

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: 88110876.5

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

22 Anmeldetag: 07.07.88

30 Priorität: 09.07.87 DE 3722746

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
18.01.89 Patentblatt 89/03

64 Benannte Vertragsstaaten:
AT BE DE FR GB IT NL

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

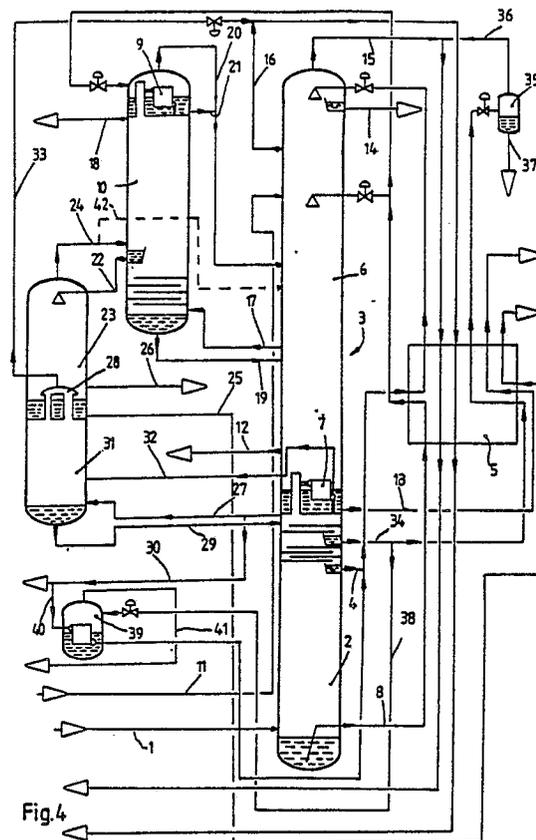
72 Erfinder: **Rottmann, Dietrich, Dipl.-Ing.**
Bruggspergerstrasse 6
D-8000 München 90(DE)
Erfinder: **Corduan, Horst, Dipl.-Ing.**
Allingerstrasse 21
D-8039 Puchheim(DE)

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

54 **Verfahren und Vorrichtung zur Luftzerlegung durch Rektifikation.**

57 Dieses Verfahren dient zur Luftzerlegung durch Rektifikation. Im Anschluß an eine zweistufige Rektifikation 3 wird aus einer Rohargonkolonne 10 eine Fraktion 22 einige Böden oberhalb des Sumpfes entnommen, in eine Reinstsauerstoffkolonne 23 eingeführt und dort in eine Restgasfraktion 24 und in hochreinen Sauerstoff 25,26 zerlegt. Zusätzlich oder alternativ hierzu kann mit Hilfe einer Reinststickstoffkolonne 31, in die stickstoffreiches Gas 27 aus der ersten Rektifizierstufe 2 eingespeist wird, hochreiner Stickstoff hergestellt werden. Die Sumpffraktion 29 aus der Reinststickstoffkolonne 31 wird in die erste Rektifizierstufe 2 zurückgeführt, aus der einige Böden unterhalb des Kopfes hochreiner Stickstoff 34 entnommen wird.

EP 0 299 364 A2



Verfahren und Vorrichtung zur Luftzerlegung durch Rektifikation

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Luftzerlegung durch Rektifikation, bei dem die Luft in einer ersten Rektifizierstufe in eine stickstoffreiche und eine sauerstoffreiche Fraktion vorzerlegt wird und die beiden Fraktionen einer zweiten Rektifizierstufe zugeführt und in Sauerstoff und Stickstoff zerlegt werden. Die Erfindung betrifft ferner eine Vorrichtung zur Durchführung eines derartigen Verfahrens.

Ein solches Verfahren, bei dem Sauerstoff und Stickstoff durch zweistufige Rektifikation gewonnen werden, ist in der US-PS 4,575,388 beschrieben worden. Die Zerlegungsprodukte Sauerstoff und Stickstoff werden dabei dem Sumpf beziehungsweise dem Kopf der zweiten Rektifizierstufe entnommen.

Die US-PS 4,575,388 zeigt auch eine Rohargonkolonne, in die mit Argon angereichertes Gas aus der zweiten Rektifizierstufe eingeführt wird. Aus der Rohargonkolonne wird eine in wesentlichen aus Sauerstoff bestehende flüssige Sumpffraktion in die zweite Rektifizierstufe zurückgeleitet.

Die sauerstoffreiche Flüssigkeit, die im Sumpf der Rohargonkolonne anfällt, weist eine relativ hohe Konzentration an Verunreinigungen auf, da die mit Argon angereicherte Fraktion aus der zweiten Rektifizierstufe neben Sauerstoff und Stickstoff noch Krypton, Xenon und Kohlenwasserstoffe enthält, die sich alle im Sumpf der Rohargonkolonne ansammeln. Durch die Rückführung der Sumpfflüssigkeit in die zweite Rektifizierstufe gelangen die Verunreinigungen in den Sumpf der zweiten Rektifizierstufe und damit in den als Zerlegungsprodukt entnommenen Sauerstoff.

Aufgrund der Verunreinigungen im Sauerstoff erlaubt es das Verfahren nicht, hochreinen, insbesondere flüssigen Sauerstoff, der frei von Krypton, Xenon und Kohlenwasserstoffen ist, aus der zweiten Rektifizierstufe zu gewinnen. Hochreiner Sauerstoff wird beispielsweise in der Elektronikindustrie benötigt.

Auch Stickstoff, der in dem bekannten Verfahren gewonnen wird, enthält Spuren von anderen Gasen, beispielsweise von Helium, Neon, Wasserstoff und Kohlenmonoxid. Für die moderne Halbleiterindustrie wird jedoch Stickstoff höchster Reinheit benötigt.

