



(11) **EP 1 162 424 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des  
Hinweises auf die Patenterteilung:  
**25.02.2009 Patentblatt 2009/09**

(51) Int Cl.:  
**F25J 3/04** <sup>(2006.01)</sup>

(21) Anmeldenummer: **01113971.4**

(22) Anmeldetag: **08.06.2001**

(54) **Verfahren und Vorrichtung zur Gewinnung von Argon**

Process and device for argon recovery

Procédé et installation de production d'argon

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE TR**

(30) Priorität: **10.06.2000 DE 10028871**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**12.12.2001 Patentblatt 2001/50**

(73) Patentinhaber: **Air Liquide Deutschland GmbH  
40235 Düsseldorf (DE)**

(72) Erfinder:  
• **Sentis, Theo**  
**47804 Krefeld (DE)**  
• **Krey, Joachim**  
**47829 Krefeld (DE)**

- **Möller, Thorsten**  
**41464 Neuss (DE)**
- **Juckel, Jens**  
**47799 Krefeld (DE)**

(74) Vertreter: **Kahlhöfer, Hermann et al**  
**Patentanwälte**  
**Kahlhöfer Neumann**  
**Herzog Fiesser**  
**Postfach 10 33 63**  
**40024 Düsseldorf (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:  
**EP-A- 0 341 512** **EP-A- 0 538 520**  
**EP-A- 0 594 214** **EP-A- 0 684 437**  
**EP-A- 0 786 633** **EP-A- 1 055 891**  
**US-A- 5 592 833**

**EP 1 162 424 B1**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann nach Maßgabe der Ausführungsordnung beim Europäischen Patentamt gegen dieses Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Gewinnung von Argon, bei dem verdichtete, vorgereinigte und abgekühlte Luft in einem Rektifikationssystem mit mindestens einer Rektifiziersäule und einer Rohargonsäule zerlegt wird.

**[0002]** Ein derartiges Verfahren mit Vorrichtung zur Gewinnung von Argon mit bis zu 10 ppm Verunreinigungsanteil ist durch EP 0 377 117 B2 bekannt, bei welchen eine aus dem sogenannten Argonbauch-Bereich einer Niederdrucksäule einer zweistufigen Rektifikation abgezogene argonreiche Sauerstofffraktion einer mit einem Rohargonkondensator ausgerüsteten Rohargonsäule zugeführt und in dieser bei gleichen Druckverhältnissen wie in der Niederdrucksäule mittels von mindestens 150 theoretischen Böden (Stufen) sowie strukturierten Packungen oder Füllkörpern in gasförmiges Rohargon und in eine schwerersiedende erste flüssige Restfraktion zerlegt, wobei die Rohargon einer weiteren Feinreinigung in einer auf konventionelle Weise mit Böden und mit einem Kopfkondensator sowie mit einem Sumpfverdampfer ausgerüsteten Reinargonsäule zur Gewinnung von Reinargon unterzogen wird.

**[0003]** Des Weiteren ist durch die EP 0 628 777 B1 ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Gewinnung von Argon mit bis zu 10 ppm Sauerstoffrestanteil bekannt, bei welchen die aus der Zerlegung von Luft in einem Rektifiziersystem mit mindestens einer Rektifiziersäule gewonnene argonhaltige Sauerstofffraktion in einer Rohargonsäule und einer mit einem Rohargonkondensator ausgerüsteten Halbreinsäule zu einem Argonprodukt zerlegt wird, wobei die Restfraktion der Halbreinsäule als Rücklaufflüssigkeit für die Rohargonsäule Verwendung findet, wobei die Anzahl der zur Argonrektifikation verwendeten theoretische Böden in Form von konventionellen Böden und/oder geordneten Packungen und/oder Füllkörpern in der Rohargon-/Halbreinsäule mindestens 30 bzw. 60 beträgt, sodass kein Rohargonkondensator in der Rohargonsäule erforderlich ist, wodurch der apparative Aufwand verringert und die Betriebskosten gesenkt werden.

**[0004]** Aus der EP 0 594 214 A1 ist zwar eine Anlage zur Argongewinnung bekannt, bei der bei einer Rohargonsäule eine Kopfkühlung durch indirekten Wärmetausch mit verdampfender, auf etwa den Druck einer Niederdrucksäule entspannter Sumpfflüssigkeit einer mit der Niederdrucksäule thermisch gekoppelten Drucksäule erfolgt. Die Zuführung zur Kopfkühlung der Rohargonsäule erfolgt jedoch nicht über einen Sumpfverdampfer in dieser Säule.

