



(11)

EP 3 604 994 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
13.01.2021 Bulletin 2021/02

(51) Int Cl.:
F25J 3/04 (2006.01)

(21) Numéro de dépôt: **19187493.2**

(22) Date de dépôt: **22.07.2019**

(54) **PROCÉDÉ ET APPAREIL DE PRODUCTION D'ARGON PAR DISTILLATION CRYOGÉNIQUE DE L'AIR**

VERFAHREN UND GERÄT ZUR ARGONHERSTELLUNG DURCH KRYOGENE DESTILLATION VON LUFT

METHOD AND DEVICE FOR PRODUCING ARGON BY CRYOGENIC DISTILLATION OF AIR

(84) Etats contractants désignés:
**AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO
PL PT RO RS SE SI SK SM TR**

(30) Priorité: **01.08.2018 FR 1857220**

(43) Date de publication de la demande:
05.02.2020 Bulletin 2020/06

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

(72) Inventeurs:
• **BRIGLIA, Alain
HANGZHOU, Zhejiang 310012 (CN)**
• **STAINE, Frédéric
94503 CHAMPIGNY SUR MARNE (FR)**
• **LEAUTE, Mathieu
92350 LE PLESSIS ROBINSON (FR)**

• **BERTHAUME, Ingrid
75007 PARIS (FR)**
• **DOS SANTOS, Bénédicté
94503 CHAMPIGNY SUR MARNE (FR)**

(74) Mandataire: **Air Liquide
L'Air Liquide S.A.
Direction de la Propriété Intellectuelle
75, Quai d'Orsay
75321 Paris Cedex 07 (FR)**

(56) Documents cités:
**DE-A1- 19 507 981 JP-A- H1 054 656
JP-A- H11 270 965 US-A- 4 695 303**

• **"START-UP STORAGE MEANS FOR OFF-SPEC
ARGON IN AN AIR SEPARATION UNIT",
RESEARCH DISCLOSURE, KENNETH MASON
PUBLICATIONS, HAMPSHIRE, UK, GB, no. 433, 1
mai 2000 (2000-05-01), page 824, XP000976636,
ISSN: 0374-4353**

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

EP 3 604 994 B1

Description

[0001] La présente invention est relative à un procédé et à un appareil de production d'argon par distillation cryogénique d'un gaz de l'air.

[0002] Les unités de séparation d'air comprenant une colonne de séparation d'argon ont généralement plusieurs points de fonctionnement et une certaine plage de fonctionnement.

[0003] Il est courant de passer d'un point de fonctionnement à un autre à des vitesses d'environ 0,5%/min sans ajout d'équipements supplémentaires. Le problème à résoudre est de trouver une solution permettant de conserver les rapports L/V constants pendant les changements de marche de la colonne argon de façon à pouvoir augmenter la vitesse de changement de marche, tout en maintenant des rendements proches du cas nominal.

[0004] L'invention consiste à installer des capacités intermédiaires à la sortie des distributeurs qui sont remplies par le liquide excédentaire pendant la baisse de charge et utilisées lors de la remontée en charge car sans ces capacités, la colonne serait en déficit de liquide et donc de reflux.

[0005] L'avantage notable de cette invention permet de modifier la charge de la production d'argon à la montée comme à la descente aussi vite que les productions d'oxygène et d'azote et d'atteindre des vitesses escomptées pouvant aller jusqu'à 5 %/min ou éventuellement au-delà en fonction de la taille de l'appareil et des volumes à mettre en jeu.

[0006] Il est connu de « Start-up storage means for off-spec argon in an air separation unit », Research Disclosures, mai 2000, de stocker un liquide provenant d'une colonne de séparation d'air dans un stockage lors de l'arrêt de la colonne et de le renvoyer à la colonne au redémarrage.

[0007] JPH11270965 décrit un procédé et un appareil de mise en œuvre de ce procédé selon les préambules des revendications 1 et 5 respectivement.

[0008] Selon un objet de cette invention, il est prévu un procédé selon la revendication 1.

[0009] De préférence :

- aucun élément permettant l'échange de masse et de chaleur n'est disposé entre le deuxième et troisième niveaux.
- des débits d'au moins trois niveaux intermédiaires différents sont stockés chacun dans un stockage respectif lors de la première marche et aucun liquide n'est envoyé du stockage à la colonne et lors de la deuxième marche, un liquide est envoyé de chacun des au moins trois stockages à un niveau de la colonne inférieur à celui auquel le liquide était soutiré de la colonne.
- la colonne de séparation d'argon comprend un condenseur de tête alimenté en liquide par un liquide provenant du système de colonne, le liquide vaporisé dans le condenseur de tête étant renvoyé au

système de colonnes selon les deux marches, et dans lequel on détecte si le seuil de charge de la colonne est dépassé en mesurant le débit de liquide vaporisé envoyé vers le système de colonnes.

[0010] Selon un autre objet de l'invention, il est prévu un appareil selon la revendication 5.

