

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 650 378

②1 N° d'enregistrement national :

89 10221

⑤1 Int Cl⁵ : F 25 J 3/04; C 01 B 23/00.

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 28 juillet 1989.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 5 du 1^{er} février 1991.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

⑦1 Demandeur(s) : L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME
POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDES
GEORGES CLAUDE. — FR.

⑦2 Inventeur(s) : Odile Guillemot.

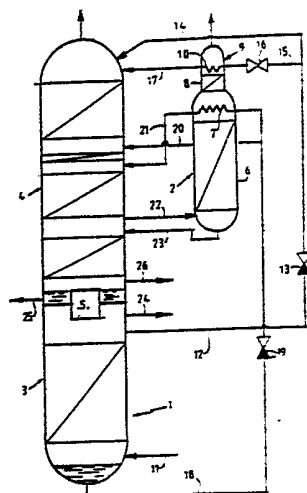
⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) :

⑤4 Installation de distillation d'air produisant de l'argon.

⑤7 La colonne de production d'argon impur 2 est surmontée
d'un tronçon de colonne auxiliaire 9 refroidi en tête par
vaporisation de liquide pauvre soutiré en tête de la colonne
moyenne pression 3 et détendu.

Application à l'adjonction de moyens de production argon à
une double colonne de distillation d'air.



La présente invention est relative à une installation de distillation d'air, du type comprenant une double colonne de distillation d'air comprenant elle-même une colonne moyenne pression et une colonne basse pression, et une colonne de production d'argon impur reliée à la colonne basse pression et comportant un condenseur de tête principal refroidi par vaporisation de liquide riche détendu soutiré en cuve de la colonne moyenne pression.

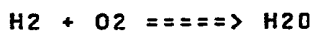
La solution classique pour obtenir de l'argon consiste à soutirer, par une conduite dite de piquage argon située à un niveau intermédiaire de la colonne basse pression, une vapeur de concentration en argon voisine de 10 % et ayant une faible concentration en azote ($< 0,1 \%$). Cette vapeur est envoyée en cuve d'une colonne de production d'argon impur, dite "colonne de mixture", et se concentre en ses constituants les plus légers ($N_2 + Ar$) par contact au travers des plateaux avec un liquide qui s'enrichit en oxygène. Ce liquide est obtenu par liquéfaction d'une partie de la vapeur de tête de colonne dans un condenseur dont les frigories sont apportées par la vaporisation à basse pression du liquide riche soutiré en cuve de colonne moyenne pression, après sous-refroidissement à $-185^\circ C$ environ.

La mixture argon (argon impur) soutirée en tête de colonne de mixture a un débit environ 30 fois plus petit que le débit du piquage argon et a la composition type suivante (en moles) :

30	N_2	3 %
	Ar	95 %
	O_2	2 %

Le liquide de cuve de la colonne de mixture est renvoyé à la colonne basse pression.

La phase finale d'obtention d'argon pur sous forme liquide consiste, dans une première étape, à éliminer l'oxygène par conversion catalytique en eau dans un système dit "DEOXO" en présence d'hydrogène en excès selon la réaction :



Après dessiccation, le mélange, qui ne contient plus que de l'azote, de l'argon et des traces d'hydrogène, est refroidi et envoyé dans une colonne de distillation où l'on retrouve l'argon sous forme liquide en cuve et les gaz légers en tête.

Pour assurer le bon fonctionnement du "DEOXO", et aussi pour limiter la consommation d'hydrogène dans cet appareil, il est préférable que la concentration molaire en oxygène de la mixture ne dépasse pas 2 à 3 pour cent. De plus, pour assurer le reflux de la colonne de mixture, il faut un certain écart de température au condenseur entre le liquide riche qui se vaporise et la vapeur de tête de colonne. Il faut donc que cette vapeur de tête ne soit pas trop riche en azote, et par conséquent que la teneur en azote du piquage, environ 30 fois plus faible en raison du très fort taux de reflux, soit très petite. On peut accepter une teneur en azote de l'ordre de 0,1 % au piquage argon, ce qui donne $0,1 \% \times 30 = 3 \%$ dans la mixture argon.

