



(19)

Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

**EP 0 628 777 B1**

(12)

**EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:  
**04.11.1998 Patentblatt 1998/45**

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

(21) Anmeldenummer: **94107374.4**

(22) Anmeldetag: **11.05.1994**

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

Process and apparatus for obtaining argon

Procédé et dispositif d'obtention d'argon

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**DE ES FR GB IT NL SE**

• **Lindner, Hartwin, Dipl.-Ing.**  
**D-82538 Geretsried (DE)**

(30) Priorität: **28.05.1993 DE 4317916**

(74) Vertreter: **Kasseckert, Rainer**  
**Linde Aktiengesellschaft,**  
**Zentrale Patentabteilung**  
**82049 Höllriegelskreuth (DE)**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**14.12.1994 Patentblatt 1994/50**

(56) Entgegenhaltungen:  
**EP-A- 0 377 117**                           **GB-A- 2 107 597**

(73) Patentinhaber: **Linde Aktiengesellschaft**  
**65189 Wiesbaden (DE)**

(72) Erfinder:  
• **Corduan, Horst, Dipl.-Ing.**  
**D-82178 Puchheim (DE)**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingereicht, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

**Beschreibung**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Gewinnung von Argon, wobei in dem Verfahren Luft in einem Rektifiziersystem mit mindestens einer Luftzerlegersäule und einer Rohargonsäule zerlegt wird, wobei eine argonhaltige Sauerstofffraktion aus der Luftzerlegersäule entnommen und in eine Rohargonsäule eingeleitet wird, im oberen Bereich der Rohargonsäule eine Rohargonfraktion entnommen und eine erste Rücklaufflüssigkeit aufgegeben werden und im unteren Bereich der Rohargonsäule eine erste Restfraktion entnommen wird.

Derartige Verfahren und Anlagen zur Gewinnung von Rohargon sind allgemein aus der Fachliteratur bekannt (beispielsweise aus Hausen/Linde, Tieftemperaturtechnik, 2. Auflage, Kapitel 4.5.4.1; Winnacker/Küchler, Chemische Technologie, Band 2, 3. Auflage, Kapitel 5.231.; Latimer, Distillation of Air, Chem. Eng. Progr., 63, Seiten 35 bis 59). Bei solchen Prozessen wird im Anschluß an eine zweistufige Luftzerlegung Rohargon in einer Rohargonsäule gewonnen, die mit der Niederdrucksäule des Luftzerlegers verbunden ist. Seltener wird die Rohargongewinnung mit einer Einzelsäule zur Stickstoff- und/oder Sauerstoffgewinnung gekoppelt. Die Rücklaufflüssigkeit für die Rohargonsäule wird in einem Kopfkondensator erzeugt, der am oberen Ende dieser Säule angeordnet ist.

Aus der EP-B-377 117 ist ein spezielles Verfahren dieser Art bekannt, das eine besonders hohe Anzahl von theoretischen Böden in der Rohargonsäule sowie den Einsatz von Füllkörpern oder Packungen in der Rohargonsäule vorsieht. Auf diese Weise ist es möglich, sehr niedrige Sauerstoffkonzentrationen im Rohargonprodukt zu erlangen. Allerdings wird die Bauhöhe einer Rohargonsäule einschließlich Kopfkondensator beim Einsatz von Packungen, die einer hohen Anzahl von theoretischen Böden entsprechen, sehr groß, so daß sie unter Umständen die Höhe der Luftzerlegersäule(n) zur Sauerstoff- und Stickstoffgewinnung erreicht oder sogar überschreitet. Abgesehen davon, daß solch hohe Säulen zusätzlichen Aufwand für Stabilisierung und exakte vertikale Ausrichtung erfordern, kann dadurch eine aufwendige Gestaltung der isolierenden Ummantelung der Rektifiziersäulen (Cold box) notwendig werden.

Die bekannten Verfahren und Vorrichtungen sind daher nicht in allen Fällen zufriedenstellend, insbesondere bei großer Anzahl von theoretischen Böden und/oder dem Einsatz von Füllkörpern oder Packungen in der Rohargonsäule.

