

Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 050 728 A1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
08.11.2000 Patentblatt 2000/45

(51) Int. Cl.⁷: **F25J 3/04**

(21) Anmeldenummer: **00108864.0**

(22) Anmeldetag: **26.04.2000**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: **30.04.1999 DE 19919933**

(71) Anmelder:
**Linde Technische Gase GmbH
82049 Höllriegelskreuth (DE)**

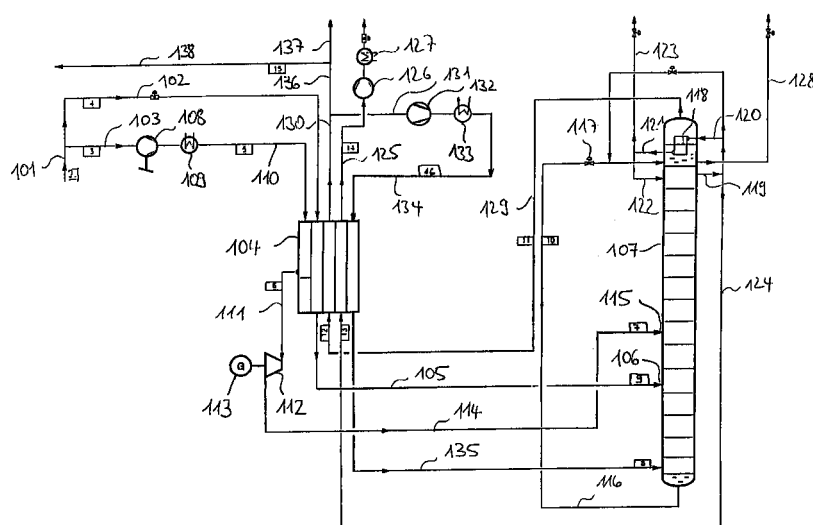
(72) Erfinder:
**Voit, Jürgen, Dipl.-Phys.
86938 Schondorf (DE)**

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

(54) **Einzelsäulenverfahren und -vorrichtung zur Tieftemperaturzerlegung von Luft**

(57) Bei dem Einzelsäulenverfahren zur Tieftemperaturzerlegung von Luft und bei der entsprechenden Vorrichtung wird verdichtete Einsatzluft (101, 102, 103, 110) abgekühlt (104) und der Einzelsäule (107) zugeführt (105, 114). Eine sauerstoffreiche Fraktion (116) wird flüssig aus der Einzelsäule (107) abgezogen, entspannt (117) und in einem Kondensator-Verdampfer (118) durch indirekten Wärmeaustausch mit kondensierendem Stickstoff (120) aus dem oberen Bereich der

Einzelsäule (107) mindestens teilweise verdampft. Mindestens ein Teil (131) des in dem Kondensator-Verdampfer (118) erzeugten Dampfs (129, 130) wird rückverdichtet (131) und der Einzelsäule (118) zugeführt (134, 135). Mindestens ein Teil (103, 110, 11) der Einsatzluft (101) wird stromaufwärts der Einleitung (114) in die Einzelsäule (107) arbeitsleistend entspannt (112).



EP 1 050 728 A1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Einzelsäulenverfahren zur Tieftemperaturzerlegung von Luft, bei dem verdichtete Einsatzluft abgekühlt und der Einzelsäule zugeführt wird und eine sauerstoffreiche Fraktion flüssig aus der Einzelsäule abgezogen, entspannt und in einem Kondensator-Verdampfer durch indirekten Wärmeaustausch mit kondensierendem Stickstoff aus dem oberen Bereich der Einzelsäule mindestens teilweise verdampft wird, wobei mindestens ein Teil des in dem Kondensator-Verdampfer erzeugten Dampfs rückverdichtet und der Einzelsäule zugeführt wird.

[0002] Ein derartiges Verfahren ist beispielsweise aus der EP-A-343065 bekannt. Hier wird Restgas aus dem sumpfflüssigkeitsbetriebenen Kopfkondensator der Einzelsäule in die Einzelsäule zurückgeführt. Dies führt zu einer Erhöhung der Reinheit des sauerstoffangereicherten Produkts und damit zu einer Verbesserung der Stickstoffausbeute. Kälte wird bei dem Verfahren durch Entspannung desjenigen Teils des Restgases aus dem Kopfkondensator erzeugt, der nicht in die Säule zurückgeführt wird.