**[0005]** Auch aus der US 5,592,833 A ist eine ähnlich aufgebaute Anlage zur Gewinnung von Argon bekannt, bei der allerdings auch die Rohargonsäule kleinen Sumpfverdampfer aufweist und daher eine Kopfkühlung mit im Sumpfverdampfer weiter abgekühlter Flüssigkeit nicht möglich ist.

**[0006]** EP 0 538 520 A1 zeigt ebenfalls eine Luftzer-

legungsanlage, die auch die Gewinnung von Argon ermöglicht. Diese Schrift zeigt eine Rohargonsäule mit einem Sumpfverdampfer und einer Kopfkühlung, jedoch wird die Kopfkühlung unabhängig von dem Sumpfverdampfer betrieben.

**[0007]** Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung der eingangs genannten Art mit einem geringen apparativen Aufwand und niedrigen Betriebskosten zur besonders wirtschaftlichen Gewinnung von Rohargon zur Verfügung zu stellen.

**[0008]** Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren nach Anspruch 1 und durch eine Vorrichtung nach Anspruch 4 gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind in den jeweils abhängigen Ansprüchen angegeben.

**[0009]** Erfindungsgemäß wird der aus der Niederdrucksäule der zweistufigen Rektifiziersäule im Bereich eines sogenannten Argonbauchs unter einem Druck von 1,2 - 1,6 bar abgezogene argonhaltige Sauerstoffstrom durch eine, in der die Niederdrucksäule mit der Rohargonsäule verbindenden Leitung angeordnete Drossel auf einen Druck von etwa 0,9-1,1 bar reduziert und unter diesem Druck in der Rohargonsäule unter Verwendung einer variablen Anzahl von in unterschiedlichen Bereichen angeordneten konventionellen Böden und/oder geordneten Packungen und/oder Füllkörpern zu gasförmiges Rohargon und einer ersten schwerersiedenden flüssigen Restfraktion (Sumpfprodukt) zerlegt.

**[0010]** Das am Kopf der Rohargonsäule vorliegende Rohargon wird durch indirekten Wärmetausch mit einer aus dem Prozess entnommenen Flüssigkeit kondensiert und zumindest teilweise als Rücklaufflüssigkeit wieder in die Kolonnen eingespeist. Ein Teil der kondensierten Rohargonfraktion wird als Produkt abgezogen und zur weiteren Behandlung der Reinargonsäule zugeführt.

**[0011]** Wie vorab bereits beschrieben, ist die Verwendung der aus der Hochdrucksäule entnommenen sauerstoffreichen Flüssigkeit als Kühlmedium für den Rohargonkondensator von Vorteil. Erfindungsgemäß wird zur Verbesserung der Rücklaufverhältnisse in der Rohargonsäule die im unteren Säulenbereich vorliegende flüssige Restfraktion (Sumpfprodukt) mindestens teilweise verdampft.

**[0012]** Zum erfindungsgemäßen Verdampfen des Sumpfprodukts der Rohargonsäule findet die aus dem Sumpf der Hochdrucksäule abgezogene, eventuell noch durch indirekten Wärmeaustausch vorgekühlte sauerstoffreiche Flüssigkeit Verwendung, die nach dem Passieren der Sumpfheizung entspannt und als Kühlmedium dem Rohargonkondensator zugeführt wird.

**[0013]** Im Zusammenhang mit der Erfindung ist es besonders vorteilhaft, wenn die gesamte zur Verfügung stehende Sumpfflüssigkeit der Drucksäule zum Rohargonkondensator (Kopfkondensator Rohargonsäule) gefahren wird, da in diesem Fall die Sauerstoffkonzentration des Flüssigbades, in dem der Rohargonkondensator aufgehängt ist, sinkt und somit die Kondensation des Rohargons bei tieferen Temperaturen und damit bei einem niedrigeren Druck in der Rohargonsäule ermöglicht.

**[0014]** Zudem ist es besonders vorteilhaft, wenn eventuell vorhandene Flüssigluftfraktion zumindest teilweise in die Drucksäule eingespeist wird, da auch diese Maßnahme die Sauerstoffkonzentration im Bad des Kopfkondensators der Rohargonsäule absenkt.

**[0015]** Als zusätzliches Heizmedium für die vorab beschriebene Sumpfheizung kann besonders vorteilhaft auch ein in der Luftzerlegungsanlage vorhandener Hochdruckluftstrom von 10 bis 100 bar vor seiner Entspannung und Aufteilung auf weitere Rektifiziersäulen verwendet werden.