Si cette condition ne pose pas de problème dans la conception d'installations nouvelles, il n'en est pas de même lorsqu'il s'agit d'adjoindre des moyens de production d'argon à une double colonne existante qui n'était pas prévue pour cela.

L'invention a pour but de permettre dans tous les cas de faire produire de l'argon à une installation à double colonne, au prix d'une perturbation

minimale du fonctionnement de la double colonne.

A cet effet, l'invention a pour objet une installation de distillation d'air du type précité, caractérisée en ce qu'elle comprend un tronçon de colonne auxiliaire alimenté à base par la vapeur de tête de la colonne de production d'argon impur et équipé d'un condenseur de tête auxiliaire, des moyens pour alimenter ce condenseur auxiliaire avec un second liquide plus pauvre en oxygène que le liquide riche, prélevé dans la colonne moyenne pression et détendu, et des moyens pour renvoyer en reflux dans la colonne de production d'argon impur le liquide de cuve dudit tronçon auxiliaire.

Un exemple de réalisation de l'invention va maintenant être décrit en regard du dessin annexé, sur lequel la Fig. unique représente schématiquement une installation conforme à l'invention.

L'installation représentée au dessin comprend essentiellement une double colonne 1 de distillation d'air associée à une colonne de mixture 2. La double colonne comprend une colonne moyenne pression 3, fonctionnant aux environs de 6 bars absolus, surmontée d'une colonne basse pression 4, fonctionnant un peu au-dessus de la pression atmosphérique. La vapeur de tête (azote) de la colonne 3 est mise en relation d'échange thermique indirect avec le liquide de cuve (oxygène) de la colonne 4 au moyen d'un vaporiseur-condenseur 5.

La colonne de mixture 2 est contenue dans une virole 6 et possède un condenseur de tête principal 7. La virole 6 se prolonge vers le haut au-dessus du condenseur 7 en une virole auxiliaire 8 de diamètre réduit qui définit un tronçon auxiliaire 9 de distillation à quelques plateaux théoriques, concrétisés par

des plateaux de distillation ou par un garnissage, et équipé d'un condenseur de tête auxiliaire 10.

5 L'air à séparer, épuré en eau et en anhydride carbonique, comprimé à environ 6 bars absolus et refroidi au voisinage de son point de rosée, pénètre dans le bas de la colonne 3 par une conduite 11. Du liquide pauvre, constitué d'azote presque pur, est soutiré du sommet de la colonne 3 par une conduite 12 et détendu dans une vanne de détente 13. Une partie 10 de ce liquide pauvre détendu est envoyée en reflux au sommet de la colonne basse pression 4 via une conduite 14 ; le reste est envoyé dans le condenseur 10 via une conduite 15 équipée d'une vanne 16, pour y être vaporisé, puis dans la colonne 4 via une conduite 17.

15 Du liquide riche, constitué d'air enrichi en oxygène, est soutiré en cuve de la colonne 3 par une conduite 18 et détendu dans une vanne de détente 19. Une partie du liquide détendu est envoyée en reflux dans la colonne 4 via une conduite 20, et le reste est 20 envoyé dans le condenseur 7 pour y être vaporisé puis dans la colonne 4, via une conduite 21.

La colonne 2 est alimentée à sa base par une vapeur prélevée à un niveau intermédiaire de la colonne 4 au moyen d'une conduite de piquage argon 22. 25 Le liquide de cuve retourne dans la colonne 4, à peu près au même niveau, via une conduite 23.

On a également représenté au dessin une conduite 24 de soutirage d'azote gazeux moyenne pression et des conduites 25, 26 de soutirage d'oxygène basse 30 pression sous formes liquide et gazeuse respectivement.