De préférence :

- les au moins deux stockages sont constitué par deux réservoirs dans une virole commune, de préférence ne contenant que des stockages, le fond d'un stockage constituant de préférence le plafond du stockage inférieur.
- le plafond d'un stockage inférieur constitue la cuve d'un stockage immédiatement au-dessus du stockage inférieur
- l'appareil comprend des moyens de soutien pour les au moins deux stockages reliés directement au sol.
- l'appareil ne comprend aucun moyen de pressurisation du liquide à envoyer du niveau intermédiaire de la colonne vers le stockage et aucun moyen de pressurisation du liquide à envoyer du stockage vers la colonne, l'élévation du stockage étant choisie en fonction du point de soutirage et du point de renvoi du liquide.
- les au moins deux stockages sont reliés l'une à l'autre pour former une structure posée sur le sol.
- les au moins deux, de préférence au moins quatre, stockages forment un corps allongé dont la longueur est égale à au moins la moitié de la longueur de la colonne de séparation d'argon.
- au moins un des stockages et au moins une conduite, voire les deux, reliée(s) au stockage, sont disposés de sorte que le liquide passe de la colonne au stockage et/ou vice versa, sans utiliser une pompe.
- l'appareil ne comprend pas de pompe pour transporter de liquide de la colonne aux stockages et/ou des stockages à la colonne.
- les stockages sont disposés dans une boîte froide dédiée.
- les stockages sont disposés dans une boîte froide avec la colonne de séparation d'argon.
- la pompe de liquide de cuve de la colonne de séparation d'argon est disposée directement en dessous du stockage le plus bas.

[0011] L'invention sera décrite en plus de détail en se référant à la figure.

[0012] La Figure 1 montre un appareil de production d'argon par distillation cryogénique selon l'invention.

[0013] L'appareil comprend un système de colonnes pour séparer l'air refroidi et épuré constitué par une double colonne comprenant une colonne moyenne pression et une colonne basse pression superposées et thermiquement reliées entre elles. La colonne basse pression produit un gaz enrichi en argon ORG comprenant au moins 10% mol ; d'argon. Le gaz ORG est envoyé en

cuve d'une colonne de séparation d'argon K.

[0014] La colonne de séparation d'argon K comprend huit couches d'éléments de transfert de masse et de chaleur, qui sont des garnissages structurés 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, (les couches étant appelés aussi tronçons), mais le nombre de couches peut être supérieur ou inférieur en fonction de la pureté requise. La colonne comprend également un condenseur de tête C qui reçoit du liquide enrichi en oxygène du système de colonnes, plus spécifiquement de la cuve de la colonne moyenne pression. Le liquide s'y vaporise et la vapeur formée LRV est envoyée au système de colonnes.

[0015] Le liquide de cuve ORL de la colonne K est pressurisé par une pompe P10 et envoyé au système de colonnes à travers une vanne V1.

[0016] De l'argon gazeux en tête de la colonne K se condense dans le condenseur C. Le condenseur C reçoit un liquide enrichi en oxygène provenant d'une colonne moyenne pression d'une double colonne de séparation d'air, faisant partie du système de colonnes. Ce liquide enrichi en oxygène appelé liquide riche se vaporise au moins partiellement dans le condenseur C pour former un gaz LRV.

[0017] L'argon liquide produit est renvoyé en partie à la colonne K par la vanne V3 et est extrait en partie par la vanne V2 comme produit ARG, quand la colonne K est en fonctionnement.

[0018] A côté de la colonne se trouve une structure S constituée par au moins deux stockages empilés. Dans la figure, six stockages S1, S2, S3, S4, S5, S6 sont empilés, de sorte que la cuve d'un stockage supérieur est le plafond du stockage inférieur.

[0019] Les stockages peuvent néanmoins être indépendants les uns des autres afin de pouvoir les séparer et les utiliser dans un autre appareil.

[0020] Mais il est préférable de construire une tour avec une virole unique contenant une multiplicité de compartiments, formés par des partitions P. Chacun compartiment sert comme stockage de liquide.

[0021] Cette structure est disposée parallèlement de la colonne et est soutenue par des moyens de soutien M, indépendant de la colonne K, fixés au sol T.

[0022] Quand la charge de la colonne K est au-dessus d'un premier seuil et en dessous d'un deuxième seuil, aucun débit de liquide n'est envoyé de la colonne K vers les stockages S1, S2, S3, S4, S5, S6 et aucun débit de liquide n'est envoyé des stockages vers la colonne K.

