

19



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

11

Veröffentlichungsnummer:

**0 241 817  
A2**

12

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21

Anmeldenummer: 87104899.7

51

Int. Cl.4: **F25J 3/04**

22

Anmeldetag: 02.04.87

30

Priorität: 02.04.86 DE 3610973

43

Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
21.10.87 Patentblatt 87/43

84

Benannte Vertragsstaaten:  
DE GB NL

71

Anmelder: **Linde Aktiengesellschaft**  
**Abraham-Lincoln-Strasse 21**  
**D-6200 Wiesbaden(DE)**

72

Erfinder: **Schweigert, Karl-Heinz, Dipl.-Ing.**  
**Seumestrasse 6**  
**D-8000 München 70(DE)**

74

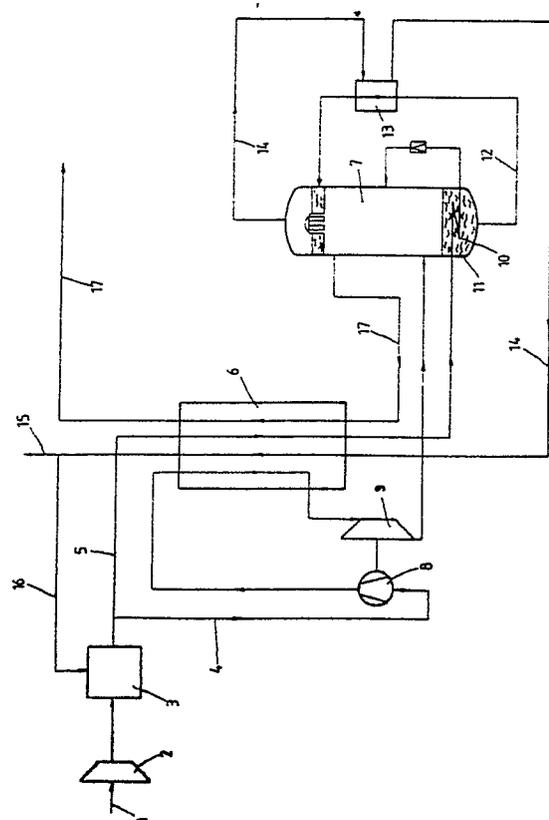
Vertreter: **Schaefer, Gerhard, Dr.**  
**Linde Aktiengesellschaft Zentrale**  
**Patentabteilung**  
**D-8023 Höllriegelskreuth(DE)**

54

**Verfahren und Vorrichtung zur Erzeugung von Stickstoff.**

57

Es wird ein Verfahren zur Erzeugung von Stickstoff durch Tieftemperaturrektifikation von Luft beschrieben. Die Luft 1 wird verdichtet (2) und in zwei Teilströme 4, 5 aufgeteilt, von denen der erste Teilstrom 5 abgekühlt und einer Rektifikation 7 zugeführt wird, während der zweite Teilstrom 4 nachverdichtet, abgekühlt, entspannt und ebenfalls der Rektifikation zugeführt wird. Der erste Teilstrom wird, bevor er der Rektifikation zugeführt wird, in Wärmetausch mit Sumpflüssigkeit 11 aus der Rektifikation gebracht. Stickstoff 17 wird von einem oberen Abschnitt der Rektifikation entnommen.



**EP 0 241 817 A2**

### Verfahren und Vorrichtung zur Erzeugung von Stickstoff

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erzeugung von Stickstoff durch Tieftemperaturrektifikation von Luft, bei dem die Luft verdichtet und in zwei Teilströme geteilt wird, von denen der erste abgekühlt und einer Rektifikation zugeführt wird, während der zweite nachverdichtet, abgekühlt, entspannt und ebenfalls der Rektifikation zugeführt wird, und bei dem der Stickstoff von einem oberen Abschnitt der Rektifikation entnommen wird. Die Erfindung betrifft außerdem eine Vorrichtung zur Durchführung eines derartigen Verfahrens.

