basse pression, avec production de travail extérieur, un débit d'air supérieur à  $D'(p_0)$ , et notamment égal à  $D'(p_0)$ .

5 **[0009]** L'invention a également pour objet une installation pour la mise en oeuvre du procédé tel que défini ci-dessus, caractérisée en ce qu'elle comprend un appareil de distillation d'air, au moins une colonne de production d'argon impur, un échangeur de chaleur, notamment traversé par une ligne d'amenée d'air à distiller, et au moins une conduite de dérivation pour envoyer au moins une partie en excès de l'argon extrait vers ledit échangeur de chaleur.

10 **[0010]** Selon des modes particuliers de réalisation, l'installation peut comprendre l'une ou plusieurs des caractéristiques suivantes, prises isolément ou selon toutes les combinaisons techniquement possibles :

- une entrée de ladite conduite de dérivation est raccordée à une sortie d'argon liquide ou gazeux de la tête de la colonne de production d'argon impur ;
- 15 - l'installation comprend une colonne de production d'argon à peu près pur raccordée à la colonne de production d'argon impur, et une entrée de ladite conduite de dérivation est raccordée à une sortie de gaz ou de liquide de la cuve ou de la tête de la colonne de production d'argon à peu près pur ;
- ladite conduite de dérivation est reliée à une sortie de fluide résiduaire d'une des colonnes de l'installation pour mélanger un fluide résiduaire avec l'argon canalisé dans ladite conduite de dérivation ;
- 20 - ladite conduite de dérivation est reliée à une entrée de fluide d'une des colonnes de l'installation pour mélanger le fluide avec l'argon canalisé dans ladite conduite de dérivation ;
- l'appareil de distillation comprend une double colonne de distillation comprenant elle-même une colonne moyenne pression, une colonne basse pression et un vaporiseur-condenseur de mise en relation d'échange thermique de la tête de la colonne moyenne pression et de la cuve de la colonne basse pression, la tête de la colonne moyenne
- 25 pression présente une sortie d'azote moyenne pression, et une conduite relie ladite sortie d'azote moyenne pression à un échangeur de chaleur de l'installation, qui est notamment traversé par une conduite d'amenée d'air à distiller ;
- ladite conduite est munie d'une turbine de détente de l'azote moyenne pression soutiré ; et
- l'installation comprend une turbine d'insufflation d'air épuré dans la colonne basse pression.

30 **[0011]** L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui va suivre, donnée uniquement à titre d'exemple, et faite en se référant aux dessins annexés sur lesquels :

- la figure 1 est une vue schématique d'une installation de distillation d'air avec production d'argon selon l'invention,
- 35 - la figure 2 est une vue partielle agrandie d'une variante de l'installation de la figure 1, illustrant le voisinage de la colonne de production d'argon impur,
- la figure 3 est une vue analogue à la figure 1, illustrant un deuxième mode de réalisation d'une installation de distillation d'air selon l'invention et,
- la figure 4 est une vue partielle schématique d'un autre mode de réalisation d'une installation de distillation d'air
- 40 selon l'invention

**[0012]** la figure 5 est une vue analogue à la figure 1, illustrant un troisième mode de réalisation d'une installation de distillation d'air selon l'invention et

45 **[0013]** la figure 6 est une vue analogue à la figure 3, illustrant un quatrième mode de réalisation d'une installation de distillation d'air selon l'invention,

**[0014]** La figure 1 illustre une installation 1 de distillation d'air avec production d'argon. Cette installation 1 comprend essentiellement une double colonne 2 de distillation d'air, une colonne 3 de production d'argon impur dite colonne de mixture, une colonne 4 de production d'argon pur dite colonne de déazotation, une ligne principale d'échange thermique 5, un compresseur principal d'air à distiller 6 et un appareil d'épuration d'air à distiller 7.

50 **[0015]** La double colonne 2 comprend une colonne moyenne pression 8, fonctionnant sous une moyenne pression par exemple de 6 bars absolus, une colonne basse pression 9, fonctionnant sous une basse pression inférieure à la moyenne pression, par exemple une pression légèrement supérieure à 1 bar absolu, et un vaporiseur-condenseur principal 10.

55 **[0016]** La colonne 3 de production d'argon impur comprend un condenseur de tête 12 pour condenser partiellement l'argon impur de tête de la colonne 3.

**[0017]** La colonne 4 de production d'argon pur comprend un condenseur de tête 13 et un vaporiseur de cuve 14.

**[0018]** Une conduite de gaz 16, dite de piquage argon relie un point intermédiaire de la colonne basse pression 9 à la cuve de la colonne 3 de production d'argon impur, du fond de laquelle une conduite de retour de liquide 17 rejoint

la colonne 9, à peu près au même niveau que la conduite 16.

**[0019]** Une conduite de gaz 19 relie une sortie du condenseur de tête 12 de la colonne 3 à un niveau intermédiaire de la colonne 4 de production d'argon à peu près pur. Cette conduite soutire la partie non-condensée dans le condenseur 12 de l'argon impur de tête de la colonne 3. Cette conduite 19 traverse successivement depuis la colonne 3, un

échangeur de chaleur 20, pour condenser l'argon impur gazeux, et une vanne de détente 21, pour détendre cet argon impur condensé.

**[0020]** L'air gazeux à distiller, comprimé par le compresseur 6 et épuré en eau et en CO<sub>2</sub>, par exemple par adsorption, dans l'appareil 7, est divisé en deux flux primaires. Le premier flux primaire d'air est refroidi dans la ligne principale d'échange thermique 5 puis divisé en deux flux secondaires. Le premier flux secondaire est injecté en cuve de la colonne moyenne pression au voisinage de son point de rosée. Le deuxième flux secondaire est envoyé vers le vaporiseur 14 de cuve de la colonne 4 de production d'argon pur, où ce deuxième flux secondaire est liquéfié en vaporisant l'argon de cuve de cette colonne 4. Le liquide ainsi produit est envoyé par une conduite 23 vers la cuve de la colonne moyenne pression 8.