[0023] Dans une première marche, quand la charge de la colonne est en dessous d'un premier seuil, du liquide est soutiré à au moins un niveau intermédiaire de la colonne K et envoyé vers au moins un des stockages S1, S2, S3, S4, S5, S6. Par exemple du liquide 9 peut être envoyé d'un niveau en dessous de la couche 8 et au-dessus de la couche 7 par la vanne V4 vers le stockage S6 et/ou du liquide 13 peut être envoyé d'un niveau en dessous de la couche 7 et au-dessus de la couche 6 par la vanne ouverte V6 vers le stockage S5 et/ou du liquide 17 peut être envoyé par la vanne ouverte V8 d'en

dessous de la couche 6 et au-dessus de la couche 5 vers le stockage S4 et/ou du liquide 21 peut être envoyé par la vanne ouverte V10 d'en dessous de la couche 5 et au-dessus de la couche 4 vers le stockage S3 et/ou du liquide 25 peut être envoyé par la vanne ouverte V12 d'en dessous de la couche 4 et au-dessus de la couche 3 vers le stockage S2 et/ou du liquide 29 peut être envoyé par la vanne ouverte V14 d'en dessous de la couche 3 et au-dessus de la couche 2 vers le stockage inférieur S1.

[0024] Evidemment le nombre de stockages peut être inférieur ou supérieur à 6.

[0025] La baisse de la charge est détectée en mesurant le débit de liquide vaporisé LRV envoyé du condenseur C vers le système de colonnes. Si celui-ci passe en dessous du premier seuil, l'envoi de liquide vers au moins un stockage est déclenché et s'arrête quand le niveau requis dans le stockage est atteint.

[0026] Dans une deuxième marche, si la charge de la colonne est au-dessus d'un deuxième seuil, supérieur au premier seuil, du liquide est soutiré du stockage S6 et envoyé par la vanne V5 vers un niveau intermédiaire entre les couches 7 et 6 et/ou du liquide est soutiré du stockage S5 et envoyé par la vanne V7 vers un niveau intermédiaire entre les couches 6 et 5 et/ou du liquide est soutiré du stockage S4 et envoyé par la vanne V9 vers un niveau intermédiaire entre les couches 5 et 4 et/ou du liquide est soutiré du stockage S3 et envoyé par la vanne V11 vers un niveau intermédiaire entre les couches 4 et 3 et/ou du liquide est soutiré du stockage S2 et envoyé par la vanne V13 vers un niveau intermédiaire entre les couches 3 et 2 et/ou du liquide est soutiré du stockage S1 et envoyé par la vanne V15 vers un niveau intermédiaire entre les couches 2 et 1.

[0027] Lors de la première marche, aucun liquide n'est soutiré d'un stockage vers la colonne K et lors de la deuxième marche, aucun liquide n'est envoyé de la colonne vers un stockage.

[0028] Quand la charge est réduite, lors de la première marche, la surface d'échange du condenseur C devant être réduite, de l'argon liquide est stockée dans le condenseur C lui-même à cet effet. Ce liquide sera déstocké lors de la remontée en charge et réalisera la fonction de capacité tampon.

[0029] Une capacité réduite pourra éventuellement être ajoutée en haut de la colonne pour compenser le reflux liquide en déficit pendant la baisse de charge du fait de l'excédent de liquide stocké dans le condenseur C par rapport à la charge gaz.

[0030] Pour les autres tronçons, des stockages S1, S2, S3, S4, S5, S6 seront remplis lors de la baisse de charge par le tronçon numéro N par un contrôle de niveau dont la consigne sera une rampe en fonction du débit de liquide vaporisé LRV et d'une temporisation. Ces mêmes stockages seront vidés dans le tronçon inférieur N-1 par un contrôle de niveau dont la consigne sera une rampe en fonction du débit de liquide vaporisé LRV et d'une temporisation.

[0031] La cuve du stockage sera située à un niveau

de sorte que le liquide envoyé de la colonne K vers le stockage n'ait pas besoin d'être pressurisé pour arriver au stockage. De même le liquide du stockage s'écoule naturellement vers la colonne K.

[0032] La disposition de ces stockages incluant également une ligne d'équilibrage de pression sera faite en les ajustant les uns au-dessus des autres pour que leur élévation permette un bon fonctionnement hydraulique et ne nécessite pas un supportage exceptionnel au niveau de la colonne. Le soutien de la structure peut être fait par une tuyauterie verticale avec des fonds intermédiaires reposant au sol T.

[0033] Les stockages S1 à S6 sont disposés dans une boîte froide dédiée ne contenant pas de colonne de distillation.

[0034] Mais ils peuvent être disposés dans une boîte froide avec la colonne de séparation d'argon ou une autre colonne de distillation.

[0035] La pompe P10 de liquide de cuve de la colonne de séparation d'argon K peut être disposée directement en dessous du stockage le plus bas S1.