GB-A-2107597 betrifft die destillative Trennung von Komponenten, deren Siedepunkte sehr dicht zusammenliegen, insbesondere einen Prozeß zur Anreicherung von schwerem Wasser. Es wird vorgeschlagen, diesen Prozeß anstatt in bis zu vier Kolonnen in nur zwei seriell verbundenen Trennsäulen durchzuführen. Flüssigkeit aus der ersten der beiden Säulen wird auf die zweite Säule aufgegeben. Dampf aus der zweiten Säule wird über einen Verdichter und einen Wärmetauscher in die erste Säule zurückgeführt.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung der eingangs genannten Art zu entwickeln, die sich durch besonders hohe Wirtschaftlichkeit auszeichnen, insbesondere durch relativ geringen apparativen Aufwand für die Rohargongewinnung.

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß die Rohargonfraktion in den unteren Bereich einer Halbreinsäule eingeleitet wird, wobei im oberen Bereich der Halbreinsäule eine an Sauerstoff abgereicherte Argonfraktion entnommen und eine zweite Rücklaufflüssigkeit aufgegeben werden und im unteren Bereich der Halbreinsäule eine zweite Restfraktion entnommen wird, welche die erste Rücklaufflüssigkeit für die Rohargonsäule bildet.

Die Rücklaufflüssigkeit wird also durch die Flüssigkeit einer weiteren Rektifiziersäule gebildet, in die umgekehrt das Rohargonprodukt eingeleitet wird. Dadurch kann auf einen Kopfkondensator für die Rohargonsäule verzichtet werden.

Die Produktfraktion aus der Rohargonsäule wird in der Halbreinsäule weiter an Sauerstoff abgereichert. Durch die Verwendung einer Halbreinsäule kann ein im wesentlichen sauerstofffreies Argonprodukt gewonnen werden, wobei die Bauhöhe der Rohargonsäule nicht nur durch den Verzicht auf einen Kopfkondensator verringert werden, sondern auch insgesamt sehr flexibel an die Gegebenheiten der gesamten Luftzerlegungsanlage angepaßt werden kann. Es wird bewußt darauf verzichtet, schon in der Rohargonsäule die kleinstmögliche Sauerstoffkonzentration zu erreichen.

Im Rahmen der Erfindung hat es sich herausgestellt, daß das erfundungsgemäße Verfahren wirtschaftliche Vorteile durch die Verringerung der Größe der Rohargonsäule bietet, die in vielen Fällen gegenüber den Kosten der zusätzlichen Säule überwiegen.

Die sauerstoffabgereicherte Argonfraktion wird als Produkt oder Zwischenprodukt gasförmig oder flüssig abgezogen. Sie kann, beispielsweise in einer Reinargonsäule, weiter gereinigt, insbesondere von Stickstoff befreit werden.

Vorzugsweise ist der Druck im unteren Bereich der Halbreinsäule im wesentlichen gleich dem Druck im oberen Bereich der Rohargonsäule.

In beiden Säulen herrscht also praktisch derselbe Druck. Die Forderung nach im wesentlichen gleichem Druck am Kopf der Rohargonsäule und am Boden der Halbreinsäule schließt gewisse Differenzen (beispielsweise durch den Druckabfall längs der Rohargonleitung) nicht aus. Insgesamt sollen sie jedoch nicht so groß sein, daß in der Rohargonleitung vom Kopf der Rohargonsäule zum Boden der Halbreinsäule spezielle Vorrichtungen zur Druckerhöhung oder -Verminderung (beispielsweise Verdichter oder Drosselventile) eingesetzt werden müssen. Gegebenenfalls muß eine Pumpe zur Förderung der ersten Rücklaufflüssigkeit verwendet werden.

Die Rücklaufflüssigkeit für die Halbreinsäule kann grundsätzlich durch Kondensation der entsprechenden Kopf-

fraktion erzeugt oder aus einer anderen Quelle zugeführt werden.