Die Entfernung von Kohlenmonoxid kann katalytisch durchgeführt werden. Ein üblicherweise am Kopf der ersten Rektifizierstufe angebrachter Heliumablaß kann jedoch nur eine geringe Reduktion an Helium, Neon und Wasserstoff bewirken.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art zu entwickeln, das die Erzeugung von hochreinen

Zerlegungsprodukten, vorzugsweise von hochreinem Sauerstoff und hochreinem Stickstoff ermöglicht.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß aus einer Rohargonkolonne, in die ein im wesentlichen Sauerstoff und Argon enthaltender Strom aus der zweiten Rektifizierstufe eingeführt wird, eine weitere Fraktion oberhalb des Sumpfes entnommen und in einer Reinstsauerstoffkolonne in hochreinen Sauerstoff und eine leichtere Restfraktion zerlegt wird.

Mit Hilfe dieser Verfahrensschritte kann Sauerstoff als hochreines Zerlegungsprodukt hergestellt werden, das im wesentlichen frei von Argon, Krypton, Xenon und Kohlenwasserstoffen ist.

Die Konzentration an Krypton, Xenon und Kohlenwasserstoffen in der Rohargonkolonne nimmt vom Kolonnensumpf nach oben ab. Die oberhalb des Kolonnensumpfes entnommene Fraktion enthält daher lediglich noch die Komponenten Sauerstoff, Argon und Stickstoff, während sie frei von Krypton, Xenon und Kohlenwasserstoffen ist. In der Reinstsauerstoffkolonne wird der Sauerstoff rektifikatorisch von Stickstoff und Argon abgetrennt. Auf diese Weise läßt sich Sauerstoff mit einer Reinheit von weniger als jeweils 10 ppm, vorzugsweise weniger als 5 ppm, höchst vorzugsweise weniger als 2 ppm Kohlenwasserstoffen, Krypton, Xenon und Stickstoff sowie einem Gehalt von weniger als 20 ppm, vorzugsweise weniger als 15 ppm Argon herstellen.

Der im Sumpf der Reinstsauerstoffkolonne gewonnene Sauerstoff wird vorzugsweise in flüssiger Form entnommen. Soll mit dem Verfahren hochreiner gasförmiger Sauerstoff erzeugt werden, so wird zumindest ein Teil des hochreinen Sauerstoffs gasförmig aus der Reinstsauerstoffkolonne entnommen. Die Entnahme erfolgt hierbei dicht oberhalb des Kolonnensumpfes.

Die Restfraktion, die im wesentlichen Sauerstoff, Argon und Stickstoff enthält, wird vom Kopf der Reinstsauerstoffkolonne abgeführt und vorzugsweise oberhalb der Entnahmestelle der weiteren Fraktion in die Rohargonkolonne oder in die zweite Rektifizierstufe zurückgeleitet.

Bei einer bevorzugten Weiterbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die weitere Fraktion in flüssiger Form entnommen und als Rücklauf Flüssigkeit auf die Reinstsauerstoffkolonne aufgegeben.

Gemäß einer bevorzugten Weiterbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt die Entnahme der weiteren Fraktion mehrere Böden oberhalb des Säulensumpfes der Rohargonkolonne.

Die Böden zwischen dem Säulensumpf und

der Entnahmestelle wirken als Sperre für die unerwünschten Anteile Krypton, Xenon und Kohlenwasserstoffen. Vorzugsweise sind drei bis fünf Rektifizierböden als Sperre vorgesehen.

Bei einer bevorzugten Weiterbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der hochreine Sauerstoff mehrere Böden oberhalb des Sumpfes der Reinstsauerstoffkolonne (23) entnommen.

Die einzige Fraktion, die in die Reinstsauerstoffkolonne eingeführt wird, enthält zwar im allgemeinen solche Verunreinigungen nur in Größenordnungen weit unterhalb von ppm. Trotzdem können sich solche Anteile durch Anreicherung von kleinsten Spuren oder durch Eindringen von außen beispielsweise durch undichte Stellen in der Sumpfheizung in den Sumpf der Reinstsauerstoffkolonne gelangen. Deswegen ist die Entnahme einige, vorzugsweise drei bis fünf Böden oberhalb des Sumpfes der Reinstsauerstoffkolonne besonders günstig, da diese Böden - wie in der Rohargonsäule - als Sperre für unerwünschte Spuren von Krypton, Xenon und Kohlenwasserstoffen dienen. Der hochreine Sauerstoff kann an dieser Stelle sowohl flüssig als auch gasförmig entnommen werden. Um eine langsame Anreicherung von Verunreinigungen im Sumpf während des Betriebs zu vermeiden, ist es vorteilhaft, wenn ein kleiner Teil der Sumpfflüssigkeit aus der Reinstsauerstoffkolonne herausgeführt und verworfen oder in die zweite Rektifizierstufe zurückgeführt wird.

Bei einer weiteren bevorzugten Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der Säulensumpf der weiteren Kolonne durch Stickstoff vom Kopf der ersten Rektifizierstufe beheizt.

Die Beheizung erfolgt vorzugsweise durch Wärmetausch in einem im Sumpf der Reinstsauerstoffkolonne angeordneten Kondensator-Verdampfer. Hierbei ist es von Vorteil, wenn der Stickstoff bei der Beheizung mindestens teilweise kondensiert und das Kondensat in die Druckstufe zurückgeleitet wird.

Eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens umfaßt eine zweistufige Rektifizierkolonne und eine mit deren zweiter Stufe verbundene Rohargonkolonne und ist gekennzeichnet durch eine Reinstsauerstoffkolonne, die mittels einer seitlichen Entnahmeleitung mit der Rohargonkolonne verbunden ist.

Bei einer Weiterbildung der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist die seitliche Entnahmeleitung mehrere Rektifizierböden oberhalb des Sumpfes der Rohargonkolonne angeordnet.

Die der Erfindung zugrundeliegende Aufgabe wird weiterhin dadurch gelöst, daß eine weitere stickstoffreiche Fraktion vom Kopf der ersten Rektifizierstufe in eine Reinststickstoffkolonne eingeführt und dort in eine Sumpfflüssigkeit und in eine Restgasfraktion zerlegt wird.

Durch die Anwendung dieser Verfahrensschritte kann Stickstoff als sehr reines Zerlegungsprodukt hergestellt werden. Dazu werden in der Reinststickstoffkolonne Helium, Neon, Wasserstoff und Kohlenmonoxid rektifikatorisch vom Stickstoff abgetrennt und in einer Restgasfraktion herausgeführt. Die Restgasfraktion kann beispielsweise unreinem Stickstoff, der üblicherweise der zweiten Rektifizierstufe entnommen und zur Regenerierung von Molsiebadsorbentien eingesetzt wird, beigemischt werden.