Revendications

1. Procédé de production d'argon par distillation cryogénique dans lequel un gaz enrichi en argon (ORG) produit par séparation d'air dans un système de colonnes est envoyé à une colonne de séparation d'argon (K), un débit riche en argon (ARG) est soutiré en tête de la colonne et un liquide enrichi en oxygène (ORL) est soutiré en cuve de la colonne et renvoyé au système de colonnes dans lequel :

i) lors d'une première marche, si, de préférence uniquement si, la charge de la colonne (K) est en dessous d'un premier seuil, du liquide est soutiré de la colonne à un premier niveau intermédiaire de la colonne et stocké dans un premier stockage (S1, S2, S3, S4, S5, S6), aucun liquide n'étant envoyé du premier stockage à la colonne et du liquide est soutiré de la colonne (K) à un troisième niveau intermédiaire de la colonne et stocké dans un deuxième stockage (S1, S2, S3, S4, S5), aucun liquide n'étant envoyé du deuxième stockage à la colonne,

ii) lors d'une deuxième marche, si, de préférence uniquement si, la charge de la colonne est au-dessus d'un deuxième seuil, supérieur au premier seuil, aucun liquide n'est envoyé de la colonne vers le premier stockage, du liquide est envoyé du premier stockage à la colonne à un deuxième niveau intermédiaire de la colonne, le deuxième niveau étant situé en dessous du premier niveau, aucun liquide n'est envoyé de la colonne vers le deuxième stockage, du liquide est envoyé du deuxième stockage à la colonne à un quatrième niveau intermédiaire de la

colonne, le quatrième niveau étant situé en dessous du troisième niveau et le troisième niveau n'étant pas situé au-dessus du deuxième niveau **caractérisé en ce que** le deuxième niveau est séparé du premier niveau par au moins une couche d'éléments (2, 3, 4, 5, 6, 7) permettant l'échange de masse et de chaleur et le quatrième niveau est séparé du troisième niveau par au moins une couche d'éléments (2, 3, 4, 5, 6) permettant l'échange de masse et de chaleur.

2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel aucun élément permettant l'échange de masse et de chaleur n'est disposé entre le deuxième et troisième niveaux.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2 dans lequel des débits d'au moins trois niveaux intermédiaires différents sont stockés chacun dans un stockage respectif (S1, S2, S3, S4, S5, S6) lors de la première marche et aucun liquide n'est envoyé du stockage à la colonne et lors de la deuxième marche, un liquide est envoyé de chacun des au moins trois stockages à un niveau de la colonne (K) inférieur à celui auquel le liquide était soutiré de la colonne.

4. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la colonne de séparation d'argon comprend un condenseur de tête (C) alimenté en liquide par un liquide provenant du système de colonnes, le liquide vaporisé dans le condenseur de tête (LRV) étant renvoyé au système de colonnes selon les deux marches, et dans lequel on détecte si le seuil de charge de la colonne est dépassé en mesurant le débit de liquide vaporisé envoyé vers le système de colonnes.

5. Appareil de production d'argon par distillation cryogénique d'air dans un système de colonnes, pour la mise en œuvre d'un procédé selon une des revendications précédentes, comprenant une colonne de séparation d'argon (K), des moyens pour envoyer un gaz contenant de l'argon et de l'oxygène (ORG) à la colonne, des moyens pour extraire un fluide enrichi en argon (ARG) en haut de la colonne, des moyens pour extraire un liquide (ORL) enrichi en oxygène en cuve de la colonne et au moins un premier et un deuxième stockages (S1, S2, S3, S4, S5, S6), disposés l'un au-dessus de l'autre, le premier stockage étant relié à un premier niveau intermédiaire de la colonne de séparation d'argon par une conduite et à un deuxième niveau intermédiaire de la colonne de séparation d'argon en dessous du premier niveau par une conduite, le deuxième stockage étant relié à un troisième niveau intermédiaire de la colonne de séparation d'argon par une conduite et à un quatrième niveau intermédiaire de la colonne de séparation d'argon en dessous du troisième ni-

veau par une conduite, le troisième niveau n'étant pas situé au-dessus du deuxième niveau **caractérisé en ce que** l'appareil comprend au moins une couche d'éléments permettant l'échange de matière et de chaleur (2, 3, 4, 5, 6, 7) et séparant le deuxième niveau de la colonne du premier niveau et au moins une couche d'éléments permettant l'échange de matière et de chaleur (2, 3, 4, 5, 6) et séparant le troisième niveau de la colonne du quatrième niveau, et **caractérisé en ce que** les deux stockages sont contigus.