**[0021]** Le deuxième flux primaire d'air comprimé et épuré est compressé par un compresseur 230, puis liquéfié à la traversée de la ligne principale d'échange thermique 5 et détendu dans une vanne de détente 231 sensiblement jusqu'à la pression régnant dans la colonne moyenne pression 8. Une première partie de ce flux est alors injectée à un niveau intermédiaire de la colonne moyenne pression 8. L'autre partie de ce flux est sous-refroidie à la traversée d'un échangeur de chaleur 24, puis détendue dans une vanne de détente 240 et injectée à niveau intermédiaire de la colonne basse pression 9.

**[0022]** Le vaporiseur-condenseur 10 vaporise de l'oxygène liquide en cuve de la colonne basse pression 9 par condensation d'azote de tête de la colonne moyenne pression 8.

**[0023]** Du "liquide riche" (enrichi en oxygène) LR est soutiré de la cuve de la colonne moyenne pression 8, puis sous-refroidi dans l'échangeur de chaleur 24 et enfin divisé en deux flux. Le premier flux est envoyé, après détente dans une vanne de détente 25, vers un niveau intermédiaire de la colonne basse pression 9. Le deuxième flux est envoyé, après détente dans une vanne de détente 26, vers le condenseur 12 de tête de la colonne 3 de production d'argon impur, où ce deuxième flux est vaporisé par condensation d'argon impur de tête de la colonne 3. Le gaz ainsi produit est renvoyé, via une conduite 27, dans la colonne basse pression 9 à un niveau intermédiaire inférieur à celui d'injection du premier flux du liquide riche.

**[0024]** Du "liquide pauvre" (azote à peu près pur) LP est prélevé dans la partie supérieure de la colonne moyenne pression 8, puis sous-refroidi dans l'échangeur de chaleur 24, et enfin divisé en trois flux. Le premier flux est détendu dans une vanne de détente 30 puis injecté au sommet de la colonne basse pression 9. Le deuxième flux est détendu dans une vanne de détente 31 puis vaporisé dans l'échangeur de chaleur 20, en condensant l'argon impur canalisé par la conduite 19, puis ce flux vaporisé est à nouveau détendu dans une vanne de détente 32. Ce deuxième flux est ensuite renvoyé par une conduite de résiduaire 33 vers l'échangeur de chaleur 24, où ce deuxième flux est réchauffé en refroidissant les liquides LP et LR traversant l'échangeur 24. Ce deuxième flux est enfin envoyé vers la ligne principale d'échange thermique 5, où ce deuxième flux est réchauffé en participant au refroidissement de l'air à distiller. Le troisième flux de liquide pauvre est détendu dans une vanne de détente 34 avant d'être envoyé vers le condenseur 13 de tête de la colonne 4 de production d'argon pur, où ce troisième flux est vaporisé par condensation de l'azote impur de tête de la colonne 4. Le gaz ainsi produit est envoyé, après détente dans une vanne de détente 35, dans la conduite de résiduaire 33 pour être réchauffé d'une part dans l'échangeur de chaleur 24 en assurant le refroidissement des liquides LP et LR et, d'autre part, dans la ligne principale d'échange thermique 5 en participant au refroidissement de l'air à distiller.

**[0025]** De l'azote impur ou résiduaire NR, soutiré du sommet de la colonne basse pression 9, sont envoyé vers la conduite de résiduaire 33, où cet azote impur est réchauffé à la traversée de l'échangeur de chaleur 24, puis de la ligne principale d'échange thermique 5.

**[0026]** De l'oxygène liquide OL, soutiré en cuve de la colonne basse pression 9, est pompé par une pompe 37 puis envoyé par une conduite 38 vers la ligne principale d'échange thermique 5, où cet oxygène liquide est vaporisé en participant au refroidissement de l'air à distiller.

**[0027]** De l'azote gazeux moyenne pression NGMP est prélevé en tête de la colonne moyenne pression 8 puis envoyé via une conduite 39 vers la ligne d'échange thermique 5 pour participer au refroidissement de l'air à distiller. En une région intermédiaire de cette ligne d'échange thermique 5, l'azote gazeux moyenne pression est divisé en deux flux. Le premier flux traverse le reste de la ligne 5 où il est réchauffé puis il est distribué par une conduite de production 40, par exemple pour alimenter une installation consommatrice 140. Le deuxième flux est détendu dans une turbine 41 puis envoyé vers la conduite de résiduaire 33 au bout froid de la ligne d'échange thermique 5, pour participer à nouveau au refroidissement de l'air à distiller.

**[0028]** De l'azote liquide moyenne pression NLMP est soutiré en tête de la colonne moyenne pression 8 puis envoyé via une conduite 43 vers l'échangeur de chaleur 24, où cet azote liquide est sous-refroidi par réchauffement des gaz résiduaires canalisés par la conduite de résiduaire 33. Cet azote liquide est ensuite distribué, en alimentant par exem-

## EP 0 952 415 A1

ple, après détente dans une vanne de détente 143, un réservoir de stockage 144.

**[0029]** De l'argon liquide à peu près pur ArL est soutiré en cuve de la colonne 4 puis distribué par une conduite de production 45. De l'azote impur ou résiduaire est prélevé en tête de la colonne 4 puis évacué par une conduite 46.

**[0030]** L'installation 1 comprend en outre une conduite de dérivation 48 dont l'entrée 49 est raccordée à la conduite 19, entre l'échangeur de chaleur 20 et la vanne de détente 21, et dont la sortie 50 débouche dans la conduite de résiduaire 33, juste en amont de l'échangeur de chaleur 24. Le rôle de cette conduite de dérivation 48 sera décrit ultérieurement.

**[0031]** La colonne moyenne pression 8 présente par exemple 40 plateaux théoriques, et la colonne basse pression 9 présente par exemple 65 plateaux théoriques. L'installation 1 est dimensionnée, par exemple, pour traiter un débit d'air de 1.000 Nm<sup>3</sup>/h et extraire 207,4 Nm<sup>3</sup>/h d'oxygène pur, 6,4 Nm<sup>3</sup>/h d'argon pur et 160 Nm<sup>3</sup>/h d'azote gazeux moyenne pression.

**[0032]** Ces chiffres correspondent au fonctionnement nominal de l'installation 1. Le rendement d'extraction nominal  $\rho_n$  d'argon en sortie de la colonne 3 de production d'argon impur est d'environ 69%. Ce rendement  $\rho_n$  est dans ce cas égal au rendement  $\rho_o$  d'extraction d'argon optimal vis-à-vis de la quantité d'azote moyenne pression pouvant être soutirée en tête de la colonne moyenne pression 8.