[0003] Bei diesem Prozeß muß die Einzelsäule unter einem relativ hohen Druck (beispielsweise etwa 9 bar) betrieben werden. Dadurch wird relativ viel Energie bei der Verdichtung der Einsatzluft verbraucht und die Produktausbeute ist relativ niedrig.

[0004] Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Einzelsäulenverfahren der eingangs genannten Art und eine entsprechende Vorrichtung anzugeben, die wirtschaftlich günstiger sind, insbesondere durch einen besonders geringen Energieverbrauch und/oder eine besonders hohe Produktausbeute.

[0005] Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß mindestens ein Teil der Einsatzluft stromaufwärts der Einleitung in die Einzelsäule arbeitsleistend entspannt wird.

[0006] Bei der Erfindung wird zur Erzeugung der für das Verfahren benötigten Kälte nicht sauerstoffreicher Dampf aus dem Kondensator-Verdampfer entspannt, sondern mindestens ein Teil der Einsatzluft. Dadurch kann die Einzelsäule unter einem niedrigeren Druck betrieben werden, was zum einen zu einem verminderten Energiebedarf bei der Luftverdichtung führt und zum anderen eine erhöhte Produktausbeute aufgrund der erhöhten relativen Flüchtigkeit der Hauptkomponenten der Luft bewirkt. Der Betriebsdruck am Kopf der Einzelsäule beträgt beispielsweise 2 bis 5 bar, vorzugsweise 3 bis 4 bar. Der Energieverbrauch ist am günstigsten, wenn der Betriebsdruck der Einzelsäule so eingestellt wird, daß der Druck auf der Verdampfungsseite des Kondensator-Verdampfers gerade ausreicht, um einen Teil der verdampften sauerstoffreichen Fraktion aus dem Verfahren zu entfernen und/oder als Regeneriergas in einer Reinigungseinrichtung für die Einsatzluft zu verwenden.

[0007] Die sauerstoffreiche Fraktion wird im allgemeinen durch die Sumpfflüssigkeit der Einzelsäule gebildet. Sie kann aber auch teilweise oder vollständig oberhalb der Zuspisestelle der Einsatzluft aus der Säule abgezogen werden.

[0008] Es ist günstig, wenn die Einsatzluft an einer Zwischenstelle in die Einzelsäule eingespeist wird. Die Stelle der Zuleitung der rückverdichteten sauerstoffreichen Fraktion liegt vorzugsweise unterhalb dieser Zwischenstelle, an der die Einsatzluft eingeleitet wird, in der Regel unmittelbar am Sumpf der Säule. Es befinden sich beispielsweise 2 bis 12 praktische beziehungsweise theoretische Böden zwischen der Zwischenstelle und der Einspeisung der rückverdichteten sauerstoffreichen Fraktion.

[0009] Derjenige Teil der sauerstoffangereicherten Fraktion, der nicht in die Säule zurückgeführt wird, kann - stromaufwärts und/oder stromabwärts der Rückverdichtung als gasförmiges Sauerstoffprodukt (Reinheit beispielsweise 30 bis 99,8 vol%; es ist aber auch jede beliebige höhere Reinheit erreichbar) abgezogen, als Restgas verworfen und/oder als Regeneriergas für eine Reinigungseinrichtung für die Einsatzluft eingesetzt werden.

[0010] Die Entspannungsmaschine zur arbeitsleistenden Entspannung von Einsatzluft wird vorzugsweise durch eine Turbine gebildet, die beispielsweise durch einen Generator, oder durch einen Verdichter für Einsatzluft beziehungsweise ein Produktgas gebremst wird.

[0011] Das Verfahren der Erfindung ist auch apparate- und regeltechnisch relativ einfach. Es kommt im Vergleich zu anderen Prozessen, die zwei oder mehr Turbinen und/oder zwei oder mehr Kondensatoren aufweisen, mit einer einzigen Turbine und einem einzigen Kondensator-Verdampfer aus.

[0012] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es günstig, wenn ein erster Teil der Einsatzluft, der unter einem ersten Druck steht, abgekühlt teilweise verflüssigt und der Einzelsäule zugeleitet wird und wenn ein zweiter Teil der Einsatzluft auf einen zweiten Druck gebracht wird, der höher als der erste Druck ist, anschließend auf eine Zwischentemperatur oberhalb der Betriebstemperatur der Einzelsäule abgekühlt, der arbeitsleistenden Entspannung zugeführt und in die Einzelsäule eingeleitet wird. Vorzugsweise werden der erste und der zweite Teil der Einsatzluft der Einzelsäule an einer ersten beziehungsweise zweiten Zwischenstelle zugespeist, wobei die zweite Zwischenstelle mindestens einen theoretischen oder praktischen Boden oberhalb der ersten Zwischenstelle angeordnet ist.