**[0016]** Der Vorteil der erfindungsgemäßen Sumpfverdampfung in der Rohargonsäule unter Verwendung von aus der Drucksäule eingespeisten Sauerstoff besteht insbesondere darin, dass die Rektifikationsverhältnisse in der Rohargonsäule ohne negative Beeinflussung des Rektifikationsprozesses in der Niederdrucksäule wesentlich verbessert werden.

**[0017]** Dabei wird die Auftriebsgasmenge und damit das Rücklaufverhältnis in der Rohargonsäule erhöht, ohne dass der aus der Niederdrucksäule abgezogene argonhaltige Sauerstoffstrom zur Beschickung der Rohargonsäule vergrößert werden muss.

**[0018]** Folglich wird auch der aus der Niederdrucksäule im abgezogenen Seitengas enthaltene Stickstoffanteil nicht zusätzlich erhöht, wodurch die bisher am Kopf der Rohargonsäule zu verzeichnende Stickstoffanreicherung (Faktor 28-36) und damit eine den störungsfreien Betrieb des Rohargonkondensators beeinträchtigende sowie eine die Weiterbearbeitung erschwerende Stickstoffanreicherung im Rohargonprodukt vermieden wird.

**[0019]** Zur Gewinnung von gasförmigen und flüssigen Argon mit 0,1 bis 10 ppm Restsauerstoff wird das am Kopf der Rohargonsäule verflüssigte Rohargon einer Feinreinigung in einer mit einer variablen Anzahl von in unterschiedlichen Bereichen angeordneten konventionellen Böden und/oder geordneten Packungen und/oder Füllkörpern, einem Reinargonkondensator und einem Sumpfverdampfer ausgerüsteten Reinargonsäule unterzogen, bei der das Rohargon in Reinargon und in eine zweite leichtersiedende Restfraktion zerlegt wird.

**[0020]** Das am Kopf der Reinargonsäule vorliegende gasförmige Stickstoff-Argon-Gemisch wird durch indirekten Wärmeaustausch im Reinargonkondensator (Kopfkondensator Reinargonsäule) verflüssigt, wobei die verflüssigte Fraktion als Rücklauf wieder in die Reinargonsäule eingespeist und der nicht verflüssigte Anteil als gasförmiger Spülstrom in die Anlagenumgebung abgeblasen wird.

**[0021]** Zum Kühlen des Reinargonkondensators findet ein aus der Hochdrucksäule entnommener gasförmiger Strom Verwendung, der zunächst im Verdampfer der Reinargonsäule kondensiert und anschließend in den Reinargonkondensator hinein entspannt wird.

**[0022]** Zur Erzeugung des für den Betrieb der Reinargonsäule benötigten Auftriebgases wird das im Säulensumpf anfallende Flüssigprodukt durch indirekten Wärmeaustausch im Verdampfer der Reinargonsäule teilweise

verdampft. Der nicht verdampfte Anteil an Sumpfflüssigkeit kann als flüssiges Reinargonprodukt abgezogen werden.

**[0023]** Zur Erzeugung des für die Feinreinigung des Rohargons in der Reinargonsäule benötigten Druckes wird das aufgrund der zwischen der Roh- und Reinargonsäule bestehenden Höhendifferenz aufgebaute hydrostatische Potential genutzt.

**[0024]** Die erfindungsgemäß druckreduzierte Argongewinnung kann mit einer wesentlich verringerten Anzahl von theoretischen Böden in Form von in einer variablen Anzahl in unterschiedlichen Bereichen der Rohargonsäule angeordneten konventionellen Böden und/oder geordneten Packungen und/oder Füllkörper erfolgen, wodurch die Bauhöhe der Rohargonsäule wesentlich verringert und damit der apparative und verfahrenstechnische Aufwand gesenkt wird, sodass eine kostengünstige Gewinnung von Argon mit 0,1 bis 10 ppm Restsauerstoffanteil gewährleistet wird.

