

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

**EP 0 904 518 B1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des  
Hinweises auf die Patenterteilung:

**19.12.2001 Patentblatt 2001/51**

(51) Int Cl.7: **F25J 3/04**

(86) Internationale Anmeldenummer:

**PCT/EP97/02188**

(21) Anmeldenummer: **97921813.8**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:

**WO 97/41400 (06.11.1997 Gazette 1997/47)**

(22) Anmeldetag: **28.04.1997**

(54) **VERFAHREN ZUM ANFAHREN EINER ANLAGE ZUR TIEFTEMPERATURZERLEGUNG VON  
LUFT UND ANLAGE ZUR TIEFTEMPERATURZERLEGUNG VON LUFT**

PROCESS FOR STARTING AN INSTALLATION FOR LOW TEMPERATURE AIR SEPARATION AND  
INSTALLATION FOR LOW TEMPERATURE AIR SEPARATION

PROCEDE DE MISE EN MARCHÉ D'UNE INSTALLATION DE SEPARATION DE L'AIR A BASSE  
TEMPERATURE ET INSTALLATION DE SEPARATION DE L'AIR A BASSE TEMPERATURE

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**DE ES FR GB IE IT PT**

(72) Erfinder: **DEMSKI, Georg**  
**D-86163 Augsburg (DE)**

(30) Priorität: **30.04.1996 DE 19617377**

(74) Vertreter: **Imhof, Dietmar et al**  
**Linde AG Zentrale Patentabteilung**  
**Dr.-Carl-von-Linde-Strasse 6-14**  
**82049 Höllriegelskreuth (DE)**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**31.03.1999 Patentblatt 1999/13**

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

(56) Entgegenhaltungen:  
**EP-A- 0 452 177 DE-A- 3 732 363**  
**FR-A- 2 225 705**

**EP 0 904 518 B1**

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 eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Anfahren einer Anlage zur Tieftemperaturzerlegung eines Gasgemischs, insbesondere von Luft, die mindestens eine Destilliersäule, in der eine leichterflüchtige Fraktion, insbesondere Stickstoff, erzeugt wird, und mindestens eine Quelle für tiefkalte Flüssigkeit aufweist, wobei bei dem Verfahren mindestens zeitweise tiefkalte Flüssigkeit aus dieser Quelle in einen oberen Bereich der Destilliersäule eingeführt wird, wobei diese Flüssigkeitseinführung zu einem Zeitpunkt  $t_0$  beginnt.

**[0002]** Das Verfahren wurde im Rahmen der Gewinnung von Stickstoff aus Luft entwickelt; die Erfindung ist jedoch auch bei jedem anderen Verfahren zur destillativen Trennung eines Gasgemischs bei einer Temperatur unterhalb der Umgebungstemperatur anwendbar. Es bezieht sich hauptsächlich auf das Wiederaufahren einer Anlage nach einer Betriebsunterbrechung, insbesondere für den Fall, daß die Säule sich noch auf tiefer Temperatur befindet, ist jedoch auch auf das Anfahren einer warmen Anlage anwendbar.

**[0003]** Ein Verfahren der eingangs genannten Art ist aus der EP 452177 A1 bekannt. Dort wird beim Wiederaufahren der Anlage sofort eine große Menge tiefkalter Flüssigkeit, nämlich Stickstoffs, aus einem extern befüllten Flüssigtank in die Destilliersäule eingespeist; gleichzeitig wird Luft in die Säule eingeblasen. Dadurch steht sofort gasförmiges Produkt am Kopf der Säule zur Verfügung.

**[0004]** Das leichterflüchtige Kopfprodukt weist jedoch zunächst eine relativ niedrige Reinheit auf, da anfangs fast keine Rektifikation in der Säule stattfindet.

**[0005]** Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein besonders wirtschaftlich arbeitendes Verfahren und eine entsprechende Vorrichtung anzugeben, die ein besonders günstiges Anfahren ermöglichen, insbesondere eine hohe Reinheit im leichterflüchtigen Produkt beim Wiederaufahren nach Betriebsunterbrechungen.

**[0006]** Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß zwischen dem Zeitpunkt  $t_0$  und einem späteren Zeitpunkt  $t_1 > t_0$  keine oder im wesentlichen keine Luft in die Destilliersäule eingeleitet wird.

**[0007]** Unter dem Merkmal, daß "im wesentlichen keine Luft" in die Säule eingespeist wird, ist hier eine Einsatzluftmenge gemeint, die höchstens 20 mol%, vorzugsweise höchstens 10 mol%, höchst vorzugsweise maximal 1 mol% der Luftmenge beträgt, die die Destilliersäule im stationären Betrieb verarbeitet. Im allgemeinen ist es am günstigsten, wenn die Luftzuspeisung in die Säule zwischen den genannten Zeitpunkten vollständig versperrt ist.

**[0008]** Im Zeitpunkt  $t_1$  wird die Luftzuspeisung geöffnet, und zwar vorzugsweise behutsam, das heißt die eingespeiste Luftmenge wird geregelt und dabei langsam von Null auf den Normalwert erhöht. Sie steigt dabei vorzugsweise streng monoton an, bis sie diesen Normalwert erreicht hat.

**[0009]** Der Zeitpunkt  $t_1$  kann entweder fest vorgegeben oder dadurch bestimmt werden, daß die in der Säule herabfallende Flüssigkeit einen bestimmten unteren Säulenabschnitt erreicht hat, beispielsweise den Sumpf, oder daß der Flüssigkeitsstand im Sumpf der Säule eine gewisse Mindesthöhe erreicht hat. In der Praxis reicht es aus, wenn bei der Inbetriebnahme der Säule ein sinnvolles Zeitintervall  $t_1 - t_0$  (beispielsweise 3 bis 10 Minuten) ermittelt und dieses für spätere Fälle des Anfahrens der Anlage verwendet wird.

