

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 087 133 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
28.03.2001 Patentblatt 2001/13

(51) Int. Cl.⁷: **F04B 25/00**

(21) Anmeldenummer: **00120454.4**

(22) Anmeldetag: **19.09.2000**

(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: **21.09.1999 DE 19945241**

(71) Anmelder: **MESSER GRIESHEIM GMBH**
60547 Frankfurt (DE)

(72) Erfinder:
• **Eschwey, Manfred, Dr.**
69493 Hirschberg (DE)
• **Gerling, Helmut**
47447 Moers (DE)

(54) **Verfahren zur schonenden Verdichtung von hochreinen Gasen**

(57) Bei dem Verfahren zur schonenden Verdichtung von Gasen erfolgt die Verdichtung der Gase mindestens zwei-, drei- oder mehrstufig mit Hilfe eines hermetisch dichten, spülbaren, trockenlaufenden. Z. B. werden Stickstoffmonoxid, Monosilan, Diboran, Phoshin, Fluor, Stickstofftrifluorid, Xenon, oder ein Gasgemisch mit einem dieser Gase verdichtet. Die Verdichtung in den Verdichtungsstufen des Kolbenkompressors erfolgt bei Temperaturen unterhalb von 195° C. Vorteilhaft wird der Verdichtungsraum des mehrstufigen Kompressors gespült, indem der Verdichter mit Stickstoff beaufschlagt und der Kompressor, über eine steuerbare Drehzahlregelung auf geringe Leistung eingestellt, angefahren wird.

EP 1 087 133 A1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur schonenden Verdichtung von Gasen, ein Verfahren zum Spülen des Verdichtungsraumes eines zwei-, drei- oder mehrstufigen Kompressors und die Verwendung eines zwei-, drei- oder mehrstufigen Kolbenkompressors für die Verdichtung von hochreinen Gasen oder Gasgemischen.

[0002] Bei der Verdichtung von hochreinen oder reaktiven Gasen muß eine Verunreinigung des zu verdichtenden Gases vermieden werden. Neben den Schmierölen die innerhalb der Verdichtungsanlage zu Verträglichkeitsproblemen und Risiken wie Explosion oder unerwünschten chemischen Reaktionen führen können, sind vor allem auch die Umgebungsluft und Spülgase aus dem System fernzuhalten.

[0003] Bisher werden für hochreine Gase ausschließlich teure ein- bis zweistufige Membrankompressoren eingesetzt. Die Temperatur bei der Verdichtung richtet sich nach dem Verdichtungsverhältnis. Die Temperatur T errechnet sich wie folgt

$$T_{aus} = T_{ein} \cdot \left(\frac{p_{aus}}{p_{ein}} \right)^{\frac{\kappa-1}{\kappa}}$$

mit $\kappa=1,41$ für zweiatomige Gase, T in [K] und Druck p in [bar], T_{ein} : Eingangstemperatur; T_{aus} : Ausgangstemperatur. Bei einer Eingangstemperatur $T_{ein} = 20^\circ\text{C}$ ergibt sich für verschiedene Verdichtungsverhältnisse:

Verdichtungsverhältnis	1 : 4	1 : 8	1 : 12	1 : 14
Ausgangstemperatur	166 °C	263 °C	331 °C	358 °C

[0004] Wie man in der Tabelle leicht erkennt, treten hierbei relativ hohe Temperaturen auf, die in vielen Fällen Anlaß zu unerwünschten Reaktionen geben. Hierbei kann es z. B. zu Ausbränden kommen (Sauerstoff) oder empfindliche Gase, wie Stickstoffmonoxid können sich zersetzen.

[0005] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zu entwickeln mit dem hochreine, toxische und aggressive Gase schonend verdichtet werden können, insbesondere bis zu einem Druck von 250 bar.

[0006] Gelöst wurde die Aufgabe durch ein Verfahren mit den in Anspruch 1 beschriebenen Merkmalen.