Vorzugsweise wird mindestens ein Teil der Argonfraktion aus dem oberen Bereich der Halbreinsäule durch indirekten Wärmeaustausch kondensiert, wobei mindestens ein Teil des Kondensats die zweite Rücklaufflüssigkeit bildet. Dazu wird in der Regel oberhalb des Rektifizierbereichs der Halbreinsäule ein Kopfkondensator angeordnet.

5 Dabei ist es insbesondere günstig, wenn bei dem indirekten Wärmeaustausch ein Prozeßstrom des Verfahrens, vorzugsweise eine flüssige Fraktion aus einer der Luftzerlegersäulen, verdampft wird. Externe Kälte für die Kühlung der Halbreinsäule wird damit nicht benötigt.

10 Im Falle eines Doppelsäulen-Luftzerlegungsverfahrens, falls also die Luftzerlegersäule zweistufig ausgebildet ist und eine Drucksäule und eine Niederdrucksäule aufweist (hierbei wird die argonhaltige Sauerstofffraktion der Niederdrucksäule entnommen), wird die gegen kondensierende Argonfraktion verdampfende flüssige Fraktion vorzugsweise durch sauerstoffangereicherte Flüssigkeit aus der Drucksäule gebildet. Die verdampfte flüssige Fraktion wird anschließend in die Niederdrucksäule eingespeist.

15 Diese Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens, bei der beispielsweise Sumpfflüssigkeit aus der Drucksäule zur Kondensation der abgereicherten Argonfraktion verwendet wird, ist energetisch besonders günstig. Die Verdampfung der flüssigen Fraktion findet in diesem Fall vorzugsweise unter im wesentlichen Niederdrucksäulendruck oder unter einem geringfügig höheren Druck statt.

20 Vorzugsweise werden in Rohargon- und/oder Halbreinsäule Füllkörper und/oder geordnete Packungen als Stoffaustauschelemente eingesetzt. Wegen ihres besonders geringen Druckverlustes werden dabei geordnete Packungen bevorzugt. Auch in den übrigen in dem Verfahren eingesetzten Rektifiziersäulen, beispielsweise in der Niederdrucksäule eines zweistufigen Luftzerlegers können Füllkörper oder Packungen, insbesondere geordnete Packungen, eingesetzt werden.

25 Beim erfindungsgemäßen Verfahren kann grundsätzlich jede geordnete Packung verwendet werden. Günstig ist beispielsweise der Einsatz von Einbauten, wie sie in den nicht vorveröffentlichten Dokumenten WO 93/19335 oder WO 93/19336 beschrieben sind.

30 Auch der kombinierte Einsatz verschiedener Arten von Stoffaustauschelementen (konventionelle Rektifizierböden, ungeordnete Füllkörper, geordnete Packungen) ist in jeder der in dem Verfahren eingesetzten Säulen möglich. Dadurch kann beispielsweise der Druckverlust längs einer Säule genau den spezifischen Bedürfnissen des jeweiligen Prozesses angepaßt werden.

35 Die Erfindung betrifft außerdem eine Vorrichtung zur Gewinnung von Argon nach den Patentansprüchen 8 bis 13.

30 Im folgenden werden die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung anhand eines in der Zeichnung schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

40 Im linken Teil der Zeichnung ist ein Luftzerlegungsverfahren zur Erzeugung von Sauerstoff und Stickstoff mit einer Doppelsäule 1, die aus einer Drucksäule 2 und einer Niederdrucksäule 3 besteht, angedeutet. Die Erfindung hängt jedoch nicht von der speziellen Gestaltung dieses Verfahrensabschnittes ab, sondern ist auch auf andere Ausprägungen dieses Teils des Verfahrens beziehungsweise der Vorrichtung anwendbar, beispielsweise auf eine Anlage mit einer Einzelsäule oder auf abweichende Arten der Produktentnahme von Stickstoff und Sauerstoff. Details wie Turbinen zur kälteleistenden Entspannung von Prozeßströmen oder die Direkteinspeisung von Luft in die Niederdrucksäule sind in dem stark vereinfachten Schema nicht dargestellt.