6. Appareil selon la revendication 5 dans lequel les au moins deux stockages (S1, S2, S3, S4, S5, S6) sont constitués par deux réservoirs dans une virole commune, de préférence ne contenant que des stockages, le fond (P) d'un stockage constituant de préférence le plafond du stockage inférieur.
7. Appareil selon l'une des revendications 5 ou 6 comprenant des moyens de soutien (M) pour les au moins deux stockages (S1, S2, S3, S4, S5, S6) reliés directement au sol (T).
8. Appareil selon l'une des revendications 5 à 7 ne comprenant aucun moyen de pressurisation du liquide à envoyer du niveau intermédiaire de la colonne (K) vers le stockage (S1, S2, S3, S4, S5, S6) et aucun moyen de pressurisation du liquide à envoyer du stockage vers la colonne, l'élévation du stockage étant choisie en fonction du point de soutirage et du point de renvoi du liquide.
9. Appareil selon l'une des revendications 5 à 8 dans lequel les au moins deux stockages (S1, S2, S3, S4, S5, S6) sont reliés l'une à l'autre pour former une structure (S) posée sur le sol.
10. Appareil selon l'une des revendications 5 à 9 dans lequel les au moins deux, de préférence au moins quatre, stockages (S1, S2, S3, S4, S5, S6) forment un corps allongé (S) dont la longueur est égale à au moins la moitié de la longueur de la colonne de séparation d'argon.
11. Appareil selon l'une des revendications 5 à 10 dans lequel au moins un des stockages (S1, S2, S3, S4, S5, S6) et au moins une conduite, voire les deux, reliée(s) au stockage, sont disposés de sorte que le liquide passe de la colonne (K) au stockage et/ou vice versa, sans utiliser une pompe.
12. Appareil selon l'une des revendications 5 à 11 ne comprenant pas de pompe pour transporter de liquide de la colonne aux stockages et/ou des stockages à la colonne.
13. Appareil selon l'une des revendications 5 à 12 dans

lequel les stockages (S1, S2, S3, S4, S5, S6) sont disposés dans une boîte froide dédiée.

14. Appareil selon l'une des revendications 5 à 12 dans lequel les stockages (S1, S2, S3, S4, S5, S6) sont disposés dans une boîte froide avec la colonne de séparation d'argon (K).
15. Appareil selon l'une des revendications 5 à 14 comprenant une pompe (P10) de liquide de cuve de la colonne de séparation d'argon (K), la pompe étant disposée directement en dessous du stockage le plus bas (S1).

Patentansprüche

1. Verfahren zur Argonherstellung durch kryogene Destillation, wobei ein mit Argon angereichertes Gas (ORG), das durch Luftabscheidung in einem Kolonnensystem erzeugt wird, in eine Argonabscheidungskolonne (K) geleitet wird, ein argonreicher Volumenstrom (ARG) am Kopf der Kolonne entnommen wird und eine mit Sauerstoff angereicherte Flüssigkeit (ORL) am Sumpf der Kolonne entnommen und in das Kolonnensystem zurückgeleitet wird, wobei:

i) bei einem ersten Betrieb, wenn, und vorzugsweise nur wenn, die Belastung der Kolonne (K) unter einer ersten Schwelle liegt, Flüssigkeit von der Kolonne an einer ersten Zwischenstufe der Kolonne entnommen wird und in einem ersten Speicher (S1, S2, S3, S4, S5, S6) gespeichert wird, wobei keine Flüssigkeit vom ersten Speicher an die Kolonne geleitet wird, und Flüssigkeit von der Kolonne (K) an einer dritten Zwischenstufe der Kolonne entnommen wird und in einem zweiten Speicher (S1, S2, S3, S4, S5) gespeichert wird, wobei keine Flüssigkeit vom zweiten Speicher an die Kolonne geleitet wird,

ii) bei einem zweiten Betrieb, wenn, und vorzugsweise nur wenn, die Belastung der Kolonne über einer zweiten Schwelle liegt, die größer als die erste Schwelle ist, keine Flüssigkeit von der Kolonne zum ersten Speicher geleitet wird, Flüssigkeit vom ersten Speicher an die Kolonne an eine zweite Zwischenstufe der Kolonne geleitet wird, wobei sich die zweite Stufe unter der ersten Stufe befindet, keine Flüssigkeit von der Kolonne zum zweiten Speicher geleitet wird, Flüssigkeit vom zweiten Speicher an die Kolonne an eine vierte Zwischenstufe der Kolonne geleitet wird, wobei sich die vierte Stufe unter der dritten Stufe befindet und wobei sich die dritte Stufe nicht über der zweiten Stufe befindet, **dadurch gekennzeichnet, dass** die zweite Stufe von der ersten Stufe durch mindestens eine Elementschicht (2, 3, 4, 5, 6, 7) getrennt ist,