[0013] Durch die getrennte Einspeisung der teilweise verflüssigten und der arbeitsleistenden entspannten Luft wird die Rektifizierungswirkung der Einzelsäule weiter verbessert und damit die Produktausbeute erhöht.

[0014] Dabei ist es günstig, wenn der erste und der zweite Teil der Einsatzluft gemeinsam auf den ersten Druck verdichtet werden und der zweite Teil der Einsatzluft in einem Nachverdichter auf den zweiten Druck nachverdichtet wird.

[0015] Die Erfindung betrifft außerdem eine Vorrichtung gemäß den Patentansprüchen 4 bis 6.

[0016] Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden im folgenden anhand eines in der Zeichnung dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

[0017] Gereinigte und auf einen ersten Druck verdichtete Luft 101 wird herangeführt und in einen ersten Teil 102 und einen zweiten Teil 103 aufgeteilt. Der erste Luftteil 102 strömt dem warmen Ende eines Hauptwärmetauschers 104 zu und wird dort gegen Rückströme abgekühlt und teilweise verflüssigt. Der erste Luftteil wird dann über Leitung 105 der Einzelsäule 107 an einer ersten Zwischenstelle 106 zugeführt. Der zweite Teil 103 der Einsatzluft wird in einem Nachverdichter 108 auf einen zweiten, höheren Druck nachverdichtet, nachgekühlt (109) und über Leitung 110 zum Hauptwärmetauscher 104 geführt. Der zweite Luftteil verläßt den Hauptwärmetauscher bei einer Zwischentemperatur über Leitung 111 und wird in einer Turbine 112 arbeitsleistend entspannt, die von einem Generator 113 gebremst wird. Die arbeitsleistend entspannte Luft wird über Leitung 114 zu einer zweiten Zwischenstelle 115 der Einzelsäule 107 geführt.

[0018] Die sauerstoffreiche Fraktion wird in dem Ausführungsbeispiel durch die Sumpfflüssigkeit 116 der Einzelsäule gebildet. Sie wird entspannt (117) und in den Verdampfungsraum eines Kondensator-Verdampfers 118, des Kopf-kondensators der Einzelsäule, eingeführt und dort mindestens teilweise verdampft.

[0019] Gasförmiger Kopfstickstoff 119 wird mindestens zum Teil über Leitung 120 dem Verflüssigungsraum des Kondensator-Verdampfers 118 zugeleitet. Das dort entstandene Kondensat 121 wird mindestens zum Teil 122 als Rücklauf auf die Einzelsäule 107 aufgegeben. Ein anderer Teil 123 kann bei Bedarf als Flüssigprodukt abgeführt werden.

[0020] Ein Teil 124 des gasförmigen Kopfstickstoffs 119 wird im Hauptwärmetauscher 104 auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt und als gasförmiges Stickstoffprodukt 125 abgeführt. Falls der Stickstoff unter höherem als Kolonnendruck benötigt wird, kann er in einem Produktverdichter 126 auf diesen höheren Druck gebracht werden. Die Verdichtungswärme kann in einem Nachkühler 127 entfernt werden.

[0021] Aus dem Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers 118 wird aus Sicherheitsgründen zumindest eine kleine Spülmenge flüssig über Leitung 128 entnommen. Falls Bedarf für ein flüssiges Sauerstoffprodukt besteht, kann eine entsprechend höhere Menge über die Leitung 128 abgeführt werden.

[0022] Der in dem Kondensator-Verdampfer 118 verdampfte Teil 129 der sauerstoffreichen Fraktion wird im Hauptwärmetauscher 104 angewärmt. Ein erster Teil 131 der angewärmten sauerstoffreichen Fraktion 130 wird in einem Rückverdichter 132 auf etwas über den Betriebsdruck der Einzelsäule gebracht, nach Entfernung 133 der Verdichtungswärme über Leitung 134 zum Hauptwärmetauscher und schließlich über Leitung 135 zum Sumpf der Einzelsäule geführt.

[0023] Der Rest 136 der angewärmten sauerstoffreichen Fraktion 130 wird als gasförmiges Sauerstoffprodukt 137 abgezogen und/oder als Regeneriergas 138 für die nicht dargestellte Reinigungseinrichtung für die Einsatzluft verwendet.