Die Sumpfflüssigkeit der Reinststickstoffkolonne wird vorzugsweise zum Kopf der ersten Rektifizierstufe zurückgeleitet.

Mit Hilfe dieser Maßnahme erhöht sich die Stickstoffreinheit im Kopf der ersten Rektifizierstufe und es kann zusätzlich Stickstoff mit hoher Reinheit gewonnen werden. Der hochreine Stickstoff wird vorzugsweise in flüssiger Form vom Kopf der ersten Rektifizierstufe entnommen.

Insbesondere erweist es sich hierbei als vorteilhaft, wenn in weiterer Ausgestaltung des Erfindungsgegenstandes einige Böden unterhalb des Kopfes der ersten Rektifizierstufe eine flüssige Fraktion aus hochreinem Stickstoff entnommen wird.

Durch die Zwischenböden unterhalb des Kopf-kondensators werden Reste von leichten Gasen wie Helium, Neon oder Wasserstoff zurückgehalten, die sich trotz eines Heliumablasses auch bei Anwendung der zusätzlichen Rektifikation in der Reinststickstoffkolonne am Kopf der ersten Rektifizierstufe anreichern können. Der flüssige hochreine Stickstoff weist eine Reinheit von 99,999% auf und enthält noch Argon, Helium, Neon, Wasserstoff und Kohlenmonoxid.

In einer günstigen Weiterbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der flüssige hochreine Stickstoff mindestens teilweise unterkühlt. Dadurch wird die Speicherung des Flüssigprodukts in einem Tank erleichtert. Die Abkühlung wird vorzugsweise in indirektem Wärmetausch mit Stickstoff aus der zweiten Rektifizierstufe durchgeführt. Danach kann der Stickstoff in einen Abscheider geführt und aus diesem als Flüssigkeit entnommen werden.

Falls ein Teil des hochreinen Stickstoffs gasförmig gewonnen werden soll, erweist es sich als günstig, wenn der flüssige hochreine Stickstoff mindestens teilweise in Wärmetausch mit kondensierendem Stickstoff aus dem Kopf der ersten Rektifizierstufe verdampft wird.

Eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens zur Gewinnung von hochreinem Stickstoff umfaßt eine Reinststickstoffkolonne, die durch eine Gasleitung und durch eine Flüssigkeitsleitung mit der ersten Rektifizierstufe verbunden ist, und eine Entnahmeleitung für hochreinen Stickstoff, die eini-

ge Böden unterhalb des Kopfes an der ersten Rektifizierstufe angebracht ist.

In einer bevorzugten Weiterbildung werden bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Verfahrensschritte aus einem der Ansprüche 1 bis 5 und die Verfahrensschritte aus einem der Ansprüche 8 bis 12 gemeinsam angewandt und außerdem die Sumpfflüssigkeit der Reinstsauerstoffkolonne durch Wärmetausch mit dem Gas im Kopf der Reinststickstoffkolonne beheizt.

Auf diese Weise können sowohl Sauerstoff als auch Stickstoff als Zerlegungsprodukte von höchster Reinheit hergestellt werden. Der Energieaufwand ist durch den Wärmetausch zwischen Reinstsauerstoff- und Reinststickstoffkolonne besonders gering.

Eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens weist zusätzlich einen Kondensator-Verdampfer auf, der zwischen Reinstsauerstoff- und Reinststickstoffkolonne angebracht ist. Auf diese Weise können Reinstsauerstoff- und Reinststickstoffkolonne als eine Einheit gefertigt werden, was weitere Einsparungen bei Fertigungs- und Kapitalkosten bewirkt.

Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden anhand von schematisch dargestellten Ausführungsbeispielen näher erläutert:

Hierbei zeigen:

Figur 1 ein Verfahrensschema einer Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Erzeugung von hochreinem Sauerstoff,

Figur 2 eine schematische Darstellung eines Details aus einer weiteren Ausführungsform zur Erzeugung von hochreinem Sauerstoff,

Figur 3 eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Erzeugung von hochreinem Stickstoff und

Figur 4 ein Verfahrensschema einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens zur gleichzeitigen Erzeugung von hochreinem Sauerstoff und hochreinem Stickstoff.

Gleiche oder analoge Verfahrensschritte beziehungsweise Anlagenteile tragen in den Figuren dieselben Bezugszeichen.

Von Verunreinigungen wie CO₂ und H₂O in üblicher Weise vorgereinigte und auf einen Druck von ca. 6,3 bar komprimierte Luft wird über eine Leitung 1 der ersten Stufe 2 einer zweistufigen Rektifizierkolonne 3 zugeführt. Bei einer Temperatur von ca. -177 °C wird die Luft in eine stickstoffreiche Fraktion im Kopf und eine sauerstoffreiche Fraktion im Sumpf vorzerlegt. Ein Teil der stickstoffreichen Fraktion wird in flüssiger Form entnommen (Leitung 4), in einem Wärmetauscher 5 unterkühlt, entspannt und mit einer Temperatur von etwa -193 °C als Rücklauf auf die zweiten Stufe 6 der Rektifizierkolonne 3 aufgegeben. Die beiden Stufen 2,6 der Rektifizierkolonne 3 stehen über einen

gemeinsamen Kondensator-Verdampfer 7 in wärmetauschender Verbindung miteinander.

Die sauerstoffreiche Fraktion aus dem Sumpf der ersten Stufe 2 wird über eine Leitung 8 entnommen, im Wärmetauscher 5 unterkühlt und an einer Zwischenstelle, die auf einem höheren Temperaturniveau als die zugeführte stickstoffreiche Fraktion 4 liegt, daraus entnommen. Ein Teil der sauerstoffreichen Fraktion, die auf einer Temperatur von ca. -182 °C ist, wird an einer Zwischenstelle auf die zweite Stufe 6 aufgegeben, während der Rest als Kühlmittel einem Kondensator-Verdampfer 9 im Kopf einer Rohargonkolonne 10 zugeführt wird.