45 Im vorliegenden Ausführungsbeispiel wird an einer Stelle relativ hoher Argonkonzentration in der Niederdrucksäule 3 ein argonhaltiger Sauerstoffstrom 4 entnommen, der außerdem Verunreinigungen in Form von Stickstoff und anderen Luftbestandteilen enthält, und in einer Rohargonsäule 5 in Rohargon 6 und eine erste Restfraktion 8 getrennt. Letztere wird - gegebenenfalls mittels einer nicht gezeigten Pumpe - zur Niederdrucksäule 3 zurückgeführt und etwas unterhalb der Entnahmestelle für den argonhaltigen Sauerstoffstrom zurückgespeist.

50 Erfindungsgemäß wird am Kopf der Rohargonsäule 5 gewonnenes Rohargon 6 in einer Halbreinsäule 9 einem weiteren Rektifizierschritt zur Entfernung schwererflüchtiger Anteile, insbesondere von Sauerstoff, unterzogen. Das Rohargon wird dazu vorzugsweise gasförmig in den unteren Bereich dieser Säule 9 eingespeist. An Sauerstoff abgereichertes Argon wird aus dem oberen Bereich der Halbreinsäule 9 gasförmig (10) und/oder flüssig (15) abgezogen.

55 Rücklaufflüssigkeit 11 für die Halbreinsäule wird durch Kondensation der Kopffaktion mittels indirektem Wärmeaustausch 13 gegen entspannte Sumpfflüssigkeit aus der Drucksäule 2 des Luftzerlegers 1 erzeugt. Der dabei entstehende Dampf wird über Leitung 16 abgeführt und an geeigneter Stelle in die Niederdrucksäule 3 eingeleitet.

Die Rohargonsäule 5 bedarf dagegen keines Kopfkondensators. Ihr Bedarf an Rücklaufflüssigkeit 7 wird durch Sumpfflüssigkeit 12 gedeckt, die in der Halbreinsäule 9 anfällt. In der Regel muß eine Pumpe 17 eingesetzt werden, um den Höhenunterschied in der Leitung 7 zu überwinden.

55 Die in der Zeichnung durchgehend dargestellten Rektifizierbereiche bestehen in der Realität aus mehreren Abschnitten. Als Stoffaustauschelemente werden - vor allem in Rohargon- und Halbreinsäule vorzugsweise geordnete Packungen eingesetzt. Es können jedoch auch Teile der Säulen mit konventionellen Rektifizierböden ausgestattet sein.

In dem konkreten Beispiel der Zeichnung weist die Rohargonsäule einen Rektifizierabschnitt auf, die Halbreinsäule drei. Die Zahl dieser Abschnitte kann jedoch variieren, in der Rohargonsäule von eins bis etwa drei, in der Halbreinsäule

etwa von zwei bis sechs.

Die Rohargonsäule 5 enthält beispielsweise 30 bis 120, vorzugsweise etwa 60 bis 90 theoretische Böden. Die Anzahl an theoretischen Böden in der Halbreinsäule 9 beträgt beispielsweise 60 bis 150, vorzugsweise etwa 90 bis 120. Das Verhältnis der theoretischen Bodenzahlen (Rohargonsäule 5 zu Halbreinsäule 9) beträgt beispielsweise 0,5.

5 Die Sauerstoffkonzentrationen haben in den verschiedenen Strömen beispielsweise folgende Werte:

Übergangsfraktion 4	82 bis 92, vorzugsweise etwa 86 bis 90 %
Rohargonfraktion 6	0,1 bis 2,0, vorzugsweise etwa 0,5 bis 1,0 %
Argonfraktion 10	0,01 bis 10, vorzugsweise etwa 0,01 bis 0,1 ppm