- die den Masse- und den Wärmeaustausch ermöglicht, und die vierte Stufe von der dritten Stufe durch mindestens eine Elementschicht (2, 3, 4, 5, 6) getrennt ist, die den Masse- und den Wärmeaustausch ermöglicht.
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei kein Element, das den Massen- und den Wärmeaustausch ermöglicht, zwischen der zweiten und dritten Stufe angeordnet ist.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 und 2, wobei beim ersten Betrieb die Volumenströme von mindestens drei unterschiedlichen Zwischenstufen jeweils in einem entsprechenden Speicher (S1, S2, S3, S4, S5, S6) gespeichert werden und keine Flüssigkeit vom Speicher an die Kolonne geleitet wird, und beim zweiten Betrieb eine Flüssigkeit von jedem der mindestens drei Speicher an eine Stufe der Kolonne (K) geleitet wird, die niedriger ist als jene, an der die Flüssigkeit von der Kolonne entnommen wurde.
4. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche, wobei die Argonabscheidokolonne einen Kopfkondensator (C) umfasst, der durch eine Flüssigkeit, die aus dem Kolonnensystem stammt, mit Flüssigkeit versorgt wird, wobei die im Kopfkondensator (LRV) verdampfte Flüssigkeit gemäß den zwei Betrieben in das Kolonnensystem zurückgeleitet wird, und in dem erfasst wird, ob die Belastungsschwelle der Kolonne überschritten wird, indem der Volumenstrom von verdampfter Flüssigkeit, der zum Kolonnensystem geleitet wird, gemessen wird.
5. Einrichtung zur Argonherstellung durch kryogene Destillation von Luft in einem Kolonnensystem, zum Einsatz eines Verfahrens nach einem der vorstehenden Ansprüche, umfassend eine Argonabscheidokolonne (K), Mittel zum Leiten eines Gases, das Argon und Sauerstoff (ORG) enthält, an die Kolonne, Mittel zum Extrahieren eines mit Argon angereicherten Fluids (ARG) am oberen Ende der Kolonne, Mittel zum Extrahieren einer mit Sauerstoff angereicherten Flüssigkeit (ORL) am Sumpf der Kolonne und mindestens einen ersten und einen zweiten Speicher (S1, S2, S3, S4, S5, S6), die übereinander angeordnet sind, wobei der erste Speicher über eine Leitung mit einer ersten Zwischenstufe der Argonabscheidokolonne und über eine Leitung mit einer zweiten Zwischenstufe der Argonabscheidokolonne unter der ersten Stufe verbunden ist, wobei der zweite Speicher über eine Leitung mit einer dritten Zwischenstufe der Argonabscheidokolonne und über eine Leitung mit einer vierten Zwischenstufe der Argonabscheidokolonne unter der dritten Stufe verbunden ist, wobei sich die dritte Stufe nicht über der zweiten Stufe befindet, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Einrichtung mindestens eine Element-
- schicht umfasst, die den Materie- und den Wärmeaustausch (2, 3, 4, 5, 6, 7) ermöglicht und die zweite Stufe der Kolonne von der ersten Stufe trennt, und mindestens eine Elementschicht, die den Material- und den Wärmeaustausch (2, 3, 4, 5, 6) ermöglicht und die dritte Stufe der Kolonne von der vierten Stufe trennt, und **dadurch gekennzeichnet, dass** die zwei Speicher aneinandergrenzend sind.
6. Einrichtung nach Anspruch 5, wobei die mindestens zwei Speicher (S1, S2, S3, S4, S5, S6) durch zwei Behälter in einer gemeinsamen Ummantelung gebildet sind, die vorzugsweise nur Speicher enthält, wobei der Boden (P) eines Speichers vorzugsweise die Decke des unteren Speichers bildet.
7. Einrichtung nach einem der Ansprüche 5 oder 6, umfassend Stützmittel (M) für die mindestens zwei Speicher (S1, S2, S3, S4, S5, S6), die unmittelbar mit dem Grund (T) verbunden sind.
8. Einrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 7, die kein Mittel zur Druckbeaufschlagung der von der Zwischenstufe der Kolonne (K) zum Speicher (S1, S2, S3, S4, S5, S6) zu leitenden Flüssigkeit und kein Mittel zur Druckbeaufschlagung der vom Speicher zur Kolonne zu leitenden Flüssigkeit umfasst, wobei die Höhe des Speichers in Abhängigkeit vom Entnahmepunkt und vom Flüssigkeitsrückleitungspunkt ausgewählt wird.
9. Einrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 8, wobei die mindestens zwei Speicher (S1, S2, S3, S4, S5, S6) miteinander verbunden sind, um eine auf dem Grund (S) stehende Struktur auszubilden.
10. Einrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 9, wobei die mindestens zwei, vorzugsweise mindestens vier, Speicher (S1, S2, S3, S4, S5, S6) einen länglichen Körper (S) ausbilden, dessen Länge gleich mindestens der Hälfte der Länge der Argonabscheidokolonne ist.
11. Einrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 10, wobei mindestens einer der Speicher (S1, S2, S3, S4, S5, S6) und mindestens eine Leitung, sogar beide, die mit dem Speicher verbunden ist (sind), derart angeordnet sind, dass die Flüssigkeit von der Kolonne (K) an den Speicher und/oder umgekehrt ohne Verwendung einer Pumpe fließt.
12. Einrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 11, die keine Pumpe zur Beförderung von Flüssigkeit von der Kolonne an die Speicher und/oder von den Speichern an die Kolonne umfasst.
13. Einrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 12, wobei die Speicher (S1, S2, S3, S4, S5, S6) in einer

dazu vorgesehenen Coldbox angeordnet sind.

14. Einrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 12, wobei die Speicher (S1, S2, S3, S4, S5, S6) in einer Coldbox mit der Argonabscheidokolonne (K) angeordnet sind.
15. Einrichtung nach einem der Ansprüche 5 bis 14, umfassend eine Pumpe (P10) von Sumpfflüssigkeit der Argonabscheidokolonne (K), wobei die Pumpe unmittelbar unter dem untersten Speicher (S1) angeordnet ist.

Claims

1. Method for producing argon by cryogenic distillation wherein an argon-enriched gas (ORG) produced by air separation in a system of columns is sent to an argon separation column (K), an argon-rich flow (ARG) is drawn off at the top of the column and an oxygen-rich liquid (ORL) is drawn off at the tank of the column and sent back to the system of columns wherein:

i) during a first step, if, preferably only if, the load of the column (K) is below a first threshold, liquid is drawn off from the column at a first intermediate level of the column and stored in a first storage facility (S1, S2, S3, S4, S5, S6), with no liquid being sent from the first storage facility to the column and liquid is drawn off from the column (K) at a third intermediate level of the column and stored in a second storage facility (S1, S2, S3, S4, S5), with no liquid being sent from the second storage facility to the column,

ii) during a second step, if, preferably only if, the load of the column is above a second threshold, greater than the first threshold, no liquid is sent from the column to the first storage facility, liquid is sent from the first storage facility to the column at a second intermediate level of the column, the second level being located below the first level, no liquid is sent from the column to the second storage facility, liquid is sent from the second storage facility to the column at a fourth intermediate level of the column, the fourth level being located below the third level and the third level not being located above the second level **characterised in that** the second level is separated from the first level by at least one layer of elements (2, 3, 4, 5, 6, 7) allowing for the exchange of mass and heat and the fourth level is separated from the third level by at least one layer of elements (2, 3, 4, 5, 6) allowing for the exchange of mass and heat.

2. Method according to claim 1, wherein no element

allowing for the exchange of mass and heat is disposed between the second and third levels.

3. Method according to one of claims 1 and 2, wherein flows of at least three different intermediate levels are each stored in a respective storage facility (S1, S2, S3, S4, S5, S6) during the first step and no liquid is sent from the storage facility to the column and during the second step, a liquid is sent from each one of the at least three storage facilities to a level of the column (K) less than that at which the liquid was drawn off from the column.
4. Method according to one of the preceding claims, wherein the argon separation column comprises a top condenser (C) supplied with liquid by a liquid coming from the system of columns, the liquid vaporised in the top condenser (LRV) being sent back to the system of columns according to the two steps, and wherein it is detected if the load threshold of the column is exceeded by measuring the flow of vaporised liquid sent to the system of columns.
5. Device for producing argon by cryogenic distillation of air in a system of columns, for the implementation of a method according to one of the preceding claims, comprising an argon separation column (K), means for sending a gas containing argon and oxygen (ORG) to the column, means for extracting an argon-enriched fluid (ARG) at the top of the column, means for extracting an oxygen-enriched liquid (ORL) at the tank of the column and at least one first and one second storage facilities (S1, S2, S3, S4, S5, S6), disposed one above the other, the first storage facility being connected to a first intermediate level of the argon separation column by a duct and to a second intermediate level of the argon separation column below the first level by a duct, the second storage facility being connected to a third intermediate level of the argon separation column by a duct and to a fourth intermediate level of the argon separation column below the third level by a duct, the third level not being located above the second level **characterised in that** the device comprises at least one layer of elements allowing for the exchange of mass and heat (2, 3, 4, 5, 6, 7) and separating the second level of the column from the first level and at least one layer of elements allowing for the exchange of mass and heat (2, 3, 4, 5, 6) and separating the third level of the column from the fourth level, and **characterised in that** the two storage facilities are contiguous.
6. Device according to claim 5, wherein the at least two storage facilities (S1, S2, S3, S4, S5, S6) are formed by two reservoirs in a common ferrule, more preferably containing only storage facilities, the bottom (P) of a storage facility more preferably constituting the

ceiling of the lower storage facility.