Ein weiterer vorgereinigter Luftstrom, der zur Kälteerzeugung komprimiert und anschließend entspannt worden ist, wird über eine Leitung 11 der zweiten Stufe 6 etwa in Höhe der Zuführung der sauerstoffreichen Fraktion 8 zugeführt. In der zweiten Stufe 6, die bei einer Temperatur von ca. -179 °C und einem Druck von ca. 1,6 bar betrieben wird, werden die Vorzerlegungsfraktionen aus der ersten Stufe in reinen Sauerstoff, der im Kolonnensumpf gewonnen wird und reinen Stickstoff, der im Kopf der Kolonne gewonnen wird, zerlegt. Der Sauerstoff hat typischerweise eine Reinheit von 99,5 % und enthält noch ca. 0,5% Argon und zusätzlich das gesamte Krypton und Xenon sowie die Kohlenwasserstoffe im ppm-Bereich, die in der Luft vorhanden sind.

Der Sauerstoff wird gasförmig oberhalb des Kolonnensumpfes über eine Leitung 12 und/oder in flüssiger Form aus dem Kolonnensumpf über eine Leitung 13 entnommen. Der flüssige Sauerstoff wird im Wärmetauscher 5 unterkühlt.

Aus dem Kopf der zweiten Stufe 6 wird flüssiger Stickstoff (Leitung 14) mit einer Reinheit von 99,995 % herausgeführt. Gasförmiger reiner Stickstoff mit einer Reinheit von 99,995% wird über eine Leitung 15 vom Kopf der zweiten Stufe 6 entnommen. Diese beiden Stickstofffraktionen sind noch durch die üblichen Bestandteile wie Sauerstoff, Argon, Helium, Neon, Wasserstoff und Kohlenmonoxid verunreinigt.

Unreiner gasförmiger Stickstoff (ca. 0,15% O₂-Gehalt) wird über eine Leitung 16 aus dem oberen Kolonnendrittel entnommen. Die beiden gasförmigen Stickstoffströme werden im Wärmetauscher 5 angewärmt und aus der Anlage abgeführt.

Etwas unterhalb der Kolonnenmitte, etwa zwischen dem 35. und 36. Boden bei einer Gesamtbodenzahl von 96 ist die Argonkonzentration in der zweiten Stufe 6 am höchsten. In Höhe dieser Stelle wird über eine Leitung 17 eine Fraktion aus der zweiten Stufe entnommen, die bis 91% O₂ wenige ppm N₂ bis 9% Argon sowie Spuren von Xenon, Krypton, Kohlenwasserstoffen im ppm-Bereich enthält. Diese Fraktion wird der Rohargonkolonne 10

an ihrem unteren Ende zugeführt und dort durch Rektifikation in eine gasförmige Rohargonfraktion, die vom Kopf der Rohargonkolonne über eine Leitung 18 entnommen wird und eine flüssige Sumpffraktion, die über eine Leitung 19 in die zweite Stufe zurückgeleitet wird, zerlegt. Die Rohargonfraktion weist vorzugsweise eine Zusammensetzung von 2% O₂, 97% Argon und 1% N₂ auf, die Sumpfflüssigkeit eine Zusammensetzung von 94% O₂, 6% Argon auf.

Eine Teil des Rohargons wird unter Bildung von Rücklaufflüssigkeit im Kondensator-Verdampfer 9 durch Wärmetausch mit zuvor entspannter sauerstoffreicher Flüssigkeit aus der ersten Rektifizierstufe 2 kondensiert. Dabei wird die sauerstoffreiche Flüssigkeit zum Teil verdampft. Der verdampfte Anteil wird über eine Leitung 20 entnommen und zusammen mit aus dem Verdampferaum entnommener Flüssigkeit (Leitung 21) in die zweite Stufe 6 geleitet. Drei bis fünf Böden oberhalb der Sumpfflüssigkeit wird eine flüssige Fraktion über eine Leitung 22 aus der Rohargonkolonne entnommen und auf eine Reinstsauerstoffkolonne 23 aufgegeben. Die Fraktion 22 besteht nur noch aus den Komponenten O₂, Argon und N₂ und ist frei von Krypton, Xenon und Kohlenwasserstoffen. Der Grund hierfür liegt darin, daß die Verunreinigungen (Krypton, Xenon, Kohlenwasserstoffe durch die Böden zwischen dem Kolonnensumpf und der Entnahmestelle im Kolonnensumpf festgehalten werden und über die Leitung 19 in die zweite Stufe 6 zurückgeschleust werden.

In der Reinstsauerstoffkolonne 23, die bei einer Temperatur von -179 °C und einem Druck von 1,5 bar betrieben wird, werden Stickstoff und Argon vom Sauerstoff abgetrennt und als gasförmige Restfraktion über eine Leitung 24 vom Kopf entnommen und oberhalb der Entnahmestelle der flüssigen Fraktion 22 in die Rohargonkolonne 10 oder oberhalb der Leitung 17 in die Kolonne 6 (gestrichelte Leitung 42) zurückgeleitet. Aus dem Sumpf der Reinstsauerstoffkolonne 23 wird hochreiner flüssiger Sauerstoff mit einer Reinheit von 99,999% über eine Leitung 25 entnommen. Der Sauerstoff weist typisch folgende Verunreinigungen auf: Kohlenwasserstoffe, Krypton, Xenon, Stickstoff jeweils weniger als 1 ppm, Argon weniger als 10 ppm. Der hochreine flüssige Sauerstoff wird im Wärmetauscher 5 unterkühlt und anschließend aus der Anlage abgeführt. Bei Bedarf kann zusätzlich oder alternativ hochreiner gasförmiger Sauerstoff oberhalb des Kolonnensumpfes über eine Leitung 26 entnommen werden.

Die Beheizung des Kolonnensumpfes erfolgt durch Stickstoff, der vom Kopf der ersten Stufe 2 entnommen und über eine Leitung 27 einem im Kolonnensumpf angeordneten Kondensator-Verdampfer 28 zugeführt wird. Bei dem Wärmetausch

kondensiert der Stickstoff und wird über eine Leitung 29 wieder in den Kopf der ersten Stufe 2 zurückgeleitet. Ein Teil des gasförmigen Stickstoffs wird von der Leitung 27 abgezweigt und über eine Leitung 30 entnommen.