10

## Patentansprüche

- 15 1. Verfahren zur Gewinnung von Argon, bei dem Luft in einem Rektifiziersystem mit mindestens einer Luftzerleger-säule (1) und einer Rohargonsäule zerlegt wird, wobei eine argonhaltige Sauerstofffraktion (4) aus der Luftzerleg-ersäule (1) entnommen und in eine Rohargonsäule (5) eingeleitet wird, im oberen Bereich der Rohargonsäule (5) eine Rohargonfraktion (6) entnommen und eine erste Rücklaufflüssigkeit (7) aufgegeben werden und im unteren Bereich der Rohargonsäule (5) eine erste Restfraktion (8) entnommen wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Rohargonfraktion (6) in den unteren Bereich einer Halbreinsäule (9) eingeleitet wird, wobei im oberen Bereich der Halbreinsäule (9) eine an Sauerstoff abgereicherte Argonfraktion entnommen (10, 15) und eine zweite Rücklauf-flüssigkeit (11) aufgegeben werden und im unteren Bereich der Halbreinsäule (9) eine zweite Restfraktion (12) entnommen wird, welche die erste Rücklaufflüssigkeit (7) für die Rohargonsäule (5) bildet.
- 20 2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Druck im unteren Bereich der Halbreinsäule (9) im wesentlichen gleich dem Druck im oberen Bereich der Rohargonsäule (5) ist.
- 25 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß mindestens ein Teil der Argonfraktion aus dem oberen Bereich der Halbreinsäule (9) durch indirekten Wärmeaustausch (13) kondensiert wird und mindestens ein Teil des Kondensats die zweite Rücklaufflüssigkeit (11) bildet.
- 30 4. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß bei dem indirekten Wärmeaustausch (13) eine flüs-sige Fraktion (14) aus einer der Luftzerlegersäulen (1; 2) verdampft wird.
- 35 5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Luftzerlegersäule (1) zweistufig ausgebildet ist und eine Drucksäule (2) und eine Niederdrucksäule (3) aufweist, wobei die argonhaltige Sauerstofffraktion (4) der Niederdrucksäule (3) entnommen wird, die gegen kondensierende Argonfraktion verdampfende flüssige Fraktion durch sauerstoffangereicherte Flüssigkeit (14) aus der Drucksäule (2) gebildet wird und die verdampfte flüssige Fraktion (16) in die Niederdrucksäule (3) eingespeist wird.
- 40 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Rohargonsäule (5) Füllkörper und/oder geordnete Packungen enthält.
- 45 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Halbreinsäule (9) Füllkörper und/oder geordnete Packungen enthält.
- 50 8. Vorrichtung zur Gewinnung von Argon mit einem Rektifiziersystem, das mindestens eine Luftzerlegersäule (1) und eine Rohargonsäule (5) aufweist, wobei Luftzerlegersäule (1) und Rohargonsäule (5) über eine Leitung (4) für eine argonhaltige Sauerstofffraktion verbunden sind, **gekennzeichnet durch** eine Halbreinsäule (9), eine Rohar-gonleitung (6), die vom oberen Bereich der Rohargonsäule (5) in den unteren Bereich der Halbreinsäule (9) führt, und Mittel (7; 11) zur Zuführung von Rücklaufflüssigkeit in die oberen Bereiche von Rohargonsäule (5) und Halb-reinsäule (9) und mit Restfraktionsleitungen (8; 12), die jeweils aus den unteren Bereichen von Rohargonsäule (5) und Halbreinsäule (9) herausführen, wobei die Restfraktionsleitung (12) der Halbreinsäule (9) mit den Mitteln (7) zur Zuführung von Rücklaufflüssigkeit in die Rohargonsäule (5) verbunden ist.
- 55 9. Vorrichtung nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Rohargonleitung (6) keine Mittel zur Verminde-rung oder Erhöhung des Drucks aufweist.
10. Vorrichtung nach Anspruch 8 oder 9, **gekennzeichnet durch** einen Kopfkondensator (13), dessen Kondensati-

onsseite mit dem oberen Bereich der Halbreinsäule (9) verbunden ist.