**[0033]** Lorsque les besoins en fournitures d'argon diminuent, avec par exemple des besoins en fourniture d'oxygène constants, le rendement d'extraction  $\rho$  d'argon en sortie de la colonne 3 nécessaire à la satisfaction de ces besoins réduits est inférieur à  $\rho_o$ . Toutefois, on maintient le rendement d'extraction à la valeur  $\rho_o$  et on renvoie l'excès d'argon ainsi extrait en sortie de la colonne 3 de production d'argon impur vers la conduite de résiduaire 33 par l'intermédiaire de la conduite de dérivation 48.

**[0034]** Ainsi, en maintenant le rendement d'extraction  $\rho$  à la valeur  $\rho_o$ , on maintient le débit D d'azote moyenne pression pouvant être soutiré en tête de la colonne moyenne pression 8 à la valeur maximale D ( $\rho_o$ ).

**[0035]** Au contraire, si, comme dans l'état de la technique, on assurait la production d'argon avec un rendement d'extraction d'argon  $\rho < \rho_o$  correspondant aux besoins en fournitures d'argon, le débit d'azote moyenne pression D ( $\rho$ ) pouvant être soutiré serait inférieur à D( $\rho_o$ ).

**[0036]** Le tableau I ci-dessous illustre cette constatation.

		CAS 1	CAS 2A	CAS 2B	CAS 3A	CAS 3B
D (air) (Nm <sup>3</sup> /h)		1000	1000	1000	1000	1000
D (oxygène) (Nm <sup>3</sup> /h)		207,5	207,5	207,5	207,5	207,5
D (argon) (Nm <sup>3</sup> /h)	Extrait de la colonne de mixture	6,4	2,8	6,4	0	6,4
	Produit (ArL)	~6,4	~2,8	~2,8	0	0
D (NGMP)	Total	160	130	160	100	160
	détendu dans la turbine	80	52	52	30	30
	Restant	80	78	108	70	130
GAIN (NGMP)	NGMP			30		60
	Energie			~3%		~6%

**[0037]** Dans ce tableau, le Cas 1 correspond aux conditions nominales de fonctionnement de l'installation 1.

**[0038]** Les cas 2A et 2B correspondent au fonctionnement de l'installation pour des besoins en fourniture d'argon inférieurs aux besoins nominaux et correspondant à un rendement d'extraction d'argon nécessaire  $\rho$  en sortie de la colonne 3 environ égal à 30%.

**[0039]** Les cas 3A et 3B correspondent au fonctionnement de l'installation 1 d'argon pour des besoins en fourniture d'argon nul et correspondant donc à un rendement d'extraction d'argon nécessaire  $\rho$  égal à 0%.

**[0040]** Les lettres A et B correspondent respectivement à la mise en oeuvre d'un procédé selon l'état de la technique et à la mise en oeuvre d'un procédé selon l'invention. On suppose dans ces cas que l'azote moyenne pression liquide est prélevé avec un débit constant.

**[0041]** On constate donc que le procédé selon l'invention permet de maintenir la quantité d'azote moyenne pression gazeux prélevé à son niveau maximal. L'excès d'azote moyenne pression gazeux ainsi extrait, c'est-à-dire D( $\rho_o$ )-D( $\rho$ ), permet de diminuer l'énergie nécessaire au fonctionnement de l'installation 1 d'environ 3% dans le cas 2B par rapport au cas 2A, et d'environ 6% dans le cas 3B par rapport au cas 3A.

**[0042]** De manière plus générale, on peut utiliser de différentes manières l'excès d'azote moyenne pression obtenu par la mise en oeuvre du procédé. Ainsi, cet excès peut être prélevé sous forme liquide et/ou gazeuse en tête de la

colonne moyenne pression 8, valorisé en le fournissant à une installation consommatrice, ou utilisé comme source frigorifique dans l'installation 1. On peut ainsi par exemple accroître la quantité d'azote gazeux moyenne pression détendu dans la turbine 41 et donc, par exemple, diminuer la quantité d'oxygène liquide traversant la ligne principale d'échange thermique 5. Ainsi, une conduite 52 (représentée en pointillé sur la figure 1) peut permettre de produire

directement de l'oxygène liquide.

**[0043]** Il est possible en variante, dans les périodes où on extrait un excès d'argon, de soutirer un débit  $D$  d'azote moyenne pression tel que  $D(\rho) < D < D(\rho_0)$  où  $\rho$  est le rendement d'extraction nécessaire.

**[0044]** La conduite de dérivation 48 permet de récupérer l'énergie frigorifique de l'argon extrait en excès en sortie de la colonne 3 de production d'argon impur. Cet argon produit en excès est en effet utilisé comme source frigorifique dans l'échangeur de chaleur 24 et dans la ligne d'échange thermique 5.

**[0045]** En variante, cette conduite de dérivation 48 peut être supprimée, l'excès d'argon extrait étant alors mis à l'air, ou l'entrée de cette conduite de dérivation 48 peut ainsi être raccordée en d'autres endroits de l'installation 1. L'entrée 49 de la conduite 48 peut être raccordée à la cuve ou à la tête de la colonne 4 de production d'argon pur, pour prélever l'excès d'argon extrait par la colonne 3. L'entrée 49 de la conduite 48 peut également être raccordée à la tête de la colonne 3 de production d'argon impur pour prélever de l'argon impur gazeux, comme illustré par la figure 2.

**[0046]** Selon d'autres variantes, la conduite de dérivation 48 peut traverser indépendamment l'échangeur de chaleur 24 et/ou la ligne principale d'échange thermique 5, sans que l'argon extrait en excès ne soit mélangé avec un gaz résiduaire.

**[0047]** Selon des variantes, et en fonction des caractéristiques de l'appareil 2 de distillation d'air utilisé, le rendement optimal  $\rho_0$  peut être différent du rendement nominal  $\rho_n$ . Ce rendement  $\rho_0$  est généralement inférieur à  $\rho_n$ .

**[0048]** Dans ce cas, on maintient le rendement d'extraction d'argon à la valeur  $\rho_0$  pour des besoins en fourniture d'argon correspondant à un rendement nécessaire  $\rho < \rho_0 < \rho_n$ .