Durch die DE-OS 30 35 844 ist bereits ein Verfahren der eingangs genannten Art bekannt geworden. Die Druckschrift zeigt ein Verfahren zur Gewinnung von Sauerstoff mittlerer Reinheit, wobei - insbesondere bei dem Ausführungsbeispiel gemäß Figur 2 - ein Stickstoffstrom mit im wesentlichen Atmosphärendruck gewonnen wird. Der erste, nicht nachverdichtete Teilluftstrom wird bei diesem Verfahren unmittelbar nach seiner Abkühlung in die Rektifikationskolonne geleitet, während der zweite, nachverdichtete Teilstrom nach seiner Abkühlung in Wärmetausch mit Zerlegungsprodukten noch in Wärmetausch mit Sumpfflüssigkeit aus der Rektifikation gebracht und anschließend drosselentspannt wird, bevor er ebenfalls in die Rektifikationskolonne geleitet wird. Vom Kopf der Rektifikationskolonne wird ein Stickstoffstrom entnommen, der arbeitsleistend auf etwa Atmosphärendruck entspannt wird. Der größte Teil der bei der Entspannung des Stickstoffs gewonnenen Arbeitsleistung wird auf den Nachverdichter für den zweiten Teilluftstrom übertragen.

Dieses Verfahren weist den Nachteil auf, daß der mit einem Druck von ca. 3,3 bar gewonnene Stickstoff entspannt werden muß, um den Luft-Nachverdichter anzutreiben. Wird vom Verbraucher Stickstoff mit erhöhtem Druck gewünscht, so muß der Stickstoff von Atmosphärendruck auf den gewünschten Druck verdichtet werden. Sofern der mit erhöhtem Druck aus der Rektifikation gewonnene Stickstoff ohne vorherige Entspannung an den Verbraucher abgegeben wird, muß zusätzlich Energie für die Nachverdichtung des zweiten Teilluftstroms aufgewendet werden, was ebenfalls unwirtschaftlich ist.

Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Gewinnung von Stickstoff der eingangs genannten Art zu entwickeln, mit dem auf wirtschaftliche Weise Stickstoff mit überatmosphärischem Druck gewonnen werden kann.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß der erste (nicht nachverdichtete) Teilstrom, bevor er der Rektifikation zugeführt wird, in Wärmetausch mit Sumpfflüssigkeit aus der Rektifikation gebracht wird.

Im Gegensatz zu dem vorbekannten Verfahren wird erfindungsgemäß der nicht nachverdichtete Teilluftstrom für die Beheizung des Säulensumpfes verwendet. Durch das Beheizen des Sumpfes erhöht sich in Sumpf der Sauerstoffgehalt. Gleichzeitig steigt der Stickstoffgehalt im Kopf der Rektifikationskolonne, so daß eine hohe Ausbeute sichergestellt ist. Der gesamte zweite Luft-Teilstrom, der nun nicht mehr, wie beim vorbekannten Verfahren, zur Beheizung des Kolonnensumpfes herangezogen wird, wird nach seiner Verdichtung arbeitsleistend entspannt, wobei die bei der Entspannung geleistete Arbeit mindestens teilweise auf den Nachverdichter für den zweiten Teilluftstrom übertragen wird. Dadurch ist es nicht mehr erforderlich, den bei der Rektifikation gewonnenen Stickstoff zum Antrieb des Nachverdichters zu entspannen. Demgemäß läßt sich mit dem erfindungsgemäßen Verfahren auf wirtschaftliche Weise Stickstoff mit erhöhtem Druck gewinnen.

Gemäß einem bevorzugten Erfindungsmerkmal wird die Entspannung des zweiten Teilstroms arbeitsleistend durchgeführt und mindestens ein Teil der bei der Entspannung geleisteten Arbeit zur Nachverdichtung des zweiten Teilstroms eingesetzt.

Bei einer bevorzugten Weiterbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Rektifikation einstufig durchgeführt.

Bei einer bevorzugten Weiterbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der Stickstoff bei einem Druck zwischen 3 und 10 bar gewonnen. Vorzugsweise beträgt der Stickstoffdruck zwischen 3 und 6 bar.

Es erweist sich als zweckmäßig, wenn gemäß einer bevorzugten Weiterbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens der zweite Teilstrom vor seiner Entspannung eine höhere Temperatur als der erste Teilstrom vor seinem Wärmetausch mit der Sumpfflüssigkeit aufweist.