11. Vorrichtung nach Anspruch 10, **gekennzeichnet durch** eine Flüssigleitung, die von der Luftzerlegersäule (1) zur Verdampfungsseite des Kopfkondensators (13) führt.
- 5 12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Rohargonsäule (5) Füllkörper und/oder geordnete Packungen enthält.
- 10 13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 12, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Halbreinsäule (9) Füllkörper und/oder geordnete Packungen enthält.

### Claims

- 15 1. Process for producing argon, in which air is fractionated in a rectifying system having at least one air fractionation column (1) and a crude argon column, an argon-containing oxygen fraction (4) being withdrawn from the air fractionation column (1) and introduced into a crude argon column (5), a crude argon fraction (6) being withdrawn and a first reflux liquid (7) being applied in the upper area of the crude argon column (5), and a first residue fraction (8) being withdrawn in the lower area of the crude argon column (5), characterized in that the crude argon fraction (6) is introduced into the lower area of a semipure column (9), an oxygen-depleted argon fraction being withdrawn (10, 15) and a second reflux liquid (11) being applied in the upper area of the semipure column (9) and a second residue fraction (12) being withdrawn in the lower area of the semipure column (9), which second residue fraction forms the first reflux liquid (7) for the crude argon column (5).
- 20 2. Process according to Claim 1, characterized in that the pressure in the lower area of the semipure column (9) is essentially equal to the pressure in the upper area of the crude argon column (5).
- 30 3. Process according to Claim 1 or 2, characterized in that at least a portion of the argon fraction from the upper area of the semipure column (9) is condensed by indirect heat exchange (13) and at least a portion of the condensate forms the second reflux liquid (11).
4. Process according to Claim 3, characterized in that in the indirect heat exchange (13) a liquid fraction (14) from one of the air fractionation columns (1; 2) is evaporated.
- 35 5. Process according to Claim 4, characterized in that the air fractionation column (1) is constructed as a double column and has a pressure column (2) and a low-pressure column (3), the argon-containing oxygen fraction (4) being withdrawn from the low-pressure column (3), the liquid fraction evaporating against condensing argon fraction being formed by oxygen-enriched liquid (14) from the pressure column (2) and the vaporized liquid fraction (16) being fed into the low-pressure column (3).
- 40 6. Process according to one of Claims 1 to 5, characterized in that the crude argon column (5) comprises dumped packings and/or arranged packings.
- 45 7. Process according to one of Claims 1 to 6, characterized in that the semipure column (9) comprises dumped packings and/or arranged packings.
8. Apparatus for producing argon having a rectifying system which possesses at least one air fractionation column (1) and a crude argon column (5), air fractionation column (1) and crude argon column (5) being connected via a line (4) for an argon-containing oxygen fraction, characterized by a semipure column (9), a crude argon line (6) which leads from the upper area of the crude argon column (5) to the lower area of the semipure column (9), and means (7; 11) for feeding reflux liquid into the upper areas of crude argon column (5) and semipure column (9) and having residue fraction lines (8; 12) which lead out of the lower areas of crude argon column (5) and semipure column (9), respectively, the residue fraction line (12) of the semipure column (9) being connected to the means (7) for feeding reflux liquid into the crude argon column (5).
- 55 9. Apparatus according to Claim 8, characterized in that the crude argon line (6) possesses no means for decreasing or increasing the pressure.

10. Apparatus according to Claim 8 or 9, characterized by a top condenser (13) whose condensation side is connected to the upper area of the semipure column (9).
- 5      11. Apparatus according to Claim 10, characterized by a liquid line which leads from the air fractionation column (1) to the evaporation side of the top condenser (13).
12. Apparatus according to one of Claims 8 to 11, characterized in that the crude argon column (5) comprises dumped packings and/or arranged packings.
- 10     13. Apparatus according to one of Claims 8 to 12, characterized in that the semipure column (9) comprises dumped packings and/or arranged packings.