**[0010]** Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden also zunächst die Stoffaustauschelemente in der Säule (Böden, Füllkörper und/oder geordnete Packungen) mindestens teilweise benetzt und gegebenenfalls Flüssigkeitsverteiler aufgefüllt. Wenn die Luft zum späteren Zeitpunkt in die Destilliersäule eingelassen wird, kann die Rektifikation in der gesamten Säule oder in ihrem größten Teil sofort einsetzen, und die leichterflüchtige Fraktion, die im oberen Teil der Säule gewonnen wird, weist unmittelbar die gewünschte Produktreinheit auf.

**[0011]** Der Druck in der Destilliersäule beträgt beispielsweise 3 bis 15 bar, vorzugsweise 6 bis 9 bar.

**[0012]** Die Destilliersäule ist für eine Nennproduktmenge der leichterflüchtigen Fraktion ausgelegt. Bei dem Verfahren kann zwischen dem Zeitpunkt  $t_0$  und einem späteren Zeitpunkt  $t_1 > t_0$  tiefkalte Flüssigkeit in einer Menge in die Destilliersäule eingeführt werden, die geringer als die Nennproduktmenge der leichterflüchtigen Fraktion ist.

**[0013]** Vor der Einführung von Luft (Zeitpunkt  $t_1$ ) verdampft kaum Flüssigkeit in der Säule, sondern es werden lediglich die Stoffaustauschelemente in der Säule benetzt und gegebenenfalls Flüssigkeitsverteiler aufgefüllt. Die anfangs eingespeiste Flüssigkeitsmenge beträgt beispielsweise weniger als die Nennproduktmenge. Sie kann auch größer oder gleich der Nennproduktmenge sein, falls dadurch die Benetzung der Stoffaustauschelemente beschleunigt wird. Die zugespeiste Flüssigkeitsmenge bleibt im Zeitintervall von  $t_0$  bis  $t_1$  vorzugsweise konstant und wird anschließend reduziert, beispielsweise auf Null.

**[0014]** Es ist besonders günstig, wenn zwischen dem Zeitpunkt  $t_0$  und einem noch späteren Zeitpunkt  $t_2 > t_1$  keine oder im wesentlichen keine leichterflüchtige Fraktion aus der Destilliersäule entnommen wird.

**[0015]** Die Säule wird also insbesondere auch nach dem Beginn der Luftzufuhr (Zeitpunkt  $t_1$ ) mit totalem oder fast totalem Rücklauf gefahren, das heißt es werden mindestens 90 mol% des aufsteigenden Dampfs am Kopf der Säule kondensiert und höchstens 10 mol%, vorzugsweise höchstens 5 mol%, höchst vorzugsweise maximal 1 mol% des in der Säule aufsteigenden Dampfs als leichterflüchtige Fraktion entnommen. Im Regelfall bleibt die entsprechende Produktleitung bis zum Zeitpunkt  $t_2$  (beispielsweise 4 bis 15 Minuten nach dem Startzeitpunkt  $t_0$ ) vollständig geschlossen.

**[0016]** Dadurch kann gewährleistet werden, daß bei

der Öffnung der Produktentnahmeleitung der Destilliersäule unmittelbar leichterflüchtige Fraktion in der gewünschten Reinheit vorliegt, also in derjenigen Reinheit, die auch beim stationären Betrieb der Anlage erzielt wird. Der Zeitpunkt  $t_2$  kann beispielsweise nur etwa 3 bis 20 Minuten nach dem Startzeitpunkt  $t_0$  liegen. Zu einem späteren Zeitpunkt  $t_3 > t_2$  erreicht die zugeführte Luftmenge ihren Normalwert; die Entnahme der leichterflüchtigen Fraktion wird bis zu einem Zeitpunkt  $t_4 \geq t_3$  auf die Nennproduktmenge erhöht. Die Zeitpunkte  $t_3$  und  $t_4$  liegen beispielsweise 12 bis 25 Minuten nach dem Startzeitpunkt  $t_0$ .

**[0017]** Die Erfindung bezieht sich gleichermaßen auf Verfahren mit einer einzelnen Destilliersäule und auf solche mit weiteren Kolonnen. Häufig enthält die leichterflüchtige Fraktion aus dem oberen Bereich der Destilliersäule noch Verunreinigungen mit sehr niedrigem Siedepunkt. Im Fall von Stickstoff können dies Helium, Neon und/oder Wasserstoff sein. Deshalb ist es bei besonders hohen Reinheitsanforderungen günstig, wenn die leichterflüchtige Fraktion im stationären Betrieb in eine Reinsäule eingeleitet wird, wobei der Reinsäule ein Hochreinprodukt entnommen wird. Die Entnahmestelle des Hochreinprodukts liegt vorzugsweise unterhalb der Einleitung der leichterflüchtigen Fraktion. Bei einem derartigen Prozeß verhindert die erfindungsgemäße Anfahrmethode insbesondere, daß die Reinsäule durch schwererflüchtige Komponenten (im Falle der Stickstoffgewinnung: Sauerstoff) verunreinigt wird.

**[0018]** Vorzugsweise stehen der obere Bereich der Destilliersäule und der untere Bereich der Reinsäule über einen Kondensator-Verdampfer in wärmetauschender Verbindung. Eine derartige Doppelsäule ist aus der DE 4432137 A1 an sich bekannt.

**[0019]** Die Quelle für tiefkalte Flüssigkeit kann durch ein Reservoir gebildet werden, das von außerhalb der Anlage befüllt wird. Dieses Reservoir kann beispielsweise als Flüssigtank ausgebildet sein, aus dem außerdem bei über die Nennproduktmenge hinausgehendem Bedarf oder im Falle einer Betriebsunterbrechung der Anlage Flüssigkeit entnommen und in einem externen Verdampfer beispielsweise gegen Umgebungsluft verdampft wird.