On supposera que la teneur en azote de la vapeur prélevée dans la colonne 4 au niveau du piquage argon 22 est trop élevée pour permettre la condens-

tion d'une mixture à moins de 2 % d'oxygène au moyen du liquide riche détendu, cette teneur en azote étant par exemple de l'ordre de 1 pour cent. Une telle situation peut notamment se produire lorsqu'il s'agit de compléter une double colonne existante par des moyens de production d'argon.

Avec l'installation décrite ci-dessus, l'essentiel de la séparation oxygène-argon s'effectue dans la colonne 2. La teneur en azote en tête de cette colonne est celle correspondant à la température du liquide riche détendu qui se vaporise dans le condenseur principal 7, et cette teneur en azote est trop faible par rapport à celle imposée par le bilan matière de la colonne 2 pour un débit correspondant à la production de mixture argon. L'enrichissement en azote de la vapeur se poursuit dans le tronçon auxiliaire 9, grâce au reflux assuré par la vaporisation dans le condenseur auxiliaire 10 de liquide pauvre détendu, cette vaporisation se produisant, pour une même pression après détente qui est sensiblement celle de la colonne 4, à une température plus basse que celle du condenseur principal 7. On remarque que le reflux de la colonne 2 est assuré à la fois par le liquide condensé par le condenseur 7, et par le liquide produit à la base du tronçon 9.

Bien entendu, le liquide riche et le liquide pauvre peuvent être sous-refroidis, comme il est classique dans la technique, avant d'être détendus.

En variante, le calcul peut montrer qu'il suffit de détendre le liquide pauvre à une pression intermédiaire entre celles des colonnes 3 et 4 pour produire le reflux du tronçon 9. On alimente alors le condenseur 10 au moyen d'une conduite distincte de la conduite 12, munie de sa propre vanne

6

de détente, et on équipe la conduite 17 d'une vanne de détente supplémentaire.

En variante également, le tronçon auxiliaire 9 peut être disposé dans une virole distincte de la virole 6.

L'adjonction de moyens de production d'argon à une double colonne existante modifie les paramètres de fonctionnement de celle-ci de manière parfois difficile à prévoir. Il existe ainsi des cas limites où l'on n'est pas sûr de la teneur réelle en azote que l'on obtiendra au piquage argon. Dans de tels cas, il est avantageux de prévoir le tronçon auxiliaire 9, en partant de l'hypothèse défavorable où cette teneur en azote est trop élevée. Si, en fonctionnement, cette teneur s'avère suffisamment basse, au moins pour certaines marches de l'installation, il suffit de fermer la vanne 16. L'installation produit alors la mixture argon convenable de manière classique, au moyen de la seule colonne 2.

REVENDICATIONS

1. Installation de distillation d'air, du type comprenant une double colonne de distillation d'air (1) comprenant elle-même une colonne moyenne pression (3) et une colonne basse pression (4), et une
5 colonne de production d'argon impur (2) reliée à la colonne basse pression et comportant un condenseur de tête principal (7) refroidi par vaporisation de liquide riche détendu, soutiré en cuve de la colonne moyenne pression, caractérisée en ce qu'elle comprend
10 un tronçon de colonne auxiliaire (9) alimenté à sa base par la vapeur de tête de la colonne de production d'argon impur (2) et équipé d'un condenseur de tête auxiliaire (10), des moyens (15) pour alimenter ce condenseur auxiliaire avec un second liquide plus
15 pauvre en oxygène que le liquide riche, prélevé dans la colonne moyenne pression (3) et détendu, et des moyens pour renvoyer en reflux dans la colonne de production d'argon impur le liquide de cuve dudit tronçon auxiliaire.

20 2. Installation suivant la revendication 1, caractérisée en ce que ledit tronçon auxiliaire (9) est contenu dans la même virole (6, 8) que la colonne de production d'argon impur (2), au-dessus du condenseur principal (7).

25 3. Installation suivant la revendication 2, caractérisée en ce que ladite virole (6, 8) a un diamètre réduit au-dessus du condenseur principal (7).

30 4. Installation suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que ledit second liquide est du liquide pauvre soutiré en tête de la colonne moyenne pression (3).