7. Device according to one of claims 5 or 6 comprising means of support (M) for the at least two storage facilities (S1, S2, S3, S4, S5, S6) connected directly to the ground (T). 5
8. Device according to one of claims 5 to 7 comprising no means of pressurising the liquid to be sent from the intermediate level of the column (K) to the storage facility (S1, S2, S3, S4, S5, S6) and no means of pressurising the liquid to be sent from the storage facility to the column, the elevation of the storage facility being chosen according to the drawing off point and the point for sending the liquid back. 10 15
9. Device according to one of claims 5 to 8, wherein the at least two storage facilities (S1, S2, S3, S4, S5, S6) are connected to one another to form a structure (S) placed on the ground. 20
10. Device according to one of claims 5 to 9, wherein the at least two, more preferably at least four, storage facilities (S1, S2, S3, S4, S5, S6) form an elongated body (S) of which the length is equal to at least half of the length of the argon separation column. 25
11. Device according to one of claims 5 to 10, wherein at least one of the storage facilities (S1, S2, S3, S4, S5, S6) and at least one duct, or even both, connected to the storage facility, are disposed such that the liquid passes from the column (K) to the storage facility and/or vice versa, without using a pump. 30
12. Device according to one of claims 5 to 11 not comprising any pump to transport liquid from the column to the storage facilities and/or from the storage facilities to the column. 35
13. Device according to one of claims 5 to 12, wherein the storage facilities (S1, S2, S3, S4, S5, S6) are disposed in a dedicated cold box. 40
14. Device according to one of claims 5 to 12, wherein the storage facilities (S1, S2, S3, S4, S5, S6) are arranged in a cold box with the argon separation column (K). 45
15. Device according to one of claims 5 to 14 comprising a pump (P10) comprising tank liquid of the argon separation column (K), the pump being disposed directly below the lowest storage facility (S1). 50

55

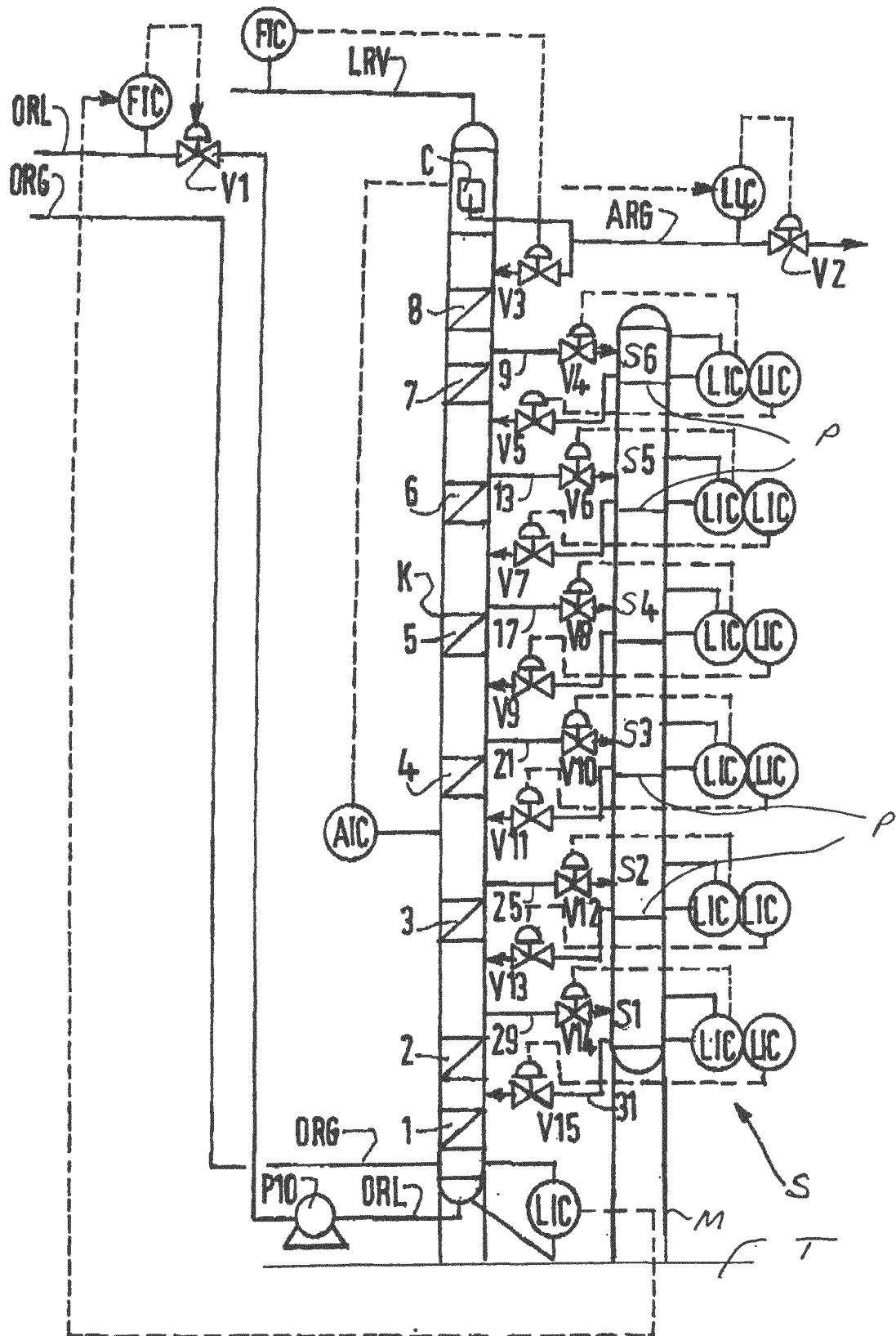


Figure unique