**[0020]** Alternativ oder zusätzlich kann die Quelle für tiefkalte Flüssigkeit durch ein Reservoir gebildet werden, das durch ein innerhalb der Anlage gewonnenes Fluid befüllt wird. Die während des Anfahrens verbrauchte Flüssigkeitsmenge wird dann im stationären Betrieb wieder erzeugt und in das Reservoir eingeführt.

**[0021]** Falls die Anlage eine Reinsäule aufweist, ist es besonders günstig, wenn das Reservoir durch eine Flüssigkeit aus der Reinsäule befüllt wird. Dazu ist insbesondere die Sumpfflüssigkeit der Reinsäule geeignet. Der Sumpf der Reinsäule kann selbst als Reservoir für die tiefkalte Flüssigkeit fungieren.

**[0022]** Das Reservoir wird vorzugsweise durch den Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers gebildet. Der Kondensator-Verdampfer kann dabei im

Sumpf der Reinsäule (siehe DE 4432137 A1) oder außerhalb der Reinsäule angeordnet sein. Im ersten Fall ist der Verdampfungsraum mit dem Sumpf der Säule identisch, im zweiten Fall wird er durch einen eigenen Behälter gebildet.

**[0023]** Bei derartigen Anlagen ist es günstig, wenn während des stationären Betriebs der Anlage zum Ausgleich von Kälteverlusten eine flüssige Fraktion aus einer äußeren Quelle in die Destilliersäule eingeleitet wird, wie es für sich aus der DE 2417766 A bekannt ist. Vorzugsweise wird der gesamte oder im wesentlichen der gesamte Kältebedarf der Prozesses durch Flüssigkeitszuspeisung gedeckt, wobei keiner der Prozeßströme arbeitsleistend entspannt wird und die Anlage keine kälteerzeugende Entspannungsmaschine (beispielsweise Turbine) aufweist. Grundsätzlich können diese flüssige Fraktion und die tiefkalte Flüssigkeit, die beim Anfahren eingesetzt wird, identisch sein, also aus dem gleichen Reservoir stammen. Vorzugsweise sind jedoch unterschiedliche Reservoirs für die tiefkalte Flüssigkeit, die zum Anfahren genutzt wird, und für die flüssige Fraktion, die beim stationären Betrieb die Kälteverluste ausgleicht, vorgesehen. Eines dieser beiden Reservoirs oder vorzugsweise ein drittes kann zur Notversorgung oder zu zusätzlicher Produktion durch externe Verdampfung genutzt werden. Die externe Verdampfung kann beispielsweise durch indirekten Wärmeaustausch mit atmosphärischer Luft oder Wasser oder mit jeder anderen bekannten Methode erfolgen.

**[0024]** Die Regelung der Menge der zum Ausgleich von Kälteverlusten eingeführten flüssigen Fraktion erfolgt vorzugsweise in Abhängigkeit vom Flüssigkeitsstand im Sumpf der Destilliersäule. Grundsätzlich ist auch die Regelung in Abhängigkeit von anderen Flüssigkeitsständen in der Anlage möglich.

**[0025]** Es ist ferner vorteilhaft, wenn das Verfahren mindestens eine erste und eine zweite Quelle für tiefkalte Flüssigkeit aufweist, wobei mindestens zeitweise tiefkalte Flüssigkeit aus beiden Quellen gleichzeitig in die Destilliersäule eingeführt wird, und die Flüssigkeit aus der zweiten Quelle mindestens einen theoretischen Boden unterhalb der Flüssigkeit aus der ersten Quelle eingespeist wird. Vorzugsweise beginnt die Einspeisung beider Flüssigkeiten etwa gleichzeitig, nämlich zum Zeitpunkt  $t_0$ . Durch die gleichzeitige Einspeisung von Flüssigkeit an mehreren Stellen kann die Benetzung der Stoffaustauschelemente schneller durchgeführt werden; die Luftzufuhr (Zeitpunkt  $t_1$ ) kann früher beginnen, der Anfahrvorgang verkürzt sich weiter. Dieser Effekt kann weiter verstärkt werden, indem Flüssigkeit an drei oder mehr Stellen der Säule eingespeist wird, beispielsweise bei einer gepackten Kolonne an jedem Flüssigkeitsverteiler. Die unterschiedlichen Einspeisungen können beispielsweise am Kopf und bei zwei Dritteln der Kolonnenhöhe (von unten), am Kopf der Säule und bei der Hälfte der Kolonnenhöhe oder - im Fall von drei Quellen - am Kopf, bei zwei Dritteln und bei einem Drittel der Kolonnenhöhe vorgenommen wer-

den. Die Einspeisemengen richten sich jeweils nach der Anzahl der zwischen der Einspeisestelle und der darunterliegenden Einspeisestelle beziehungsweise dem Kolonnensumpf liegenden theoretischen Böden; Hauptkriterium ist die möglichst rasch zu erreichende ausreichende Benetzung der Stoffaustauschelemente.

**[0026]** Zwar kann eine Benetzung der Stoffaustauschelemente auch dann erreicht werden, wenn die beiden an verschiedenen Stellen aufgegebenen Flüssigkeiten dieselbe Zusammensetzung aufweisen; vorzugsweise haben die Flüssigkeiten aus den beiden Quellen jedoch eine unterschiedliche Zusammensetzung, die insbesondere nahe bei der Gleichgewichtskonzentration der in der Destilliersäule im stationären Betrieb herabfließenden Flüssigkeit an der jeweiligen Einspeisestelle liegen. Auf diese Weise kann vor der Einspeisung der Luft eine gewissen Anpassung an den Konzentrationsverlauf während des stationären Betriebs der Destilliersäule vorgenommen werden. Der Anfahrvorgang verkürzt sich weiter.