**[0025]** Die Erfindung wird im folgenden anhand eines in der Zeichnung dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

**[0026]** Die Figur der Zeichnung zeigt ein Verfahrensschema einer erfindungsgemäßen Argon-Gewinnung.

**[0027]** Ein aus einer, in einem Rektifiziersystem mit einer Drucksäule 1 durch einen Kondensator thermisch gekoppelten Niederdrucksäule 2 im Bereich des sogenannten Argonbauches unter einen Druck von etwa 1,2 bis 1,6 bar und einem Argongehalt von 8-14 % über eine Leitung 3 abgezogener Sauerstoffstrom wird durch eine in der Leitung 3 angeordnete, beispielsweise als Ventil oder Klappe ausgebildete Drossel 4 auf einen Druck von etwa 0,9 bis 1,1 bar reduziert und unter diesem Druck in eine Rohargonsäule 5 eingespeist und in dieser unter Verwendung einer variablen Anzahl von unterschiedlich angeordneten konventionellen Böden und/oder geordneten Packungen und/oder Füllkörpern in gasförmiges Rohargon 6 (Kopffraktion) und in eine erste flüssige Restfraktion 7 (Sumpfprodukt) rektifiziert.

**[0028]** Das am Kopf der Rohargonsäule 5 vorliegende Rohargon 6 mit 0,1 bis 10 ppm Restsauerstoffgehalt wird durch indirekten Wärmeaustausch mit einer aus dem Prozess entnommenen Flüssigkeit kondensiert und zumindest teilweise als Rücklaufflüssigkeit wieder in die Rohargonsäule 5 eingespeist.

**[0029]** Zur Kondensation des Rohargons 6 wird aus dem Sumpf der Drucksäule 1 über Leitung 9 zugeführte Flüssigkeit verwendet, die dazu über ein Ventil in den Raum eines Rohargonkondensators 10 hinein entspannt wird. Ein Teil der kondensierten Rohargonfraktion wird über Leitung 15 als sauerstoffarmes Rohargonvorprodukt abgezogen und zur weiteren Behandlung einer Reinargonsäule 16 zugeführt.

**[0030]** Zur Optimierung der Rücklaufverhältnisse in der Rohargonsäule 5 wird die im unteren Bereich der Rohargonsäule 5 vorliegende flüssige Restfraktion 7 zumindest teilweise in einem Verdampfer durch einen Prozeßstrom verdampft. Erfindungsgemäß findet als Ver-

dampfungsmittel aus dem Sumpf der Drucksäule 1 abgezogene sauerstoffreiche Flüssigkeit Verwendung, welche erst nach dem Passieren des Verdampfers und vor dem Eintritt in den Rohargonkondensator 10 entspannt wird.

**[0031]** Besonders vorteilhaft kann zusätzlich auch ein in der Luftzerlegungsanlage vorhandener, unter einem Druck von 10 bis 100 bar stehender Luftstrom zum Betrieb des Sumpfverdampfers 11 in der Rohargonsäule 5 Verwendung finden. Dieser Hochdruckluftstrom wird erst nach dem Passieren des Verdampfers entspannt und auf die Druck- und Niederdrucksäule 1, 2 aufgeteilt. Der in der Rohargonsäule 5 nicht verdampfte Anteil an flüssiger Restfraktion 7 wird als Rücklauf mittels einer Fördereinrichtung 14 über eine Leitung 13 wieder in die Niederdrucksäule 2 eingespeist.

**[0032]** Ein Teil des im Rohargonkondensator 10 verflüssigten Rohargons 6 wird als sauerstoffarmes Argonvorprodukt mit einem Restsauerstoffgehalt von 0,1 bis 10 ppm über die Leitung 15 in die Reinargonsäule 16 eingespeist. Die Reinargonsäule 16 ist dabei so weit unterhalb des Rohargonkondensators 10 angeordnet, dass die geodätische Höhe der Flüssigkeitssäule von Reinargon den Druckunterschied zwischen der Rohargon- und Reinargonsäule 5, 16 sowie die beim Transport der Flüssigkeit entstehenden Druckverluste ausgleicht. Die Reinargonsäule 16 ist mit einer variablen Anzahl von unterschiedlich angeordneten konventionellen Böden und/oder geordneten Packungen und/oder Füllkörpern ausgerüstet und trennt das eintretende sauerstoffarme Rohargonprodukt in ein Argon-Stickstoff-Gemisch 17 und in ein sauerstoff- und stickstoffarmes Reinargonprodukt, das als flüssiges Reinargonprodukt 27 aus dem Sumpf der Reinargonsäule 16 abgezogen wird.