Bei einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird Sumpfflüssigkeit aus der Rektifikation in Wärmetausch mit dabei zumindest teilweise kondensierendem Stickstoff im Kopf der Rektifikation verdampft und dabei entstehendes Restgas zur Regenerierung einer Reinigungsstufe für die zu zerlegende Luft verwendet. Die Luft wird vorzugsweise in Molsieben gereinigt, die mit dem anfallenden Restgas, oder zumindest einem Teilstrom davon, regeneriert werden.

Eine Vorrichtung zur Erzeugung von Stickstoff durch Tieftemperaturrektifikation von Luft mit einer Rektifizierkolonne, die mit einer Zuführungsleitung für zu zerlegende Luft verbunden ist, wobei von der Zuführungsleitung eine einen Verdichter und eine Entspannungseinrichtung enthaltende Zweigleitung abzweigt, die ebenfalls in die Rektifizierkolonne mündet, ist dadurch gekennzeichnet, daß in der Zweigleitung ein Wärmetauscher angeordnet ist, der mit dem Sumpf der Rektifizierkolonne in wärmetauschender Verbindung steht.

Der Wärmetauscher kann außerhalb der Rektifizierkolonne angeordnet sein, wobei seine Heizflächen einerseits mit der Sumpfflüssigkeit und andererseits mit dem Gasraum oberhalb der Flüssigkeit in Verbindung stehen. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform des Erfindungsgegenstandes ist der Wärmetauscher im Sumpf der Rektifizierkolonne angeordnet.

Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden anhand eines schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Hierbei zeigt die Figur eine schematische Darstellung eines Verfahrens zur Erzeugung von Stickstoff unter erhöhtem Druck.

Zu zerlegende Luft 1 wird in einem Verdichter 2 von etwa 1 bar auf 6 bar verdichtet. Die verdichtete Luft wird einer Reinigungsstufe 3 zugeführt, in der in der Luft enthaltene Verunreinigungen, insbesondere Wasser und Kohlendioxid entfernt werden. Bei der Reinigungsstufe 3 handelt es sich vorzugsweise um in periodischem Wechsel betriebene Molsiebe, die jeweils abwechselnd beladen und regeneriert werden.

Die gereinigte Luft wird in zwei Teilströme 4, 5 aufgeteilt. Der erste Teilstrom 5, der mengenmäßig etwa 40 % der zu zerlegenden Luft beträgt, wird in einem Wärmetauscher 6 in Wärmetausch mit Zerlegungsprodukten auf etwa 100 K abgekühlt und anschließend in einem Wärmetauscher 10, der in der Sumpfflüssigkeit 11 einer Rektifizierkolonne 7 angeordnet ist, in Wärmetausch mit der dabei teilweise verdampfenden Sumpfflüssigkeit 11 weiter abgekühlt und mindestens zum Teil verflüssigt, bevor er in die Rektifizierkolonne 7 eingeleitet wird.

Der zweite Teilstrom 4 (etwa 60 % der zu zerlegenden Luft) wird in einem Nachverdichter 8 auf einen Druck von etwa 7 bar nachverdichtet und anschließend ebenfalls in dem Wärmetauscher 6 in Wärmetausch mit Zerlegungsprodukten abgekühlt. Der zweite Teilstrom 4 wird an einer Zwischenstelle aus dem Wärmetauscher 6 entnommen. Seine Temperatur beträgt etwa 120 K und ist damit höher als die Temperatur des ersten Teilstroms bei seiner Entnahme aus dem Wärmetauscher 6. Der zweite Teilstrom wird anschließend in einer Turbine 9 arbeitsleistend auf einen Druck von ca. 4 bar entspannt und in die Rektifizierkolonne 7 geleitet.

Durch die vorzeitige Entnahme des zweiten Teilstroms aus dem Wärmetauscher 6 ist sichergestellt, daß in der Turbine 9 keine Entspannung ins Naßdampfgebiet erfolgt. Die an der Turbine 9 gewonnene Arbeit wird vollständig auf den Nachverdichter 8 übertragen.