**[0027]** Die Erfindung betrifft außerdem eine Anlage zur Tieftemperaturzerlegung von Luft gemäß den Patentansprüchen 15 bis 17.

**[0028]** Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden im folgenden anhand eines in der Zeichnung schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

**[0029]** Atmosphärische Luft wird bei 1 angesaugt, im Luftverdichter 2 auf einen Druck von über 3 bar, vorzugsweise 6.5 bis 9.5 bar komprimiert und in einer oder mehreren Reinigungsstufen 3, 4 von Wasser, Kohlendioxid und unter Umständen von Kohlenmonoxid und/oder Wasserstoff befreit, durch indirekten Wärmeaustausch 5 abgekühlt und über Leitung 6 in eine als Drucksäule betriebene Destilliersäule 7 eingespeist. Das Kopfgas 8 aus der Destilliersäule 7 wird zum einen Teil (9) im Kondensator-Verdampfer 11 mindestens teilweise verflüssigt, wobei das Kondensat 12 als Rücklauf auf die Destilliersäule 7 aufgegeben wird und nicht kondensierte Anteile, hauptsächlich Helium und Neon, mit einem Spülstrom über Leitung 13 abgezogen werden. Das Gas in Leitung 13 kann beispielsweise verworfen oder mit einer Restgasfraktion vermischt werden. Vorzugsweise wird es kontinuierlich in die unten beschriebene Reinsäule 14 geleitet, indem Leitung 13 ein Ventil enthält und nach diesem Ventil in Leitung 10 stromabwärts des dortigen Drosseilventils mündet (in der Zeichnung nicht dargestellt).

**[0030]** Der nicht in den Kondensator-Verdampfer 11 eingeleitete Teil des Kopfgases der Destilliersäule wird als leichterflüchtige Fraktion 10 entnommen und über ein Drosselventil in eine Reinsäule (Helium-Neon-Ausschleussäule) 14 eingespeist. Die Einspeisestelle befindet sich auf mittlerer Höhe der Reinsäule 14, in deren unterem Bereich hochreiner Stickstoff anfällt. Dieses Hochreinprodukt wird vorzugsweise in Dampfform direkt oberhalb des Sumpfes der Reinsäule entnommen (Leitung 15). Der reine Produktstickstoff wird in 5 gegen

zu zerlegende Luft auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt und über die Produktleitung 20 abgezogen.

**[0031]** Der Sumpf der Helium-Neon-Ausschleussäule 14 wird durch den Kondensator-Verdampfer 11 beheizt, der auch zur Bildung von Rücklauf für die Drucksäule 7 dient. Der Kopfkondensator 16 der Helium-Neon-Ausschleussäule wird mit entspannter Sumpfflüssigkeit 17 aus der Drucksäule 7 betrieben. Die gegen die kondensierende Kopffraktion der Helium-Neon-Ausschleussäule verdampfte Fraktion wird über Leitung 19 abgezogen. Das Restgas 19 kann, gegebenenfalls gemeinsam mit einem oder mehreren Spülströmen, gegen zu zerlegende Luft angewärmt und anschließend beispielsweise als Regeneriergas in einer oder mehreren Reinigungsstufen 3,4 eingesetzt werden. Im Kopfkondensator 16 nicht verflüssigte Anteile, insbesondere Helium und Neon, unter Umständen auch Wasserstoff, verlassen die Anlage mit dem Spülstrom 18.

**[0032]** Das Ventil 23 in einer Leitung 22, die den Sumpf der Reinsäule 14 mit dem Kopf der Destilliersäule 7 verbindet, ist im stationären Betrieb der Anlage geschlossen. Über Leitung 24 wird im stationären Betrieb eine flüssige Fraktion 24 (beispielsweise Flüssigstickstoff gewöhnlicher Reinheit) in die Säule 7 eingespeist, um den durch Isolations- und Austauschverluste bedingten Kältebedarf zu decken. Diese Flüssigkeit wird von außerhalb der Anlage zugeführt und in einem Flüssigtank gespeichert. Dieser Flüssigtank ist vorzugsweise unabhängig von einem Notversorgungstank, dessen Inhalt zur Deckung zusätzlichen Produktbedarfs oder zur Notversorgung im Falle einer Betriebsunterbrechung extern verdampft werden kann. Die Einspeisung 24 geschieht vorzugsweise an einer Zwischenstelle, das heißt mindestens einen theoretischen Boden unterhalb des Kopfs der Säule. Die Menge der hier eingeführten Flüssigkeit wird beispielsweise über einen Flüssigkeitsstandregler im Sumpf der Destilliersäule 7 oder in Abhängigkeit vom Flüssigkeitsstand in einem der Kondensatoren 11 oder 16 eingestellt.

**[0033]** Der Produktleitung 20 kann über Leitung 21 alternativ oder zusätzlich extern verdampft Produkt aus dem nicht dargestellten Notversorgungstank zugepeist werden. Um Flüssigkeit aus dem Notversorgungstank zum Anfahren der Anlage zu nutzen, kann eine Leitung vom Notversorgungstank in den oberen Bereich der Destilliersäule 7 vorgesehen sein. Der Notversorgungstank kann aus der Anlage und/oder aus einer externen Quelle befüllt werden. Im letzten Fall ist das Notversorgungssystem unabhängig vom Betrieb der Säulen.

**[0034]** Die beiden Kolonnen 7 und 14 können im Inneren einer Vakuumisolierung angeordnet sein, die auch einen Flüssigtank umschließt, vorzugsweise denjenigen, in dem die flüssige Fraktion gespeichert ist, die bei 24 eingespeist wird. Einzelheiten zu dieser Anordnung sind der EP 538857 A1 zu entnehmen.