[0024] Die folgenden Tabellen zeigen zwei konkrete Zahlenbeispiele für das Verfahren und die Vorrichtung, die in der Zeichnung schematisch dargestellt sind.

Tabelle 1

Pos. Nr.	T [K]	P [bara]	F [Nm ³ /h]	VF [%]	N ₂ [%]	Ar [%]	O ₂ [%]
2	298	3,91	44268	100	78,118	0,932	20,95
3	298	3,91	3453	100	78,118	0,932	20,95
4	298	3,91	40815	100	78,118	0,932	20,95
5	298	9,49	3453	100	78,118	0,932	20,95
6	143	9,39	3453	100	78,118	0,932	20,95
7	113	3,77	3453	100	78,118	0,932	20,95
8	102	3,82	15215	97,4	32,4	2,6	65,0
9	95	3,81	40815	96,5	78,118	0,932	20,95
10	98	3,82	29483	0	32,4	2,6	65,0
11	90	1,30	29483	100	32,4	2,6	65,0
12	90	1,30	29483	100	32,4	2,6	65,0
13	90	3,66	30000	100	99,86	0,14	1 ppm

EP 1 050 728 A1

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Pos. Nr.	T [K]	P [bara]	F [Nm ³ /h]	VF [%]	N ₂ [%]	Ar [%]	O ₂ [%]
14	297	3,56	30000	100	99,86	0,14	1 ppm
15	297	1,20	14268	100	32,4	2,6	65,0

Tabelle 2

Pos. Nr.	T [K]	P [bara]	F [Nm ³ /h]	VF [%]	N ₂ [%]	Ar [%]	O ₂ [%]
2	298	4,82	38488	100	78,118	0,932	20,95
3	298	4,82	8903	100	78,118	0,932	20,95
4	298	4,82	29585	100	78,118	0,932	20,95
5	298	7,01	8903	100	78,118	0,932	20,95
6	115	6,91	8903	100	78,118	0,932	20,95
7	104	4,72	8903	100	78,118	0,932	20,95
8	108	4,75	23660	97	1	4	95,00
9	97	4,72	29585	95	78,118	0,932	20,95
10	108	4,75	32148	0	1	4	95,00
11	92	1,3	32148	100	1	4	95,00
12	92	1,3	32148	100	1	4	95,00
13	93	4,58	30000	100	99,92	0,08	1 ppm
14	297	4,48	30000	100	99,92	0,08	1 ppm
15	297	1,20	8488	100	1	4	95,00

Hierbei bedeuten

[0025]

Pos.Nr.	in Rechtecke eingeschlossenen Zahlen in der Zeichnung
T	Temperatur
P	Druck
F	Mengenstrom
VF	gasförmiger Anteil
N ₂	Stickstoffgehalt
Ar	Argongehalt
O ₂	Sauerstoffgehalt