Figur 2 zeigt eine Abwandlung der Verfahrens der Figur 1. Da der größte Teil des abgewandelten Verfahrens mit dem der Figur 1 identisch ist, ist in Figur 2 lediglich die Reinstsauerstoffkolonne 23 dargestellt.

Die Entnahme des flüssigen hochreinen Sauerstoffs über Leitung 25 beziehungsweise des gasförmigen hochreinen Sauerstoffs über Leitung 26 erfolgt hier einige Böden oberhalb des Sumpfes. Die vorzugsweise drei bis fünf Rektifizierböden halten unerwünschte Anteile wie Krypton, Xenon und Kohlenwasserstoffe zurück, die durch Anreichern von Spuren oder durch Eindringen durch weniger dichte Stelle am Kondensator-Verdampfer 28 in den Sumpf der Reinstsauerstoffkolonne 23 gelangen können.

Leitung 43 dient zum Abführen einer kleinen Menge Sumpfflüssigkeit, die entweder verworfen oder in die zweite Rektifizierstufe zurückgeleitet wird. Auf diese Weise kann die Anreicherung von unerwünschten Anteilen im Sumpf der Reinstsauerstoffkolonne 23 weitgehend verhindert werden.

Figur 3 zeigt eine weitere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, bei dem hochreiner Stickstoff erzeugt wird. Analoge Anlagenteile sind mit denselben Bezugszeichen wie in Figur 1 versehen.

Gasförmiger Stickstoff aus dem Kopf der ersten Rektifizierstufe 2 wird über Leitung 27 in eine Reinststickstoffkolonne 31, die etwa beim gleichen Druck wie die erste Rektifizierstufe betrieben wird, eingespeist und dort in eine flüssige Sumpffraktion und in eine Restgasfraktion getrennt. Die Restgasfraktion enthält unerwünschte Anteile wie Helium, Neon und Kohlenmonoxid und wird über Leitung 33 abgezogen und der unreinen Stickstofffraktion 16 aus der zweiten Rektifizierstufe 6 beigemischt.

Die Sumpffraktion fließt über Leitung 29 zurück zur ersten Rektifizierstufe, aus der über Leitung 34 hochreiner Stickstoff abgezogen wird. Zwischen Kopfkondensator und Entnahmestelle für Leitung 34 liegen zwei bis fünf Rektifizierböden, die als Sperre für Helium, Neon und Kohlenmonoxid wirken, deren Konzentration im Kopf der Kolonne am größten ist. Der hochreine Stickstoff 34 weist eine Reinheit von 99,999% auf, der Rest besteht im wesentlichen aus Argon.

Neben der Leitung 27 mündet eine weitere Leitung 32 in die Reinststickstoffkolonne 31. Die Leitung 32 ist unmittelbar am Kondensator 7 angeschlossen und wird auch als Heliumablaß bezeichnet. In diesem Bereich reichern sich die Luftbestandteile Helium, Neon und Kohlenmonoxid an.

Diese Bestandteile werden zusammen mit dem Stickstoff über die Leitung 32 aus der Ersten Stufe 2 abgeführt und mit der Kopffraktion der Reinststickstoffkolonne 31 entnommen.

Der Kopf der Reinststickstoffkolonne 31 wird mit sauerstoffreicher Flüssigkeit 46 gekühlt, die aus dem Sumpf der ersten Rektifizierstufe 2 stammt. Die sauerstoffreiche Flüssigkeit wird dabei teilweise verdampft, verläßt den Kopfkondensator der Reinststickstoffkolonne 31 über Leitung 44 beziehungsweise 45 und wird anschließend in die zweite Rektifizierstufe 6 eingeleitet.

Sofern der hochreine Stickstoff in flüssiger Form gewünscht wird, wird der über Leitung 34 entnommene Stickstoff in Wärmetauscher 5 unterkühlt und anschließend entspannt. Das bei der Entspannung entstehende Flashgas wird in einem Abscheider 35 abgetrennt und über eine Leitung 36 dem Stickstoff in Leitung 15 zugemischt. Über Leitung 37 kann flüssiger Stickstoff höchster Reinheit entnommen werden.

Sofern zusätzlich oder alternativ hochreiner Stickstoff als Gas benötigt wird, wird der hochreine flüssige Stickstoff (Leitung 38) teilweise oder ganz ohne vorherige Unterkühlung entspannt und einem Verdampfer 39 zugeführt. Der Verdampfer wird durch einen Teilstrom des gasförmigen Stickstoffs in Leitung 30 beheizt, der über eine Leitung 40 abgezweigt und nach dem Wärmetausch im Verdampfer 39 der stickstoffreichen Fraktion 4 zugemischt wird. Der hochreine gasförmige Stickstoff wird über eine Leitung 41 aus dem Verdampfer 39 abgeführt.

Eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, bei sowohl hochreiner Sauerstoff als auch hochreiner Stickstoff hergestellt werden kann, ist in Figur 4 dargestellt. Hier sind die Reinstsauerstoffkolonne 23 und die Reinststickstoffkolonne 31 zu einer Einheit zusammengefaßt und stehen über einen nunmehr gemeinsamen Kondensator-Verdampfer 28 in wärmetauschender Verbindung. Dadurch können die Beheizung des Sumpfes der Reinstsauerstoffkolonne 27 und die Kühlung des Kopfes der Reinststickstoffsäule 31 mit Hilfe von nur einer Wärmetauschapparatur durchgeführt werden.