**[0035]** Bei einer Betriebsunterbrechung bleibt die Sumpfflüssigkeit der Reinsäule 14, ergänzt durch die

von den Stoffaustauschelementen dieser Säule herabfließende Rücklaufflüssigkeit, im Sumpf der Reinsäule 14, also im Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers 11, stehen; diese Flüssigkeit kann auf die erfindungsgemäße Weise zum Wiederaufahren der Anlage genutzt werden:

**[0036]** Beim Wiederaufahren nach der Betriebsunterbrechung wird zum Startzeitpunkt  $t_0$  das Ventil 23 teilweise oder vollständig geöffnet, während die Luftzuspelungsleitung 6 noch geschlossen bleibt. Die Flüssigkeit aus dem Sumpf der Reinsäule 14 fließt über Leitung 22 in den Kopf der Destilliersäule 7. Die Stoffaustauschelemente (Böden, Füllkörper und/oder geordnete Packung) und gegebenenfalls die Flüssigkeitsverteiler in der Säule 7 werden nach und nach benetzt beziehungsweise gefüllt. Ab dem späteren Zeitpunkt  $t_1$  wird die Leitung 6 geöffnet und Luft strömt in langsam auf den stationären Wert ansteigender Menge in die Destilliersäule 7. Das eingeführte Gas wird teilweise oder vorzugsweise vollständig im Kondensator-Verdampfer 11 kondensiert, wodurch zusätzliche Rücklaufflüssigkeit entsteht. Etwa ab  $t_1$  wird das Ventil 23 langsam geschlossen, so daß sich die über 22 strömende Flüssigkeitsmenge langsam verringert, bis sie zu einer Zeit  $t_2$  auf Null gesunken ist. Die Flüssigkeitszufuhr über 22 darf höchstens solange geöffnet bleiben, wie der Druck am Kopf der Destilliersäule 7 geringer ist als der Druck im Sumpf der Reinsäule 14 plus dem hydrostatischen Druck der Flüssigkeit. Ansonsten würde über Leitung 22 Kopfgas aus der Destilliersäule 7 in die Reinsäule 14 gedrückt werden und diese mit Sauerstoff verunreinigen. Dies kann entweder durch die Überwachung der entsprechenden Druckdifferenz oder durch Vorgabe eines festen Zeitpunkts  $t_2$  nach vorher ermittelten Erfahrungswerten sichergestellt werden.

**[0037]** Etwa ab dem Zeitpunkt  $t_2$  wird über Leitung 10 leichterflüchtiges Produkt in bis zur Nennproduktmenge ansteigendem Umfang entnommen und der Reinsäule 14 zugeleitet. Parallel dazu wird die Leitung 15 für Hochreinprodukt geöffnet.

**[0038]** Zwischen  $t_1$  und einem späteren Zeitpunkt  $t_3$  wird die Luftmenge kontinuierlich auf ihren Normalwert gesteigert. Gleichzeitig oder etwas später ( $t_4$ ) die durch die Leitung 10 fließende leichterflüchtige Fraktion auf die Nennproduktmenge und die Hochreinproduktmenge in Leitung 15 auf den entsprechenden Wert angestiegen. Damit ist der stationäre Betriebsfall der Anlage erreicht.

**[0039]** Der gesamte Ablauf des Wiederauffahrens erfolgt vorzugsweise automatisch.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zum Anfahren einer Anlage zur Tieftemperaturzerlegung eines Gasgemischs, insbesondere von Luft, die mindestens eine Destilliersäule (7), in der eine leichterflüchtige Fraktion (10), insbeson-

dere Stickstoff, erzeugt wird, und mindestens eine Quelle für tiefkalte Flüssigkeit aufweist, wobei bei dem Verfahren mindestens zeitweise tiefkalte Flüssigkeit (22) aus dieser Quelle in einen oberen Bereich der Destilliersäule (7) eingeführt wird, wobei diese Flüssigkeitseinführung zu einem Zeitpunkt  $t_0$  beginnt, **dadurch gekennzeichnet, daß** zwischen dem Zeitpunkt  $t_0$  und einem späteren Zeitpunkt  $t_1 > t_0$  kein oder im wesentlichen kein Gasgemisch (6) in die Destilliersäule (7) eingeleitet wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Destilliersäule (7) für eine Nennproduktmenge der leichterflüchtigen Fraktion (10) ausgelegt ist und daß zwischen dem Zeitpunkt  $t_0$  und einem späteren Zeitpunkt  $t_1 > t_0$  tiefkalte Flüssigkeit (22) in einer Menge in die Destilliersäule eingeführt wird, die geringer als die Nennproduktmenge der leichterflüchtigen Fraktion (10) ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** zwischen dem Zeitpunkt  $t_0$  und einem noch späteren Zeitpunkt  $t_2 > t_1$  keine oder im wesentlichen keine leichterflüchtige Fraktion (10) aus der Destilliersäule (7) entnommen wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** die leichterflüchtige Fraktion (10) in eine Reinsäule (14) eingeleitet wird, wobei der Reinsäule (14) ein Hochreinprodukt (15) entnommen wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** der obere Bereich der Destilliersäule (7) und der untere Bereich der Reinsäule (14) über einen Kondensator-Verdampfer (11) in wärmetauschender Verbindung stehen.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Quelle für tiefkalte Flüssigkeit durch ein Reservoir gebildet wird, das von außerhalb der Anlage befüllt wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Quelle für tiefkalte Flüssigkeit durch ein Reservoir gebildet wird, das durch ein innerhalb der Anlage gewonnenes Fluid befüllt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 7 und nach einem der Ansprüche 4 oder 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Reservoir durch eine Flüssigkeit aus der Reinsäule (14) befüllt wird.