**[0033]** Das am Kopf der Reinargonsäule 16 vorliegende gasförmige Argon-Stickstoff-Gemisch 17 wird durch indirekten Wärmetausch in einem Reinargonkondensator 21 teilweise verflüssigt, wobei die verflüssigte Fraktion als Rücklauf wieder in die Reinargonsäule 16 eingespeist wird und der nicht verflüssigte Anteil als gasförmiger Stickstoff-Spülstrom über eine Leitung 22 in die Anlagenumgebung abgeblasen wird. Zum Kühlen des Reinargonkondensators 21 findet eine aus der Drucksäule 1 über eine Leitung 23 zugeführte gasförmige Fraktion Verwendung, welche zunächst in einem Reinargonverdampfer 24 kondensiert, bevor diese über eine mit ein an einem Entspannungsventil 25 versehene Leitung 26 in den Reinargonkondensator 21 hinein entspannt wird.

**[0034]** Eine im Sumpf der Reinargonsäule 16 anfallende flüssige Restfraktion 18 wird teilweise im Reinargonverdampfer 24 verdampft und der nicht verdampfte Flüssigkeitsanteil als flüssiges Reinargonprodukt 27 abgezogen.

**[0035]** Die erfindungsgemäße Argon-Gewinnung mit zusätzlicher Rohargonsäulen-Sumpfverdampfung ist in allen gebräuchlichen Luftzerlegungsanlagen mit einem eine Drucksäule aufweisenden Rektifiziersystem mit mindestens einer Rektifiziersäule und einer Rohargon-

säule mit den aufgezeigten Vorteilen einsetzbar.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Gewinnung von Argon, bei dem verdichtete, vorgereinigte und abgekühlte Luft in einem eine Drucksäule (1) aufweisenden Rektifiziersystem mit mindestens einer Rektifiziersäule und einer Rohargonsäule (5) zerlegt wird, wobei

a) ein aus einer Niederdrucksäule (2) der Rektifiziersäule abgezogener argonhaltiger Sauerstoffstrom (3) in der mit Rektifizierelementen in Form von konventionellen Böden und/oder geordneten Packungen und/oder Füllkörpern ausgestatteten Rohargonsäule (5) in Rohargon (15) und in eine erste schwerersiedende flüssige Restfraktion (7) zerlegt wird,

b) eine Kopfkühlung der Rohargonsäule (5), in der der Druck geringer ist als der Druck in der Niederdrucksäule (2), durch indirekten Wärmetausch (10) mit verdampfender, auf etwa den Druck der Niederdrucksäule (2) entspannter Sumpfflüssigkeit der mit der Niederdrucksäule (2) thermisch gekoppelten Drucksäule (1) erfolgt, und

c) die im unteren Bereich der Rohargonsäule (5) vorliegende flüssige Restfraktion (7) zumindestens teilweise verdampft wird,

**dadurch gekennzeichnet, dass** das vom Kopf der Rohargonsäule (5) in eine Reinargonsäule (16) eingeleitete Rohargon in Reinargon (27) und in eine zweite leichtersiedende Restfraktion (22) zerlegt wird und

dass die Verdampfung der flüssigen Restfraktion (7) zumindest teilweise durch einen aus der Drucksäule (1) zugeführten Prozeßstrom (9) erfolgt, wobei als Prozeßstrom aus dem Sumpf der Drucksäule (1) abgezogener und gekühlter sauerstoffreicher Flüssigstrom Verwendung findet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** der argonhaltige Sauerstoffstrom (3) in der Rohargonsäule (5) unter einem Druck von etwa 0,9 bis 1,1 bar rektifiziert wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine Druckreduzierung (4) des aus der Niederdrucksäule (2) abgezogenen argonhaltigen Sauerstoffstroms (3) vor dessen Einspeisung in die Rohargonsäule (5) erfolgt.