Ansprüche

1. Verfahren zur Luftzerlegung durch Rektifikation, bei dem die Luft in einer ersten Rektifizierstufe in eine stickstoffreiche und eine sauerstoffreiche Fraktion vorzerlegt wird und die beiden Fraktionen einer zweiten Rektifizierstufe zugeführt und in Sauerstoff und Stickstoff zerlegt werden, dadurch gekennzeichnet, daß aus einer Rohargonkolonne (10), in die ein im wesentlichen Sauerstoff

und Argon enthaltender Strom (17) aus der zweiten Rektifizierstufe (6) eingeführt wird, eine weitere Fraktion (22) oberhalb des Sumpfes entnommen und in einer Reinstsauerstoffkolonne (23) in hochreinen Sauerstoff (25,26) und eine leichtere Restfraktion (24) zerlegt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die weitere Fraktion (22) in flüssiger Form entnommen und als Rücklaufflüssigkeit auf die Reinstsauerstoffkolonne (23) aufgegeben wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Entnahme der weiteren Fraktion (22) mehrere Böden oberhalb des Säulensumpfes der Rohargonkolonne (10) erfolgt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der hochreine Sauerstoff (25,26) mehrere Böden oberhalb des Sumpfes der Reinstsauerstoffkolonne (23) entnommen wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Säulensumpf der Reinstsauerstoffkolonne (23) durch Stickstoff (27) vom Kopf der ersten Rektifizierstufe (2) beheizt wird.

6. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 mit einer zweistufigen Rektifizierkolonne und mit einer mit deren zweiter Stufe verbundenen Rohargonkolonne, gekennzeichnet durch eine Reinstsauerstoffkolonne (23), die mittels einer seitlichen Entnahmeleitung (22) mit der Rohargonkolonne (10) verbunden ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die seitliche Entnahmeleitung (22) mehrere Rektifizierböden oberhalb des Sumpfes der Rohargonkolonne (10) angeordnet ist.

8. Verfahren zur Luftzerlegung durch Rektifikation, bei dem die Luft in einer ersten Rektifizierstufe in eine stickstoffreiche und eine sauerstoffreiche Fraktion vorzerlegt wird und die beiden Fraktionen einer zweiten Rektifizierstufe zugeführt und in Sauerstoff und Stickstoff zerlegt werden, dadurch gekennzeichnet, daß eine weitere stickstoffreiche Fraktion (27) vom Kopf der ersten Rektifizierstufe (2) in eine Reinststickstoffkolonne (31) eingeführt und dort in eine Sumpfflüssigkeit (29) und in eine Restgasfraktion (33) zerlegt wird.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Sumpfflüssigkeit (29) zum Kopf der ersten Rektifizierstufe (2) zurückgeleitet wird.

10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß einige Böden unterhalb des Kopfes der ersten Rektifizierstufe (2) eine flüssige Fraktion (34) aus hochreinem Stickstoff entnommen wird.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der flüssige hochreine Stickstoff (34) mindestens teilweise unterkühlt wird.

12. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß der flüssige hochreine Stickstoff (34) mindestens teilweise in Wärmetausch mit kondensierendem Stickstoff (40) aus dem Kopf der ersten Rektifizierstufe (2) verdampft wird.

13. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 8 bis 12, gekennzeichnet durch eine Reinststickstoffkolonne (31), die durch eine Gasleitung (27) und durch eine Flüssigkeitsleitung (29) mit der ersten Rektifizierstufe (2) verbunden ist, und durch eine Entnahmeleitung (34) für hochreinen Stickstoff, die einige Böden unterhalb des Kopfes an der ersten Rektifizierstufe (2) angebracht ist.

14. Verfahren zur Luftzerlegung, bei dem die Verfahrensschritte aus einem der Ansprüche 1 bis 6 und die Verfahrensschritte aus einem der Ansprüche 9 bis 12 gemeinsam angewandt werden, dadurch gekennzeichnet, daß die Sumpfflüssigkeit der Reinstsauerstoffkolonne (23) durch Wärmetausch mit dem Gas im Kopf der Reinststickstoffkolonne (31) beheizt wird.

15. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 14, gekennzeichnet durch einen Kondensator-Verdampfer (28), der zwischen Reinstsauerstoff- und Reinststickstoffkolonne angebracht ist.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