**[0049]** Dans l'installation 1 décrite, le rendement d'extraction  $\rho_0$  est optimal par rapport à la quantité d'azote moyenne pression pouvant être soutirée en tête de la colonne moyenne pression 8.

**[0050]** Cependant, en fonction du type d'installation et en particulier de la nature de l'appareil 2 de distillation d'air utilisé, ce rendement d'extraction peut être optimal par rapport à d'autres grandeurs.

**[0051]** Un premier exemple, illustré par la figure 3, concerne les installations de distillation d'air où la tenue en froid est assurée par une turbine d'insufflation d'air. Comme cela est connu, cette turbine 501 est disposée dans une conduite 502 qui relie la sortie de l'appareil d'épuration d'air 7 à un niveau intermédiaire de la colonne basse pression 9, et qui traverse au moins partiellement la ligne d'échange thermique 5. La turbine 501 détend à la basse pression, aux pertes de charges près, de l'air épuré par l'appareil 7 puis comprimé par un compresseur auxiliaire 503 couplé à la turbine 501. Cette turbine 501 d'insufflation d'air assure la tenue en froid de l'installation 1 à la place de la turbine 41 de la figure 1. Dans un tel cas, le rendement  $\rho_0$  peut être le rendement optimal, pour une quantité prédéterminée d'azote gazeux moyenne pression soutirée en tête de la colonne moyenne pression 9, vis-à-vis de la quantité d'air détendue dans la turbine d'insufflation d'air. Ainsi, en maintenant le rendement d'extraction d'argon  $\rho$  à la valeur  $\rho_0$ , on détend une quantité maximale d'air dans la turbine d'insufflation d'air, ce qui permet, comme précédemment, de maximiser la production frigorifique.

**[0052]** La figure 4 illustre un second exemple où l'appareil 2 de distillation d'air est une simple colonne de distillation.

**[0053]** Dans ce cas, de l'azote impur NC est soutiré en tête de la colonne 2 puis réchauffé dans un échangeur de chaleur 51, comprimé dans un compresseur 52, et refroidi dans l'échangeur 51 par échange de chaleur avec l'azote NC à comprimer. Cet azote comprimé et refroidi est ensuite liquéfié en assurant la vaporisation de l'oxygène de cuve dans la colonne 2. L'azote liquéfié est ensuite détendu dans une vanne de détente 53 puis réintroduit en tête de la colonne 2. Le rendement  $\rho_0$  correspond alors sensiblement au débit minimal d'azote impur NC de tête devant être utilisé pour vaporiser l'oxygène de cuve. Ainsi, le maintien à  $\rho_0$  du rendement d'extraction d'argon pendant les périodes de besoins en fourniture d'argon réduits permet de diminuer l'énergie de compression fournie au compresseur de cycle 52 et donc les coûts de fonctionnement de l'installation 1.

**[0054]** Selon l'exemple de la figure 5, l'argon liquide du condenseur 20 est envoyé au point 50 où il se mélange avec de l'azote impur (liquide pauvre inférieur) soutiré à un niveau intermédiaire de la colonne moyenne pression 8 et envoyé à la conduite 133. Le mélange est envoyé en partie en tête de la colonne basse pression 9 après détente dans la vanne 30.

**[0055]** Une partie du mélange est envoyée après détente dans la vanne 31 au condenseur 20 et une autre partie est envoyée après détente dans la vanne 34 au condenseur 13. Le reste de l'appareil est identique à celui de la figure 1.

**[0056]** Selon l'exemple de la figure 6 le gaz produit par vaporisation dans le condenseur 13 est détendu dans la vanne 35 et mélangé avec l'azote résiduaire de la colonne basse pression 9. L'argon liquide de la cuve de la colonne 4 est envoyé en partie à la conduite 33. Le gaz vaporisé par le condenseur 20 est détendu en 32 et éventuellement mélangé avec l'argon liquide dans la conduite de dérivation 48. L'argon liquide est ensuite mélangé avec le liquide pauvre inférieur de la colonne moyenne pression et envoyé en tête de la colonne basse pression après détente. Tout l'argon impur de la conduite 19 est envoyé à la colonne 4 de production d'argon pur.

[0057] Le reste de l'appareil est identique à celui de la figure 3.

[0058] D'une manière plus générale, le procédé selon l'invention permet de diminuer l'énergie à fournir aux installations de distillation d'air avec production d'argon.

[0059] Les frigories de l'appareil peuvent être produites en partie par une turbine Claude ou une turbine hydraulique .

5 [0060] Le procédé peut également produire de l'azote sous pression en soutirant de l'azote liquide de la colonne moyenne pression, le pressurant et le vaporisant dans la ligne d'échange.

[0061] Néanmoins le procédé ne comprend pas obligatoirement la pressurisation d'un liquide avant sa vaporisation dans la ligne d'échange.

10 [0062] L'appareil de séparation d'air peut être une triple colonne ou peut comprendre une colonne de mélange.