4. Vorrichtung zur Gewinnung von Argon nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3 mit

einem eine Drucksäule (1) aufweisenden Rektifizier-  
 system mit mindestens einer Rektifiziersäule und ei-  
 ner Rohargonsäule (5), wobei eine Niederdrucksäule  
 (2) des Rektifiziersystems verbunden ist mit einer  
 Leitung (3) zur Einspeisung eines argonhaltigen  
 Sauerstoffstroms in die mit einer variablen Anzahl  
 von unterschiedlich angeordneten konventionellen  
 Böden und/oder geordneten Pakkungen und/oder  
 Füllkörpern, einem Kopf-Kondensator (10) und ei-  
 nem im Bereich einer flüssigen Restfraktion (7) an-  
 geordneten Sumpfverdampfer (11), ausgestattete  
 Rohargonsäule (5), welche außerdem durch eine  
 Leitung (15) zur Einspeisung von Rohargon mit einer  
 mit einer variablen Anzahl von unterschiedlich an-  
 geordneten konventionellen Böden und/oder geord-  
 neten Pakkungen und/oder Füllkörpern, einem Kon-  
 densator (21) und einem Sumpfverdampfer (24)  
 ausgerüsteten Reinargonsäule (16) verbunden ist,  
 wobei die Roh- und Reinargonsäule (5, 16) mittels  
 eines Leitungssystems über mindestens einen Wär-  
 metauscher mit der Rektifiziersäule verbunden sind,  
 wobei die Niederdrucksäule (2) und die Drucksäule  
 (1) thermisch gekoppelt sind, wobei die die Nieder-  
 drucksäule (2) mit der Rohargonsäule (5) verbindende  
 Leitung (3) ein Mittel zur Druckreduzierung (4)  
 des argonhaltigen Sauerstoffstroms aufweist, und  
 wobei eine Leitung (9) den Sumpf der Drucksäule  
 (1) eingangsseitig mit dem Sumpfverdampfer (11) in  
 der Rohargonsäule (5) verbindet, der ausgangs-  
 seitig mit einem Raum um den Kopf-Kondensator (10)  
 der Rohgassäule (5) verbunden ist.

5. Vorrichtung nach Anspruch 4,

**dadurch gekennzeichnet, dass**

das in der Leitung des argonhaltigen Sauerstoffstroms (3) angeordnete Mittel zur Druckreduzierung eine, vorzugsweise als Ventil oder Klappe ausgebildete Drossel (4) ist.

6. Vorrichtung nach Anspruch 4 oder 5,

**dadurch gekennzeichnet, dass**

der durch eine Leitung (26) mit dem Reinargonkondensator (21) der Reinargonsäule (16) verbundene Reinargonverdampfer (24) über eine Leitung (23) mit der Drucksäule (1) verbunden ist.

## Claims

1. Process for obtaining argon, in which compressed, pre-cleaned and cooled air is fractionated in a rectification system having a pressure column (1), with at least one rectifier column and a crude argon column (5), in which

a) an argon-containing oxygen stream (3) which is extracted from a low-pressure column (2) of the rectifier column is fractionated, in the crude

argon column (5) which is equipped with rectifier elements in the form of conventional plates and/or ordered packing and/or random packing, into crude argon (15) and a first relatively high-boiling liquid residual fraction (7),

b) top cooling of the crude argon column (5), in which the pressure is lower than the pressure in the low-pressure column (2), is effected by indirect heat exchange (10) with evaporating bottom liquid, which is expanded to approximately the pressure of the low-pressure column (2), of a pressure column (1) which is thermally coupled to the low-pressure column (2), and

c) the liquid residual fraction (7), which is present in the lower region of the crude argon column (5), is at least partially evaporated,

## characterized in that

the crude argon which is introduced from the top of the crude argon column (5) into a pure argon column (16) is fractionated into pure argon (27) and into a second, lower-boiling residual fraction (22), and that the evaporation of the liquid residual fraction (7) is effected at least partially by a process stream (9) fed out of the pressure column (1), an oxygen-rich liquid stream which is removed from the bottom of the pressure column (1) and cooled being used as process stream.

2. Process according to Claim 1, **characterized in that** the argon-containing oxygen stream (3) is rectified in the crude argon column (5) under a pressure of approximately 0.9 to 1.1 bar.

3. Process according to Claim 1 or 2, **characterized in that** a reduction in the pressure (4) of the argon-containing oxygen stream (3) which is extracted from the low-pressure column (2) takes place before the stream is fed into the crude argon column (5).

4. Apparatus for obtaining argon as described in one of Claims 1 to 3, with a rectification system having a pressure column (1), with at least one rectifier column and a crude argon column (5), in which a low-pressure column (2) of the rectification system is connected to a line (3) for feeding an argon-containing oxygen stream into the crude argon column (5), which is equipped with a variable number of differently arranged conventional plates and/or ordered packing elements and/or random packing elements, a top condenser (10) and a bottom evaporator (11) arranged in the region of a liquid residual fraction (7), which is furthermore connected by a line (15) for feeding crude argon to a pure argon column (16), which is equipped with a variable number of differently arranged conventional plates and/or ordered packing elements and/or random packing elements, a condenser (21) and a bottom evaporator (24), the

crude and pure argon columns (5, 16), being connected to the rectifier column by means of a system of lines via at least one heat exchanger, the low-pressure column (2) and the pressure column (1) being thermically coupled, the line (3) which connects the low-pressure column (2) to the crude argon column (5) having a means for reducing the pressure (4) of the argon-containing oxygen stream and a line (9) connecting the bottom of the pressure column (1) on the input side to the bottom evaporator (11) in the crude argon column (5), the bottom evaporator being connected on the output side to a space around the top condenser (10) of the crude argon column (5).