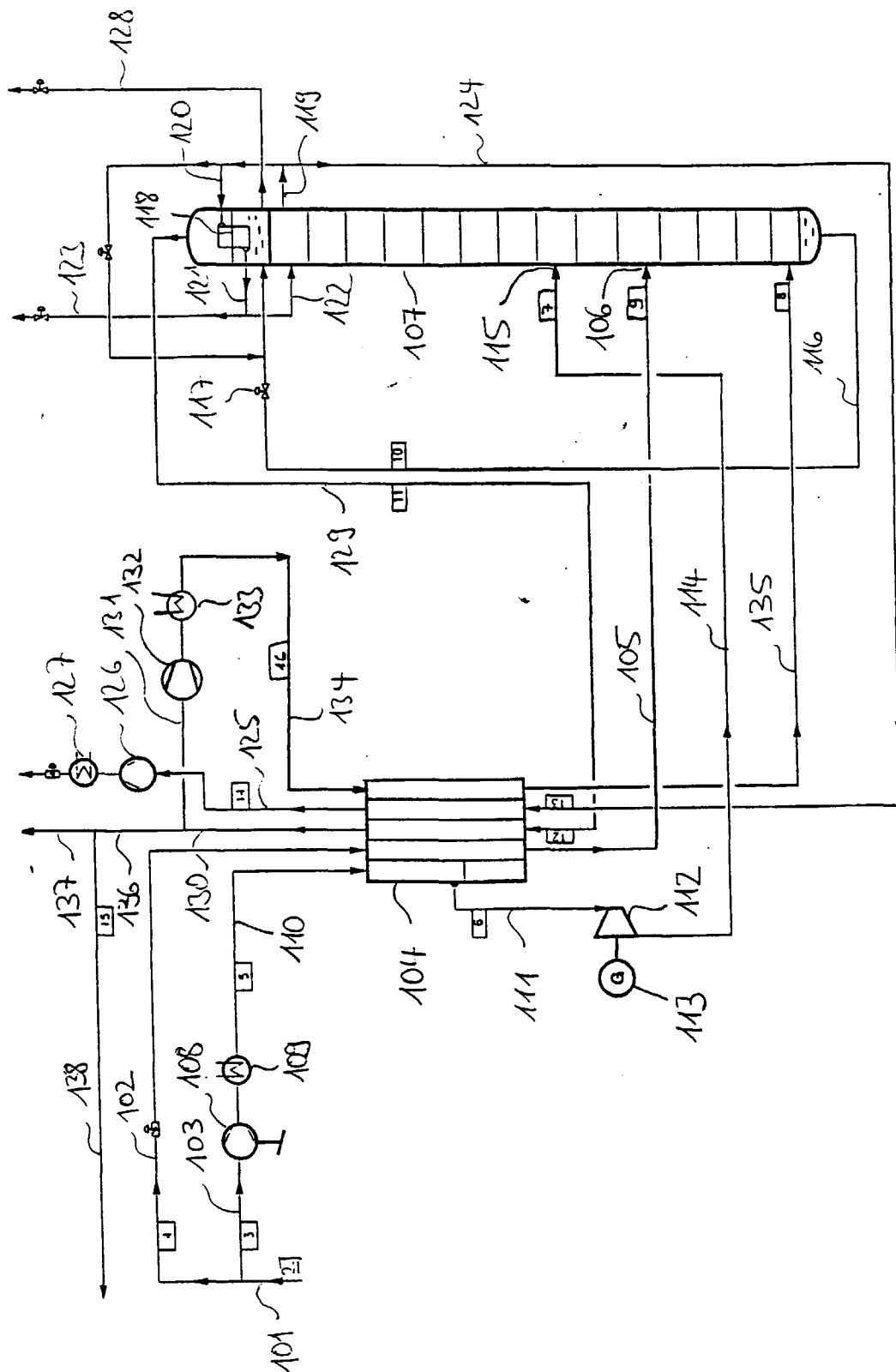
[0026] Das Ausführungsbeispiel ist einer Vielzahl fachmännischer Abwandlungen zugänglich. So kann beispielsweise die Turbine 112 statt mit dem Generator 113 mit dem Nachverdichter 108, dem Rückverdichter 132 und/oder dem Produktverdichter 126 gekoppelt sein. Die Rückverdichtung der verdampften sauerstoffreichen Fraktion kann abweichend vom Ausführungsbeispiel bei etwa der Betriebstemperatur der Einzelsäule durch einen Kaltverdichter vorgenommen werden.

Patentansprüche

1. Einzelsäulenverfahren zur Tieftemperaturzerlegung von Luft, bei dem verdichtete Einsatzluft (101, 102, 103, 110) abgekühlt (104) und der Einzelsäule (107) zugeführt (105, 114) wird und eine sauerstoffreiche Fraktion (116) flüssig aus der Einzelsäule (107) abgezogen, entspannt (117) und in einem Kondensator-Verdampfer (118) durch indi-