9. Verfahren nach den Ansprüchen 5 und 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Reservoir durch den Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (11) gebildet wird.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, daß** während des stationären Betriebs der Anlage zum Ausgleich von Kälteverlusten eine flüssige Fraktion (24) aus einer äußeren Quelle in die Destilliersäule (7) eingeleitet wird. 5
11. Verfahren nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Menge der in die Destilliersäule (7) eingespeisten flüssigen Fraktion (24) in Abhängigkeit vom Flüssigkeitsstand im Sumpf der Destilliersäule (7) eingestellt wird. 10
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **gekennzeichnet durch** mindestens eine erste und eine zweite Quelle für tiefkalte Flüssigkeit, wobei mindestens zeitweise tiefkalte Flüssigkeit aus beiden Quellen gleichzeitig in die Destilliersäule (7) eingeführt wird, und die Flüssigkeit (24) aus der zweiten Quelle mindestens einen theoretischen Boden unterhalb der Flüssigkeit (22) aus der ersten Quelle eingespeist wird. 20
13. Verfahren nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Flüssigkeiten aus den beiden Quellen eine unterschiedliche Zusammensetzung aufweisen. 25
14. Verfahren nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Zusammensetzungen der beiden Flüssigkeiten nahe bei der Gleichgewichtskonzentration der in der Destilliersäule (7) im stationären Betrieb herabfließenden Flüssigkeit an der jeweiligen Einspeisestelle liegen. 30
15. Anlage zur Tieftemperaturzerlegung eines Gasgemischs, insbesondere von Luft, mit mindestens einer Destilliersäule (7) zur Erzeugung einer leichtflüchtigen Fraktion (10), insbesondere von Stickstoff, mit einer Zusp eisungsleitung (1, 6), die in den unteren Bereich der Destilliersäule (7) führt, mit einer Flüssigkeitsleitung (22), die in den oberen Bereich der Destilliersäule (7) führt, und mit Steuerungsmitteln, die so ausgebildet sind, daß beim Beginn des Anfahrens der Anlage die Flüssigkeitsleitung (22) geöffnet und die Zusp eisungsleitung (1, 6) vollständig oder im wesentlichen vollständig geschlossen ist. 40
16. Anlage nach Anspruch 15 mit einer Gasleitung (10), die vom oberen Bereich der Destilliersäule (7) in eine Reinsäule (14) führt und ein Drosselventil aufweist, mit einer Reinproduktleitung (15), die mit dem unteren Bereich der Reinsäule (14) verbunden ist, und mit einer absperrbaren (23) Flüssigkeitsleitung (22), über die eine Strömungsverbindung zwischen dem unteren Bereich der Reinsäule (14) und dem oberen Bereich der ersten Destilliersäule (7) 55

herstellbar ist.

17. Anlage nach Anspruch 15 mit einer Gasleitung (10), die vom oberen Bereich der ersten Destilliersäule (7) in eine Reinsäule (14) führt und ein Drosselventil aufweist, mit einer Reinproduktleitung (15), die mit dem unteren Bereich der Reinsäule (14) verbunden ist, mit einem Kondensator-Verdampfer (11), dessen Verdampfungsraum flüssigkeits- und gasseitig mit dem unteren Bereich der Reinsäule (14) in Strömungsverbindung steht, und mit einer absperrbaren (23) Flüssigkeitsleitung (22), über die eine Strömungsverbindung zwischen dem Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (11) und dem oberen Bereich der ersten Destilliersäule (7) herstellbar ist.

### Claims

1. Process for starting up an installation for the low-temperature fractionation of a gas mixture, in particular air, which has at least one distillation column (7) in which a more volatile fraction (10), in particular nitrogen, is produced and at least one source of low-temperature liquid (22), in the process, at least temporarily, low-temperature liquid being introduced from this source into an upper region of the distillation column (7), this liquid introduction beginning at a time point  $t_0$ , **characterized in that** no, or essentially no, gas mixture (6) is introduced into the distillation column (7) between the time point  $t_0$  and a later time point  $t_1 > t_0$ .
2. Process according to Claim 1, **characterized in that** the distillation column (7) is designed for a nominal product rate of the more volatile fraction (10) and **in that**, between the time point  $t_0$  and a later time point  $t_1 > t_0$ , low-temperature liquid (22) is introduced into the distillation column at a rate which is less than the nominal product rate of the more volatile fraction (10).
3. Process according to Claim 1 or 2, **characterized in that**, between the time point  $t_0$  and a still later time point  $t_2 > t_1$ , no, or essentially no, more volatile fraction (10) is withdrawn from the distillation column (7).
4. Process according to one of Claims 1 to 3, **characterized in that** the more volatile fraction (10) is introduced into a purifying column (14), a highpurity product (15) being withdrawn from the purifying column (14).
5. Process according to Claim 4, **characterized in that** the upper region of the distillation column (7) and the lower region of the purifying column (14)

are in heat-exchanging connection via a condenser-evaporator (11).