5. Apparatus according to Claim 4, **characterized in that** the pressure-reduction means arranged in the line of the argon-containing oxygen stream (3) is a restrictor (4), which is preferably designed as a valve or flap.
6. Apparatus according to Claim 4 or 5, **characterized in that** the pure argon evaporator (24), which is connected to the pure argon condenser (21) of the pure argon column (16) by a line (26), is connected to the pressure column (1) via a line (23).

#### Revendications

1. Procédé d'extraction d'argon, dans lequel de l'air pré-comprimé, pré-épuré et refroidi est décomposé dans un système de rectification comportant une colonne de pression (1) avec au moins une colonne de rectification et une colonne d'argon brut (5),
  - a) un flux d'oxygène (3) contenant de l'argon soutiré d'une colonne basse pression (2) de la colonne de rectification étant décomposé, dans la colonne d'argon brut (5) équipée d'éléments de rectification sous la forme de fonds conventionnels et/ou de garnissages ordonnés et/ou de corps de remplissage, en argon brut (15) et en une première fraction radicale (7) liquide à ébullition plus difficile,
  - b) un refroidissement de tête de la colonne d'argon brut (5) dans laquelle la pression est inférieure à la pression dans la colonne basse pression (2) s'effectuant par échange thermique (10) indirect avec du liquide de pied s'évaporant, détendu à approximativement la pression de la colonne basse pression (2) de la colonne de pression (1) thermiquement couplée avec la colonne basse pression (2), et
  - c) la fraction radicale (7) présente dans la zone inférieure de la colonne d'argon brut (5) étant au moins partiellement évaporée,

**caractérisé en ce que**

l'argon brut introduit à partir de la tête de la colonne d'argon brut (5) dans une colonne d'argon pur (16) est décomposé en argon pur (27) et en une deuxième fraction radicale (22) à ébullition plus facile, et **en ce que** l'évaporation de la fraction radicale liquide (7) s'effectue au moins en partie par un flux de processus (9) alimenté à partir de la colonne de pression (1), un flux liquide riche en oxygène, soutiré dans le pied de la colonne de pression (1) et refroidi étant utilisé comme flux de processus.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le flux d'oxygène (3) contenant de l'argon est rectifié dans la colonne d'argon brut (5), sous une pression d'environ 0,9 à 1,1 bar.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce qu'il** s'effectue une réduction de pression (4) du flux d'oxygène (3) contenant de l'argon soutiré dans la colonne basse pression (2) avant son alimentation dans la colonne d'argon brut (5).
4. Dispositif d'extraction d'argon d'après un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, avec un système de rectification comportant une colonne de pression (1) avec au moins une colonne de rectification et une colonne d'argon brut (5), une colonne basse pression (2) du système de rectification étant reliée avec un conduit (3) pour l'alimentation d'un flux d'oxygène contenant de l'argon dans la colonne d'argon brut (5) équipée d'un nombre variable de fonds conventionnels disposés de différentes façons et/ou de garnissages ordonnés et/ou de corps de remplissage, d'un condenseur de tête (10) et d'un évaporateur de pied (11) disposé dans la zone d'une fraction radicale liquide (7), la colonne d'argon brut étant en outre reliée par un conduit (15) pour l'alimentation d'argon brut avec une colonne d'argon pur (16) comportant un nombre variable de fonds conventionnels disposés de différentes façons et/ou de garnissages ordonnés et/ou de corps de remplissage, un condenseur (21) et un évaporateur de pied (24), les colonnes d'argon brut et d'argon pur (5, 16) étant reliées au moyen d'un système de conduits via au moins un échangeur thermique avec la colonne de rectification, la colonne basse pression (2) et la colonne de pression (1) étant thermiquement couplées, le conduit (3) reliant la colonne basse pression (2) à la colonne d'argon brut (5) comportant un moyen de réduction de pression (4) du flux d'oxygène contenant de l'argon, et un conduit (9) reliant le pied de la colonne de pression (1) côté entrée avec l'évaporateur de pied (11) dans la colonne d'argon brut (5), qui est relié côté sortie avec un espace autour du condenseur de tête (10) de la colonne d'argon brut (5).
5. Dispositif selon la revendication 4,

**caractérisé en ce que**

le moyen disposé dans le conduit (3) du flux d'oxygène contenant de l'argon pour la réduction de la pression est un restricteur (4) conçu de préférence comme soupape ou clapet.