rekten Wärmeaustausch mit kondensierendem Stickstoff (120) aus dem oberen Bereich der Einzelsäule (107) mindestens teilweise verdampft wird, wobei mindestens ein Teil (131) des in dem Kondensator-Verdampfer (118) erzeugten Dampfs (129, 130) rückverdichtet (132) und der Einzelsäule (107) zugeführt (134, 135) wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß mindestens ein Teil (103, 110, 111) der Einsatzluft (101) stromaufwärts der Einleitung (114) in die Einzelsäule (107) arbeitsleistend entspannt (112) wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein erster Teil (102) der Einsatzluft (101), der unter einem ersten Druck steht, abgekühlt und teilweise verflüssigt (104) und der Einzelsäule (107) zugeleitet wird und daß ein zweiter Teil (103) der Einsatzluft (101) auf einen zweiten Druck gebracht (108) wird, der höher als der erste Druck ist, auf eine Zwischentemperatur oberhalb der Betriebstemperatur der Einzelsäule abgekühlt (104), der arbeitsleistenden Entspannung (112) zugeführt und anschließend in die Einzelsäule (107) eingeleitet (114) wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß der erste und der zweite Teil der Einsatzluft gemeinsam auf den ersten Druck verdichtet werden und der zweite Teil (103) der Einsatzluft in einem Nachverdichter (108) auf den zweiten Druck nachverdichtet wird.
4. Vorrichtung zur Tieftemperaturzerlegung von Luft, mit einer Einsatzluftleitung (101, 103, 110, 111, 114), die durch einen Hauptwärmetauscher (104) zu einer Zwischenstelle (115) einer Einzelsäule (107) führt, mit einer Flüssigkeitsleitung (116) zur Überführung einer flüssigen sauerstoffreichen Fraktion aus der Einzelsäule (107) in den Verdampfungsraum eines Kondensator-Verdampfers (118), dessen Verflüssigungsraum mit dem oberen Bereich der Einzelsäule (107) verbunden (119, 120) ist, mit einem Rückverdichter (132), dessen Eintritt mit dem Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (118) und dessen Austritt mit der Einzelsäule (107) verbunden (134, 135; 129, 130, 131) ist, **gekennzeichnet durch** eine Entspannungsmaschine (112), die in der Einsatzluftleitung (101, 103, 110, 111, 114) angeordnet ist.
5. Vorrichtung nach Anspruch 4, gekennzeichnet durch eine erste Einsatzluftleitung (102, 105) zur Einleitung eines ersten Teils der Einsatzluft unter einem ersten Druck in die Einzelsäule (107) und durch eine zweite Einsatzluftleitung (103, 110, 111, 114) zur Zuführung eines zweiten Teils der Einsatzluft unter einem zweiten Druck, der höher als der erste Druck ist, zu der Entspannungsmaschine (112) und zur Einleitung von in der Entspannungsmaschine entspannter Luft in die Einzelsäule (107).
6. Vorrichtung nach Anspruch 5, **gekennzeichnet durch** einen Nachverdichter (108), der in der zweiten Einsatzluftleitung (103, 110) stromaufwärts der Entspannungsmaschine (112) angeordnet ist.





Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 00 10 8864

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X	EP 0 584 420 A (AIR PROD & CHEM) 2. März 1994 (1994-03-02) * Seite 6, Zeile 2 - Zeile 12; Ansprüche; Abbildung 4 *	1-6	F25J3/04
X	DE 40 30 750 A (LINDE AG) 2. April 1992 (1992-04-02) * das ganze Dokument *	1,4	
A	US 4 088 464 A (BIGI EMANUELE) 9. Mai 1978 (1978-05-09) * das ganze Dokument *	1-6	
A	US 4 595 405 A (AGRAWAL RAKESH ET AL) 17. Juni 1986 (1986-06-17) * Spalte 4, Zeile 30 - Zeile 42; Ansprüche; Abbildung 4 * * Spalte 7, Zeile 58 - Spalte 8, Zeile 17 *	1-6	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
			F25J
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 1. August 2000	Prüfer Lapeyrere, J
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 00 10 8864

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

01-08-2000

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0584420 A	02-03-1994	US 5251450 A	12-10-1993
		AU 650178 B	09-06-1994
		AU 2842392 A	03-03-1994
		CA 2082674 A,C	01-03-1994
		DE 69209835 D	15-05-1996
		DE 69209835 T	26-09-1996
		JP 2047579 C	25-04-1996
		JP 6257939 A	16-09-1994
		JP 7084983 B	13-09-1995
DE 4030750 A	02-04-1992	KEINE	
US 4088464 A	09-05-1978	IT 1034544 B	10-10-1979
		CA 1048396 A	13-02-1979
		DE 2521724 A	07-10-1976
		FR 2305700 A	22-10-1976
		GB 1533145 A	22-11-1978
		JP 51120977 A	22-10-1976
US 4595405 A	17-06-1986	BR 8506401 A	02-09-1986
		CA 1254126 A	16-05-1989
		DE 3578646 D	16-08-1990
		EP 0186843 A	09-07-1986
		JP 61171523 A	02-08-1986
		NO 855132 A	23-06-1986
		US 4817392 A	04-04-1989
		US 4654063 A	31-03-1987
		US 4717407 A	05-01-1988
		ZA 8509649 A	26-08-1987

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82