## Revendications

- 15 1. Procédé de distillation d'air avec production d'argon au moyen d'une installation (1) de distillation d'air comprenant un appareil (2) de distillation d'air et au moins une colonne (3) de production d'argon impur, l'installation étant dimensionnée pour fournir de l'argon avec un rendement nominal  $\rho_n$  d'extraction d'argon en sortie de ladite colonne de production d'argon impur, caractérisé en ce que pour des besoins en production d'argon réduits correspondant à un rendement nécessaire  $\rho$  d'extraction d'argon en sortie de la colonne de production d'argon impur, avec  $\rho \leq \rho_n$  où  $\rho_n$  est un rendement optimal prédéterminé, on maintient le rendement d'extraction d'argon en sortie de la colonne (3) de production d'argon impur sensiblement à la valeur  $\rho_0$ .
- 20 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on utilise l'argon extrait en excès par rapport au rendement d'extraction nécessaire  $\rho$  comme source frigorifique dans l'installation de distillation d'air, notamment pour refroidir l'air à distiller.
- 25 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on soutire au moins en partie ledit excès d'argon sous forme gazeuse et/ou liquide en tête de la colonne (3) de production d'argon impur, et en ce qu'on envoie cette partie soutirée vers au moins un échangeur de chaleur (5, 24) de l'installation.
- 30 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce qu'on mélange (en 33) ladite partie soutirée au moins partiellement avec un fluide résiduaire soutiré d'une (4, 9) des colonnes de l'installation avant de l'envoyer vers ledit échangeur de chaleur.
- 35 5. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on soutire au moins en partie ledit excès d'argon sous forme gazeuse et/ou liquide en tête de la colonne (3) de production d'argon impur, et en ce qu'on envoie cette partie soutirée vers l'appareil de distillation d'air (2) de l'installation, notamment vers la colonne basse pression.
- 40 6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce qu'on mélange (en 33) ladite partie soutirée au moins partiellement avec un fluide alimentant une (4, 9) des colonnes de l'installation avant de l'envoyer vers ledit appareil de distillation.
7. Procédé selon la revendication 6 dans lequel le fluide provient de la colonne moyenne pression et est envoyé à la colonne basse pression.
- 45 8. Procédé selon la revendication 7 dans lequel le fluide est de l'azote impur soutiré quelques plateaux en dessus de la tête de la colonne moyenne pression.
9. Procédé selon la revendication 8 dans lequel le mélange de la partie soutirée et l'azote impur est envoyé en tête de la colonne basse pression.
- 50 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 9, caractérisé en ce que, l'installation comprenant également une colonne de production d'argon à peu près pur (4) par déazotation raccordée à ladite colonne (3) de production d'argon impur, on soutire au moins une partie de l'excès d'argon sous forme gazeuse et/ou liquide en cuve ou en tête de la colonne (4) de production d'argon pur, et en ce qu'on envoie cette partie soutirée vers au moins un échangeur de chaleur (5, 24) de l'installation ou vers l'appareil de distillation (2).
- 55 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que, l'appareil (2) de distillation d'air comprenant une double colonne comprenant elle-même une colonne moyenne pression (8), une colonne basse

## EP 0 952 415 A1

pression (9) et un vaporiseur-condenseur (10) de mise en relation d'échange thermique de la tête de la colonne moyenne pression avec la cuve de la colonne basse pression, on soutire de l'azote moyenne pression (8) depuis la tête de la colonne moyenne pression (9), en ce que  $p_0$  est le rendement pour lequel on peut soutirer un débit maximal  $D(p_0)$  d'azote moyenne pression (9), et en ce que pour un rendement d'extraction nécessaire  $\rho$  inférieur à  $p_0$  on soutire un débit d'azote moyenne pression supérieur à  $D(\rho)$ .

- 5
12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que, pour un rendement d'extraction nécessaire  $\rho$  inférieur à  $p_0$ , on soutire le débit maximal  $D(p_0)$  d'azote moyenne pression.
- 10
13. Procédé selon la revendication 11 ou 12, caractérisé en ce qu'on utilise l'azote moyenne pression soutiré comme source frigorifique dans l'installation en l'envoyant, notamment après détente dans une turbine, dans un échangeur de chaleur (5) de l'installation, notamment pour refroidir l'air à distiller.
- 15
14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que, l'appareil (2) de distillation d'air comprenant une double colonne comprenant elle-même une colonne moyenne pression (8), une colonne basse pression (9) et un vaporiseur-condenseur (10) de mise en relation d'échange thermique de la tête de la colonne moyenne pression avec la cuve de la colonne basse pression, on soutire de l'azote moyenne pression (8) depuis la tête de la colonne moyenne pression (9), en ce que  $p_0$  est le rendement pour lequel on peut détendre (en 501) un débit maximal  $D'(p_0)$  d'air à la basse pression, avec production de travail extérieur, en vue de l'insuffler dans la colonne basse pression (9), et en ce que pour un rendement d'extraction nécessaire  $\rho$  inférieur à  $p_0$  on détend à la basse pression, avec production de travail extérieur, un débit d'air supérieur à  $D'(\rho)$ , et notamment égal à  $D'(\rho)$ .
- 20
15. Installation pour la mise en oeuvre d'un procédé selon l'une quelconque des revendications 3 à 14, caractérisée en ce qu'elle comprend un appareil (2) de distillation d'air, au moins une colonne (3) de production d'argon impur, un échangeur de chaleur (5), notamment traversé par une ligne d'amenée d'air à distiller, et au moins une conduite de dérivation (48) pour envoyer au moins une partie en excès de l'argon extrait vers ledit échangeur de chaleur (5) ou vers l'appareil de distillation (2).
- 25
16. Installation selon la revendication 15, caractérisée en ce qu'une entrée (49) de ladite conduite de dérivation (48) est raccordée à une sortie d'argon liquide ou gazeux de la tête de la colonne (3) de production d'argon impur (figure 2).
- 30
17. Installation selon la revendication 15 ou 16, caractérisée en ce que l'installation (1) comprend une colonne (4) de production d'argon à peu près pur raccordée à la colonne (3) de production d'argon impur, et en ce qu'une entrée (49) de ladite conduite de dérivation (48) est raccordée à une sortie de gaz ou de liquide de la cuve ou de la tête de la colonne (4) de production d'argon à peu près pur.
- 35
18. Installation selon la revendication 15 ou 16, caractérisée en ce que ladite conduite de dérivation (48) est reliée à une sortie de fluide résiduaire d'une des colonnes de l'installation pour mélanger un fluide résiduaire avec l'argon canalisé dans ladite conduite de dérivation (48).
- 40
19. Installation selon la revendication 15 ou 16, caractérisée en ce que ladite conduite de dérivation (48) est reliée à une entrée de fluide d'une des colonnes de l'installation pour mélanger un fluide alimentant une des colonnes avec l'argon canalisé dans ladite conduite de dérivation (48).
- 45
20. Installation selon l'une quelconque des revendications 15 à 19, caractérisée en ce que l'appareil de distillation comprend une double colonne de distillation comprenant elle-même une colonne moyenne pression (8), une colonne basse pression (9) et un vaporiseur-condenseur (10) de mise en relation d'échange thermique de la tête de la colonne moyenne pression et de la cuve de la colonne basse pression, en ce que la tête de la colonne moyenne pression présente une sortie d'azote moyenne pression, et en ce qu'une conduite (39) relie ladite sortie d'azote moyenne pression à un échangeur de chaleur (5) de l'installation, qui est notamment traversé par une conduite d'amenée d'air à distiller.
- 50
21. Installation selon la revendication 20, caractérisée en ce que ladite conduite est munie d'une turbine (41) de détente de l'azote moyenne pression soutiré.
- 55
22. Installation selon la revendication 20, caractérisée en ce qu'elle comprend une turbine (501) d'insufflation d'air

## EP 0 952 415 A1

épuré dans la colonne basse pression (9).