5

6. Dispositif selon la revendication 4 ou 5,

**caractérisé en ce que** l'évaporateur d'argon pur (24) relié par un conduit (26) avec le condenseur d'argon pur (21) de la colonne d'argon pur (16) est relié via un conduit (23) avec la colonne de pression (1).

10

15

20

25

30

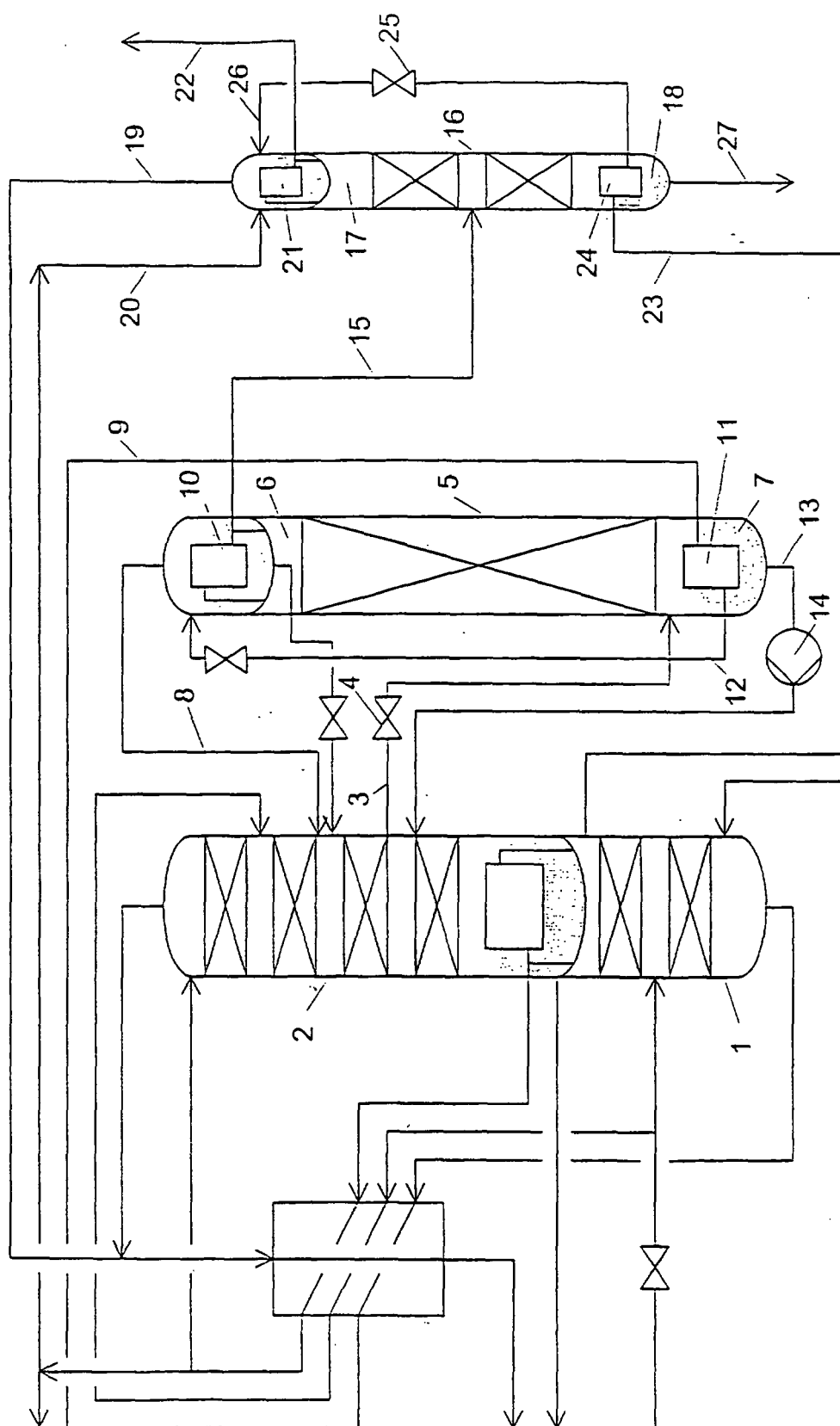
35

40

45

50

55



FIGUR

**IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente**

- EP 0377117 B2 [0002]
- EP 0628777 B1 [0003]
- EP 0594214 A1 [0004]
- US 5592833 A [0005]
- EP 0538520 A1 [0006]