**Revendications**

- 15     1. Procédé d'obtention d'argon, lors duquel l'on fractionne l'air dans un système de rectification ayant au moins une colonne de fractionnement d'air (1) et une colonne d'argon brut, une fraction d'oxygène (4) contenant de l'argon étant prélevée de la colonne de fractionnement d'air (1) et étant introduite dans une colonne d'argon brut (5), une fraction d'argon brut (6) étant prélevée et un premier liquide de reflux (7) étant chargé dans le domaine supérieur de la colonne d'argon brut (5), et une première fraction résiduelle (8) étant prélevée dans le domaine inférieur de la colonne d'argon brut (5), caractérisé en ce que la fraction d'argon brut (6) est introduite dans le domaine inférieur d'une colonne semi-pure (9), une fraction d'argon appauvrie en oxygène étant prélevée (10, 15) et un deuxième liquide de reflux (11) étant chargé dans le domaine supérieur de la colonne semi-pure (9), et une deuxième fraction résiduelle (12) étant prélevée dans le domaine inférieur de la colonne semi-pure (9), laquelle fraction forme le premier liquide de reflux (7) pour la colonne d'argon brut (5).
- 20     2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la pression dans le domaine inférieur de la colonne semi-pure (9) est pour l'essentiel égale à la pression dans le domaine supérieur de la colonne d'argon brut (5).
- 30     3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'au moins une partie de la fraction d'argon en provenance du domaine supérieur de la colonne semi-pure (9) est condensée par échange thermique indirect (13) et qu'au moins une partie du condensat forme le deuxième liquide de reflux (11).
- 35     4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que lors de l'échange thermique indirect (13), l'on évapore une fraction liquide (14) en provenance de l'une des colonnes de fractionnement d'air (1; 2).
- 40     5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la colonne de fractionnement d'air (1) est constituée de deux étages et présente une colonne à pression (2) et une colonne à basse pression (3), la fraction d'oxygène contenant de l'argon (4) étant prélevée de la colonne à basse pression (3), la fraction liquide se vaporisant à l'encontre de la fraction d'argon qui se condense étant formée par le liquide enrichi en oxygène (14) en provenance de la colonne à pression (2), et la fraction liquide vaporisée (16) étant injectée dans la colonne à basse pression (3).
- 45     6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la colonne d'argon brut (5) contient des corps de remplissage et/ou des garnissages ordonnés.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la colonne semi-pure (9) contient des corps de remplissage et/ou des garnissages ordonnés.
- 50     8. Dispositif d'obtention d'argon comprenant un système de rectification, qui présente au moins une colonne de fractionnement d'air (1) et une colonne d'argon brut (5), la colonne de fractionnement d'air (1) et la colonne d'argon brut (5) étant raccordées par l'intermédiaire d'une conduite (4) pour une fraction d'oxygène contenant de l'argon, caractérisé par une colonne semi-pure (9), une conduite d'argon brut (6), qui conduit du domaine supérieur de la colonne d'argon brut (5) au domaine inférieur de la colonne semi-pure (9), et des moyens (7; 11) en vue de l'apport de liquide de reflux dans les domaines supérieurs de la colonne d'argon brut (5) et de la colonne semi-pure (9), et avec des conduites de fractions restantes (8; 12), qui émergent à chaque fois des domaines inférieurs de la colonne d'argon brut (5) et de la colonne semi-pure (9), la conduite de fraction restante (12) de la colonne semi-pure (9) étant raccordée aux moyens (7) en vue de l'apport de liquide de reflux dans la colonne d'argon brut (5).
- 55

9. Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que la conduite d'argon brut (6) ne présente aucun moyen de diminution ou d'accroissement de la pression.

5      10. Dispositif selon la revendication 8 ou 9, caractérisé par un condensateur de tête (13), dont la face de condensation est reliée au domaine supérieur de la colonne semi-pure (9).

11. Dispositif selon la revendication 10, caractérisé par une conduite de liquide, qui conduit de la colonne de fractionnement d'air (1) à la face de vaporisation du condensateur de tête (13).

10     12. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 8 à 11, caractérisé en ce que la colonne d'argon brut (5) contient des corps de remplissage et/ou des garnissages ordonnés.

13. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 8 à 12, caractérisé en ce que la colonne semi-pure (9) contient des corps de remplissage et/ou des garnissages ordonnés.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