- 5      **23.** Installation selon l'une quelconque des revendications 15 à 19, caractérisée en ce que l'appareil de distillation comprend une double colonne de distillation comprenant elle-même une colonne moyenne pression (8), une colonne basse pression (9) et un vaporiseur-condenseur (10) de mise en relation d'échange thermique de la tête de la colonne moyenne pression et de la cuve de la colonne basse pression, en ce qu'une conduite de transfert(133) relie la tête de la colonne moyenne pression avec la tête de la colonne basse pression et la conduite de dérivation (48) est reliée à la conduite de transfert.
- 10     **24.** Installation selon la revendication 23 dans laquelle la conduite de transfert relie un niveau intermédiaire de la colonne moyenne pression avec la tête de la colonne basse pression (9).

15

20

25

30

35

40

45

50

55

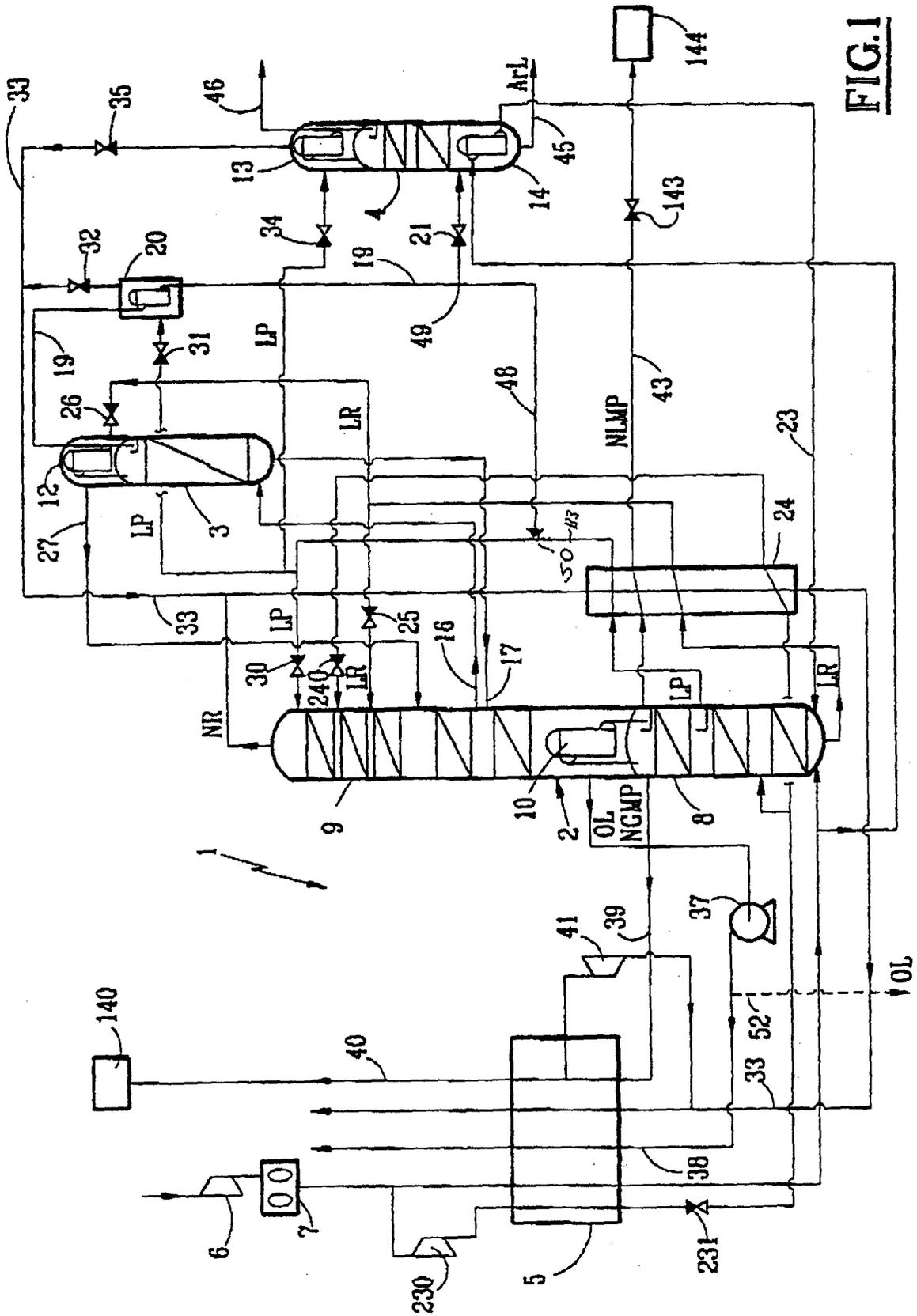
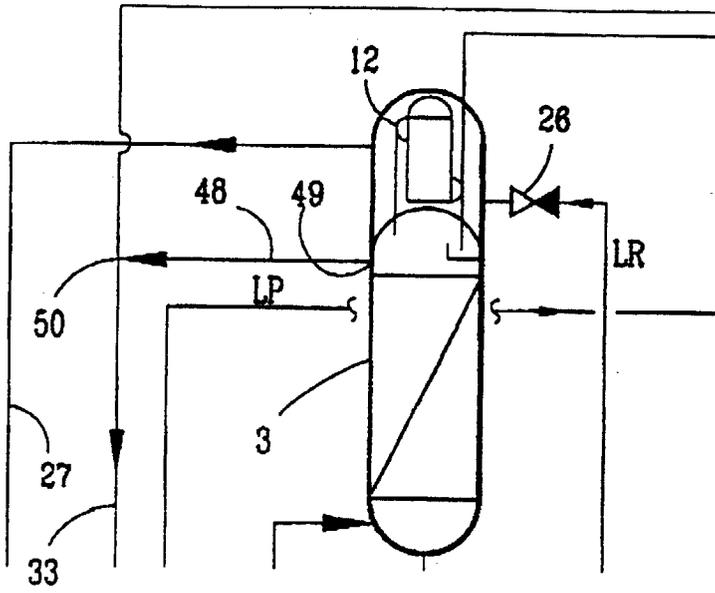
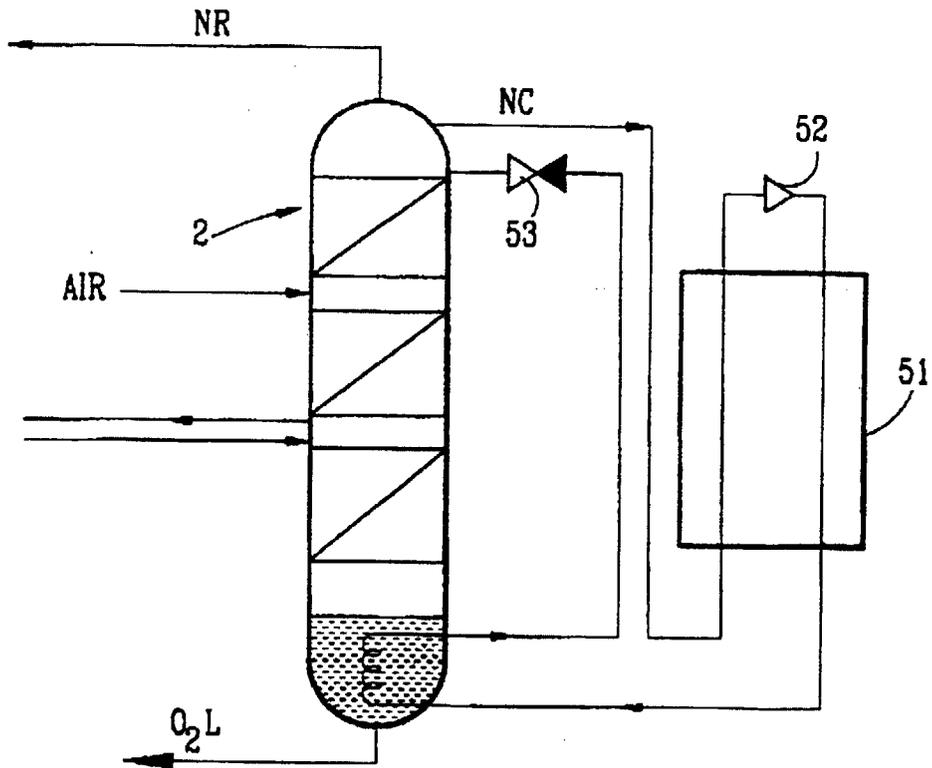