In der Rektifizierkolonne 7, die bei einem Druck von ca. 4 bar betrieben wird, findet eine Zerlegung der Luft in eine sauerstoffreiche Flüssigkeit 11, die sich im Sumpf der Rektifizierkolonne sammelt und eine stickstoffreiche Gasfraktion, die sich im Kopf der Rektifizierkolonne sammelt, statt. Der Stickstoff wird über eine Leitung 17 vom Kopf der Rektifizierkolonne 7 mit einer Reinheit von ca. 99,9999 % entnommen und in dem Wärmetauscher 6 in Wärmetausch mit den beiden Luft-Teilströmen 4, 5 angewärmt, vor er aus der Anlage abgezogen wird. Der Druck des gewonnenen Stickstoffs ist (abgesehen von Druckverlusten beim Durchgang durch den Wärmetauscher 6) gleich dem Druck in der Rektifizierkolonne 7.

Vom Sumpf der Rektifizierkolonne 7 wird sauerstoffreiche Flüssigkeit über eine Leitung 12 entnommen und, nach Unterkühlung in einem Wärmetauscher 13 einem Kondensator-Verdampfer im Kopf der Rektifiziersäule 7 zugeführt. Die sauerstoffreiche Flüssigkeit wird dort in Wärmetausch mit kondensierendem Stickstoff, der als Rücklauf Flüssigkeit in die Rektifizierkolonne zurückrieselt, verdampft. Das dabei entstehende Restgas wird über eine Leitung 14 entnommen und, nach Anwärmung im Wärmetauscher 13, dem Wärmetauscher 6 zugeführt, wo es in Wärmetausch mit den Luft-Teilströmen 4, 5 weiter angewärmt wird. Ein Teil des Restgases (Leitung 15) wird aus der Anlage abgezogen, ein anderer Teil (Leitung 16) wird als Regeneriergas der Reinigungsstufe 2 zugeführt.

## Ansprüche

1. Verfahren zur Erzeugung von Stickstoff durch Tieftemperaturrektifikation von Luft, bei dem die Luft verdichtet und in zwei Teilströme aufgeteilt wird, von denen der erste abgekühlt und einer Rektifikation zugeführt wird, während der zweite nachverdichtet, abgekühlt, entspannt und ebenfalls der Rektifikation zugeführt wird und bei dem Stickstoff von einem oberen Abschnitt der Rektifikation entnommen wird, dadurch gekennzeichnet, daß der erste Teilstrom (5), bevor er der Rektifikation (7) zugeführt wird, in Wärmetausch mit Sumpfflüssigkeit (11) aus der Rektifikation (7) gebracht wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Entspannung des zweiten Teilstroms (4) arbeitsleistend durchgeführt und

mindestens ein Teil der bei der Entspannung geleisteten Arbeit zur Nachverdichtung des zweiten Teilstroms (4) eingesetzt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Rektifikation (7) einstufig durchgeführt wird. 5

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Stickstoff (17) bei einem Druck zwischen 3 und 6 bar gewonnen wird. 10

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der zweite Teilstrom (4) vor seiner Entspannung eine höhere Temperatur als der erste Teilstrom (5) vor seinem Wärmetausch mit der Sumpfflüssigkeit (11) aufweist. 15

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß Sumpfflüssigkeit (11) aus der Rektifikation (7) in Wärmetausch mit dabei zumindest teilweise kondensierendem Stickstoff im Kopf der Rektifikation (7) verdampft und dabei entstehendes Restgas (16) zur Regenerierung einer Reinigungsstufe (3) für die zu zerlegende Luft verwendet wird. 20

7. Vorrichtung zur Erzeugung von Stickstoff durch Tieftemperaturrektifikation von Luft mit einer Rektifizierkolonne, die mit einer Zuführungsleitung für zu zerlegende Luft verbunden ist, wobei von der Zuführungsleitung eine einen Verdichter und eine Entspannungseinrichtung enthaltende Zweigleitung abzweigt, die ebenfalls in die Rektifizierkolonne mündet, dadurch gekennzeichnet, daß in der Zweigleitung ein Wärmetauscher (10) angeordnet ist, der mit dem Sumpf der Rektifizierkolonne (7) in wärmetauschender Verbindung steht. 25  
30  
35

8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Wärmetauscher (10) im Sumpf der Rektifizierkolonne (7) angeordnet ist. 40

40

45

50

55

4