7

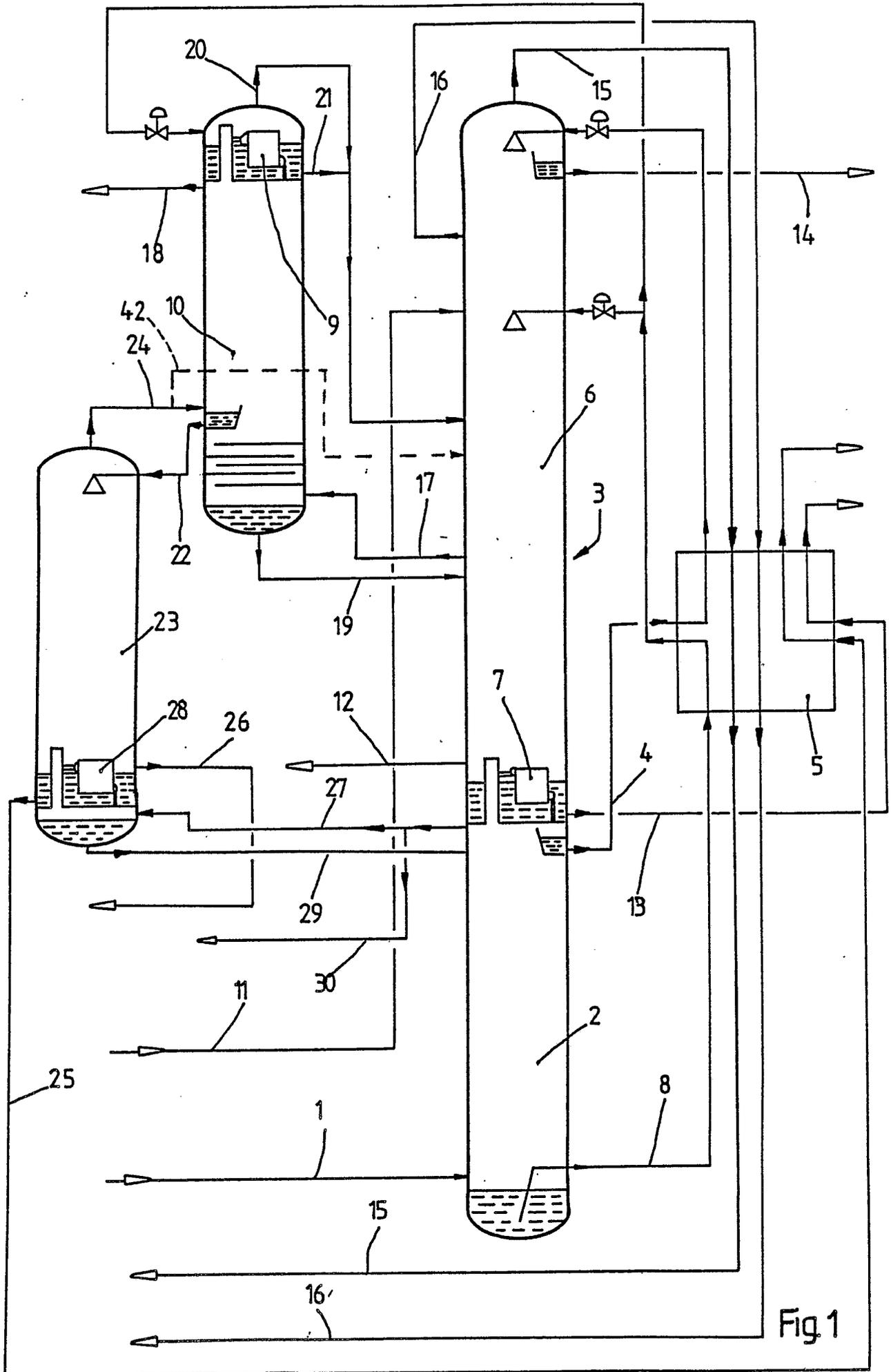


Fig 1

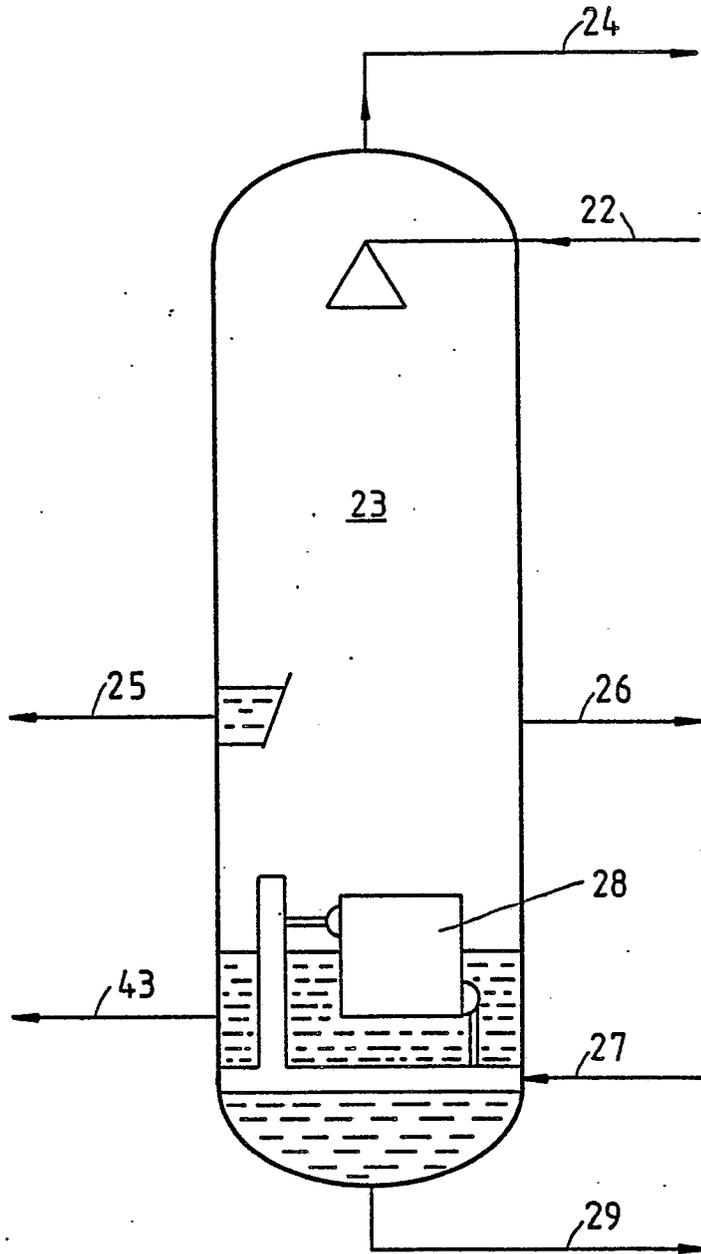


Fig.2