6. Process according to one of Claims 1 to 5, **characterized in that** the source of low-temperature liquid is formed by a reservoir which is filled from outside the installation. 5
7. Process according to one of Claims 1 to 6, **characterized in that** the source of low-temperature liquid is formed by a reservoir which is filled by a fluid produced inside the installation. 10
8. Process according to Claim 7 and according to one of Claims 4 or 5, **characterized in that** the reservoir is filled by a liquid from the purifying column (14). 15
9. Process according to Claims 5 and 7, **characterized in that** the reservoir is formed by the evaporation space of the condenser-evaporator (11). 20
10. Process according to one of Claims 1 to 9, **characterized in that** a liquid fraction (24) is introduced from an external source into the distillation column (7) during the steady state operation of the installation to compensate for refrigeration losses. 25
11. Process according to Claim 10, **characterized in that** the flow rate of the liquid fraction (24) fed into the distillation column (7) is set as a function of the liquid level at the bottom of the distillation column (7). 30
12. Process according to one of Claims 1 to 11, **characterized by** at least one first and one second source of low-temperature liquid, at least temporarily low-temperature liquid being introduced into the distillation column (7) from both sources simultaneously, and the liquid (24) from the second source being fed in at least one theoretical plate below the liquid (22) from the first source. 35 40
13. Process according to Claim 12, **characterized in that** the liquids from the two sources have a different composition. 45
14. Process according to Claim 13, **characterized in that** the compositions of the two liquids are close to the equilibrium concentration of the liquid flowing down in the distillation column (7) in the steady state operation at the respective feed point. 50
15. Installation for the low-temperature fractionation of a gas mixture, in particular air, having at least one distillation column (7) to produce a more volatile fraction (10), in particular nitrogen, having a feed line (1, 6) which leads to the lower area of the distillation column (7), having a liquid line (22) which

leads to the upper area of the distillation column (7) and having control means which are designed in such a manner that when start-up of the installation is begun, the liquid line (22) is opened and the feed line (1, 6) is completely or essentially completely closed.

16. Installation according to Claim 15, having a gas line (10) which leads from the upper area of the distillation column (7) into a purifying column (14) and possesses a throttle valve, having a pure product line (15) which is connected to the lower area of the purifying column (14), and having a liquid line (22) which can be shut off (23), via which a flow connection can be established between the lower area of the purifying column (14) and the upper area of the first distillation column (7).
17. Installation according to Claim 15, having a gas line (10) which leads from the upper area of the first distillation column (7) to a purifying column (14) and possesses a throttle valve, having a pure product line (15) which is connected to the lower area of the purifying column (14), having a condenser-evaporator (11), whose evaporation space is in flow-connection on the liquid side and gas side to the lower area of the purifying column (14), and having a liquid line (22) which can be shut off (23), via which a flow connection can be established between the evaporation space of the condenser-evaporator (11) and the upper area of the first distillation column (7).

## Revendications

1. Procédé de mise en marche d'une installation pour la séparation à basse température d'un mélange gazeux, en particulier d'air, qui présente au moins une colonne de distillation (7), dans laquelle est produite une fraction aisément volatile (10), en particulier de l'azote, et au moins une source pour liquide à basse température, dans lequel, dans le procédé, au moins momentanément, un liquide (22) à basse température issu de cette source est introduit dans une zone supérieure de la colonne de distillation (7), cette introduction du liquide commençant au moment  $t_0$ , **caractérisé en ce que**, entre le moment  $t_0$  et un moment ultérieur  $t_1 > t_0$ , il n'est pas ou sensiblement pas envoyé de mélange gazeux (6) dans la colonne de distillation (7).
2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la colonne de distillation (7) est dimensionnée pour une quantité de produit nominale de la fraction aisément volatile (10) et **en ce que**, entre le moment  $t_0$  et un moment ultérieur  $t_1 > t_0$ , il est introduit dans la colonne de distillation un liquide à

basse température (22) en une quantité qui est plus faible que la quantité de produit nominale de la fraction aisément volatile (10).

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce qu'**entre le moment  $t_0$  et un moment encore plus éloigné  $t_2 > t_1$ , on ne prélève pas ou sensiblement pas de fraction aisément volatile (10) de la colonne de distillation (7). 5
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce que** la fraction aisément volatile (10) est envoyée dans une colonne d'épuration (14) d'où est prélevé un produit très pur (15). 10
5. Procédé selon la revendication 4, **caractérisé en ce que** la zone supérieure de la colonne de distillation (7) et la zone inférieure de la colonne d'épuration (14) sont en liaison d'échange de chaleur par le biais d'un condenseur-évaporateur (11). 15
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** la source pour liquide à basse température est formée par un réservoir qui est rempli à partir de l'extérieur de l'installation. 20
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que** la source pour liquide à basse température est formée par un réservoir qui est rempli par un fluide obtenu à l'intérieur de l'installation. 25
8. Procédé selon la revendication 7 ou selon l'une quelconque des revendications 4 ou 5, **caractérisé en ce que** le réservoir est rempli d'un liquide venant de la colonne d'épuration (14). 30
9. Procédé selon les revendications 5 et 7, **caractérisé en ce que** le réservoir est formé par l'espace d'évaporation du condenseur-évaporateur (11). 35
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, **caractérisé en ce que**, au cours de l'exploitation stationnaire de l'installation pour compenser les pertes de froid, une fraction liquide (24) est envoyée d'une source externe dans la colonne de distillation (7). 40
11. Procédé selon la revendication 10, **caractérisé en ce que** la quantité de la fraction liquide (24) alimentée dans la colonne de distillation (7) est réglée en fonction du niveau du liquide dans le bas de la colonne de distillation (7). 45
12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, **caractérisé par** au moins une première source et une seconde source pour liquide à basse température, dans lequel le liquide à basse tempé-

rature, au moins momentanément, provenant des deux sources est introduit simultanément dans la colonne de distillation (7), et le liquide (24) provenant de la seconde source est alimenté à au moins un fond théorique en dessous du liquide (22) provenant de la première source.