FIG. 1



**FIG. 2**



**FIG. 4**

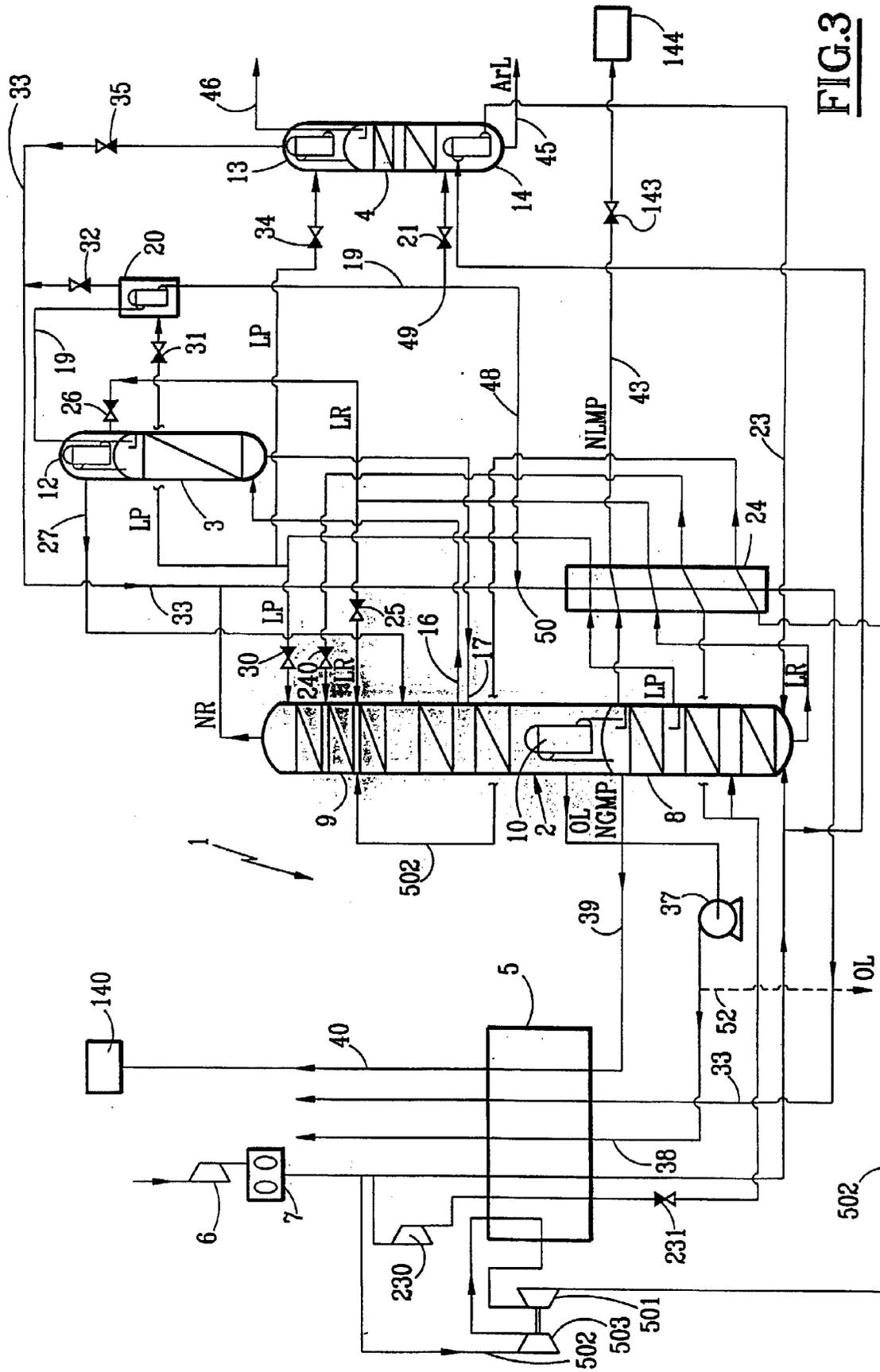


FIG.3

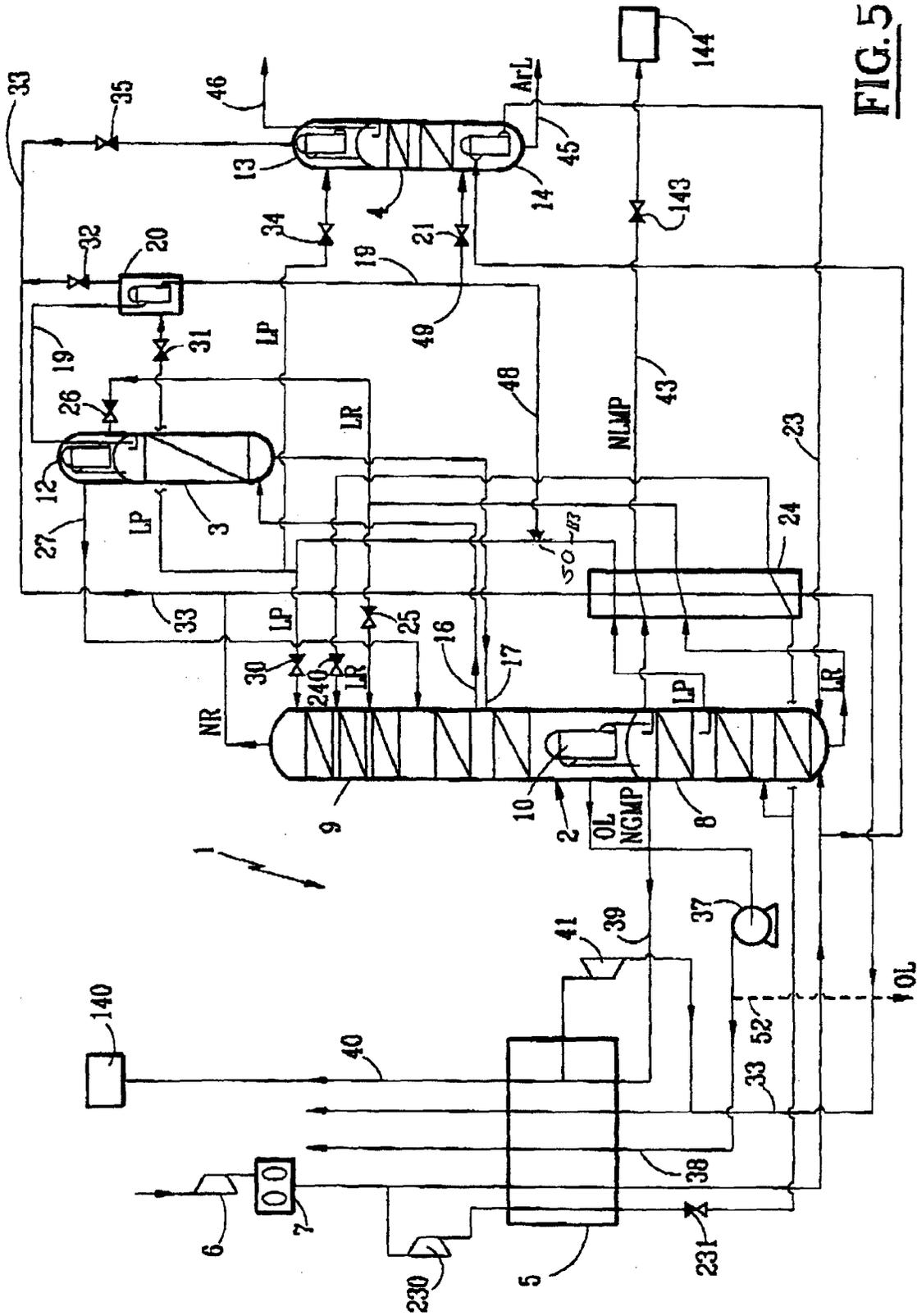


FIG. 5





Office européen  
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande  
EP 99 40 0957

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
A	EP 0 540 900 A (PRAXAIR TECHNOLOGY INC) 12 mai 1993 (1993-05-12) * colonne 5, ligne 11 - ligne 29; revendications; figures * * colonne 6, ligne 2 - ligne 7 *	1-24	F25J3/02 F25J3/04
A	EP 0 384 213 A (LINDE AG) 29 août 1990 (1990-08-29) * le document en entier *	1-24	
A	US 4 932 212 A (ROHDE WILHELM) 12 juin 1990 (1990-06-12) * le document en entier *	1-24	
A	US 3 447 331 A (SMITH KENNETH C) 3 juin 1969 (1969-06-03) * le document en entier *	1-24	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
			F25J
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche <b>LA HAYE</b>		Date d'achèvement de la recherche <b>26 août 1999</b>	Examineur <b>Lapeyrere, J</b>
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