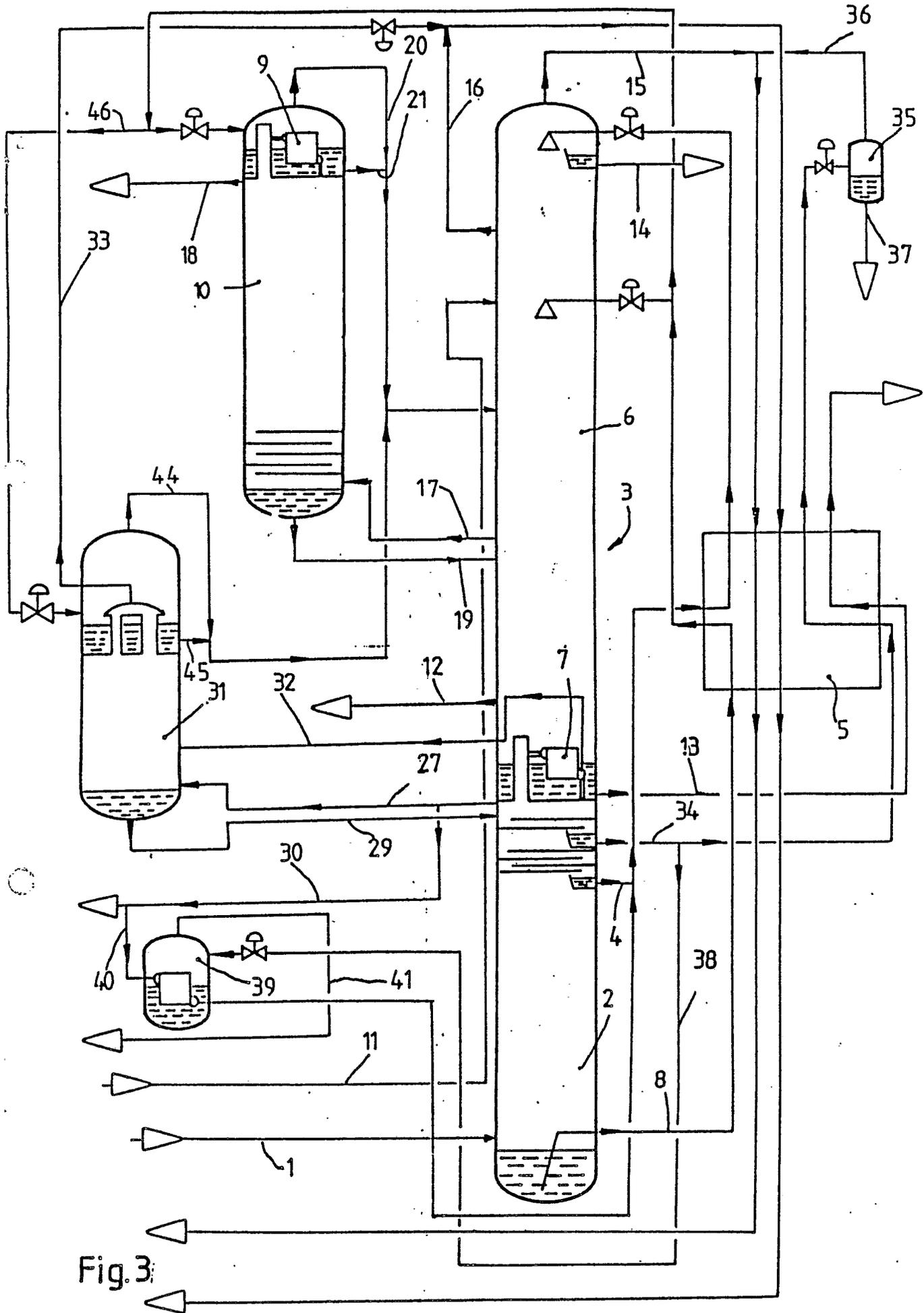


Fig. 3:

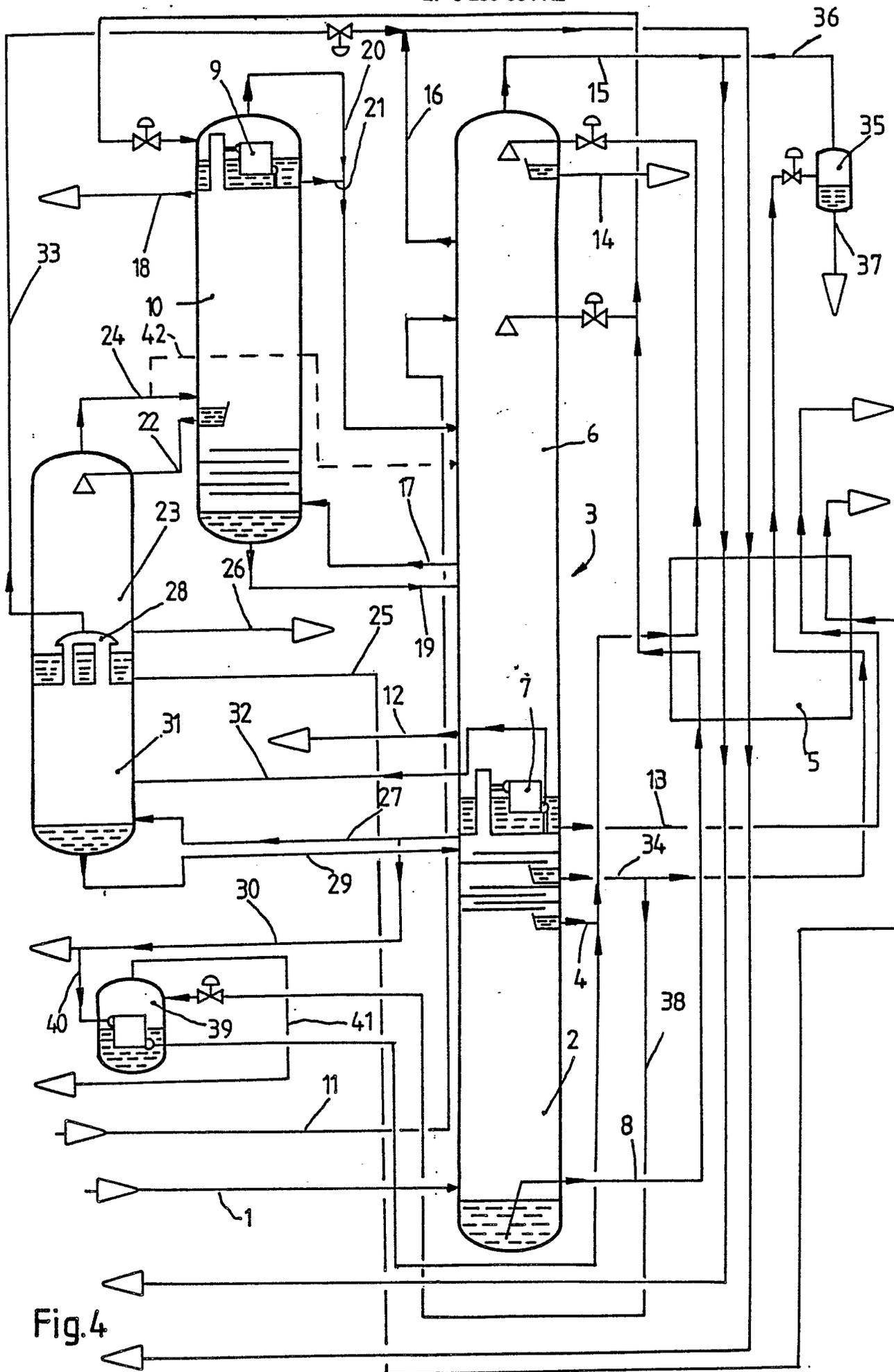


Fig.4