13. Procédé selon la revendication 12, **caractérisé en ce que** les liquides provenant des deux sources ont une composition différente. 50
14. Procédé selon la revendication 13, **caractérisé en ce que** les compositions des deux liquides se situent tout près des concentrations à l'équilibre du liquide qui descend dans la colonne de distillation (7) en exploitation stationnaire, au point d'alimentation respectif. 55
15. Installation pour la séparation à basse température d'un mélange gazeux, en particulier d'air, comprenant au moins une colonne de distillation (7) pour produire une fraction aisément volatile (10), en particulier de l'azote, une conduite d'alimentation (1, 6) qui conduit dans la zone inférieure de la colonne de distillation (7), une conduite de liquide (22) qui conduit dans la zone supérieure de la colonne de distillation (7), et des moyens de commande qui se présentent sous une forme telle que, au début de la mise en marche de l'installation, la conduite de liquide (22) soit ouverte et la conduite d'alimentation (1, 6) soit totalement ou sensiblement totalement fermée.
16. Installation selon la revendication 15 comprenant une conduite de gaz (10) qui conduit de la zone supérieure de la colonne de distillation (7) dans une colonne d'épuration (14) et présente une soupape d'étranglement, une conduite de produit pur (15) qui est reliée à la zone inférieure de la colonne d'épuration (14), et une conduite de liquide (22) bloquable (23) par le biais de laquelle on peut établir une communication d'écoulement entre la zone inférieure de la colonne d'épuration (14) et la zone supérieure de la première colonne de distillation (7).
17. Installation selon la revendication 15 comprenant une conduite de gaz (10) qui conduit de la zone supérieure de la première colonne de distillation (7) dans une colonne d'épuration (14) et présente une soupape d'étranglement, une conduite de produit pur (15) qui est reliée à la zone inférieure de la colonne d'épuration (14), un condenseur-évaporateur (11), dont l'espace d'évaporation est en communication d'écoulement côté liquide et côté gaz avec la zone inférieure de la colonne d'épuration (14), et une conduite de liquide (22) bloquable (23) par le biais de laquelle on peut établir une communication d'écoulement entre l'espace d'évaporation du con-



denseur-évaporateur (11) et la zone supérieure de la première colonne de distillation (7).

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

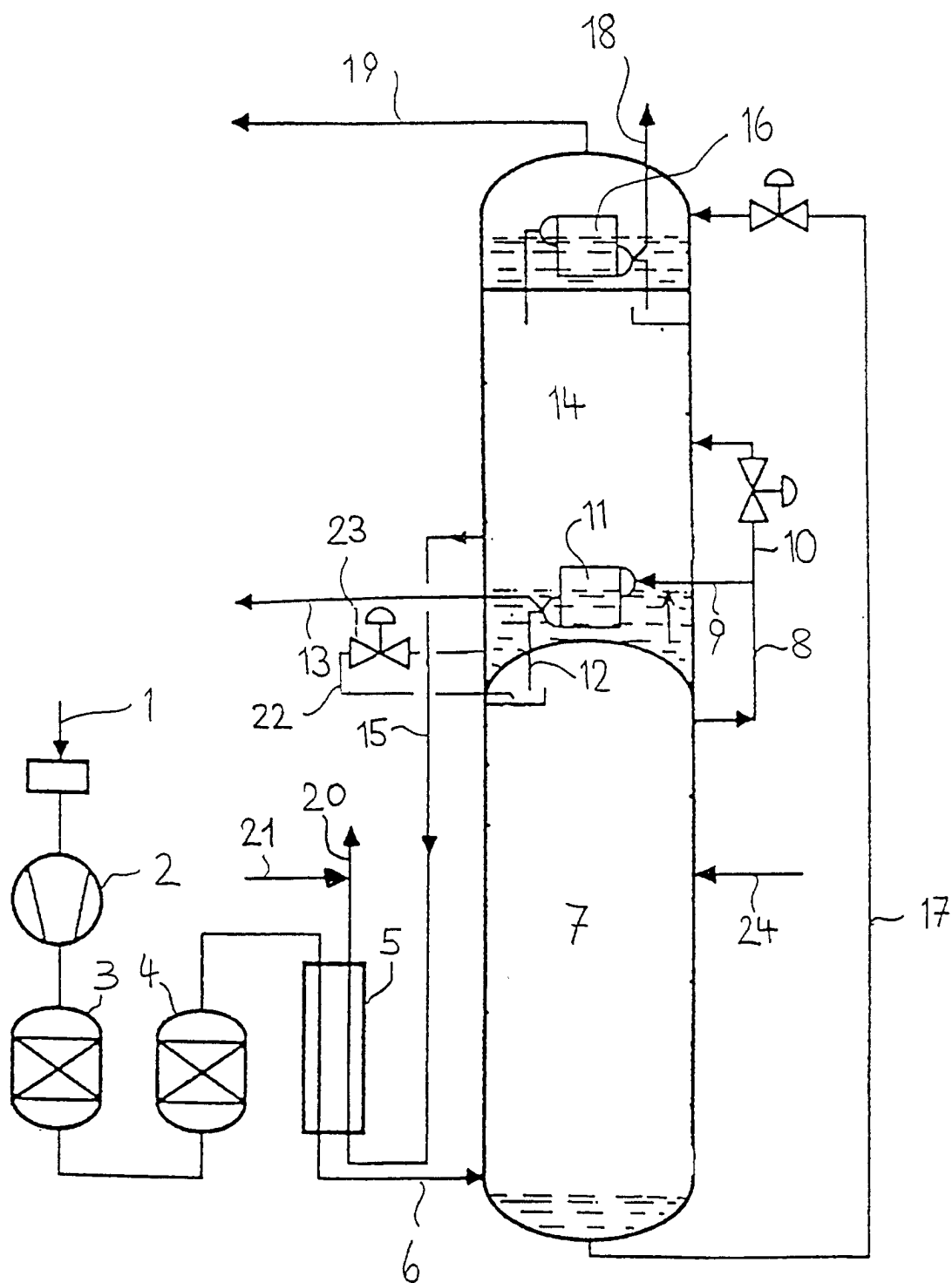


Fig.