EPO FORM 1503 03/92 (P04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 99 40 0957

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.  
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

26-08-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0540900 A	12-05-1993	US 5235816 A	17-08-1993
		CA 2080281 A	11-04-1993
		DE 69206956 D	01-02-1996
		JP 5203347 A	10-08-1993
		MX 9205846 A	01-05-1993
EP 0384213 A	29-08-1990	DE 3905521 A	30-08-1990
		AU 618659 B	02-01-1992
		AU 4996090 A	30-08-1990
		CN 1045172 A,B	05-09-1990
		CN 1045173 A,B	05-09-1990
		EP 0383994 A	29-08-1990
		EP 0384483 A	29-08-1990
		JP 2247485 A	03-10-1990
		JP 2245201 A	01-10-1990
		US 5034043 A	23-07-1991
US 5036672 A	06-08-1991		
US 4932212 A	12-06-1990	DE 3834793 A	19-04-1990
		CA 2000595 A	12-04-1990
		CN 1052940 A	10-07-1991
		EP 0363861 A	18-04-1990
US 3447331 A	03-06-1969	AU 425030 B	14-06-1972
		AU 2330467 A	09-01-1969
		DE 1551565 A	16-10-1969
		FR 1525489 A	21-10-1968
		GB 1180904 A	11-02-1970

EPC FORM P0460

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