[0007] Zur schonenden Verdichtung empfindlicher Gase oder Gasgemische, wie Stickstoffmonoxid, Monosilan, Diboran, Phoshin, Fluor und Stickstofftrifluorid, die in hochkomprimierter Form gespeichert werden, wird ein trockenlaufender, nach außen vollkommen gasdichter Kolbenkompressor eingesetzt, der mindestens zweistufig, vorzugsweise dreistufig oder mehrstufig aufgebaut ist. Der Kolbenkompressor ist in der Regel als Verdichter in Kreuzkopfbauweise ("Trockenläufer") oder als Verdichter in Tauchkolbenbauweise aufgebaut. Ein Verdichter in Tauchkolbenbauweise ist besonders vorteilhaft, da sich im ganzen System kein Öl befindet (öllose Kompressoren). Die mehrstufige Auslegung (z. B. 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 oder 10 Stufen) eines Kolbenkompressor, insbesondere als Verdichter in Tauchkolbenbauweise, stellt im Gegensatz zu einem Membrankompressor kein Problem dar. Der Motor ist in der Regel über eine Magnetkupplung an das hermetisch dichte Verdichtergehäuse angeschlossen, wodurch eine extrem hohe Dichtigkeit, insbesondere weniger als 10^{-3} mbar l / sec., erreicht wird. Hierdurch lassen sich auch Gase bzw. Gase verdichten die zündfähig sind bzw. zündfähige oder zersetzliche Bestandteile enthalten, wie z. B. bei der Rückgewinnung von Narkosegasen, die Xenon, Lachgas N_2O und bestimmte Fluorchlorkohlenwasserstoffe enthalten können. Darüberhinaus können auch hiermit brandfördernde Stoffe wie z. B. Fluor gefördert werden.

[0008] Kolbenkompressoren, insbesondere als Verdichter in Tauchkolbenbauweise aufgebaute Kolbenkompressoren, sind beispielsweise bei der Firma Fritz Haug AG, CH-9015 St. Gallen, erhältlich. Öllose Tauchkolbenkompressoren, die sich durch eine hermetisch dichte Bauweise auszeichnen, sind in dem Sonderdruck der Zeitschrift "chemieanlagen + verfahren", Thema: "Hermetisch dicht - Öllose Kompressoren im Baukastensystem", von Michael Kowalski, Verlag Konradin, S. 48 ff., beschrieben, worauf hiermit Bezug genommen wird.

[0009] Der Verdichtungsraum eines Kompressors läßt sich bekannterweise nicht optimal evakuieren und mit Gas spülen. Zur Beseitigung des Problems wurde erfindungsgemäß eine spezielle Spültechnik entwickelt. Nach dem Evakuierungsschritt wird unter Umgehung der adsorptiven Einheit der Verdichter mit einem Spülgas, vorzugsweise Stickstoff, beaufschlagt und über eine steuerbare Drehzahlregelung auf geringe Leistung der Kompressor angefahren. Das Spülgas wird durch den Verdichter komprimiert, wobei die einzelnen Stufen untereinander verbunden sind und somit das Spülgas durch den Verdichter durchgeschoben wird und dadurch auch die Verdichterräume optimal gespült werden. Bei einem Mindestdruck, der größer als der entsprechende Abgasdruck sein muß, wird das verdichtete Spülgas über eine Abgasleitung entsorgt. Automatisch wird über den Druck die Abgasleitung verschlossen, wenn der Verdichter aus-

geschaltet wird und der Druck im System unter den Mindestdruck fällt.

[0010] Die Erfindung wird anhand der Zeichnung erläutert.

Fig. 1 zeigt ein Schema einer Anlage zur Durchführung des Verfahrens gemäß der Erfindung.

[0011] In Fig. 1 wird das zu verdichtende, wasserdampfgesättigte Gas (Ventil 25) über einen Kältetrockner geleitet, um die Hauptwassermengen zu beseitigen. Durch den hohen Wasserdampfdruck und den geringen Saugdruck (nur wenige mbar über Atmosphärendruck) wurde eine spezielle Technik entwickelt, um das Wasser aus dem Prozess sicher zu entfernen. Das Gas durchströmt einen Wärmetauscher 1 und wird bis auf ca. 0-3 °C abgekühlt. Hierbei scheidet sich die Hauptwassermenge ab, die im Abscheider 2 gesammelt wird. Wasser muß in jedem Fall vor der Komprimierung aus dem Gas entfernt werden (Kondensation im Kurbelgehäuse und Kavitationsgefahr für den Kompressor!). Hierfür lassen sich handelsübliche automatische Abscheidersysteme nicht einsetzen. Da weiter sichergestellt werden muß, daß nach dem Abfüllprozeß das komplette System vollkommen trocken sein muß (längere Stillstandszeiten bewirken eine Korrosion durch eindiffundierenden Sauerstoff und/oder Feuchte) wurde ein System entwickelt, welches das sichere Entfernen des Wassers ermöglicht. Der Wasserstand im Abscheider wird hierbei gemessen, z. B. durch Leitfähigkeitsmessung zwischen zwei Sonden. Beim Erreichen eines maximalen Standes im Bereich von 10 bis 500 ml, vorzugsweise zwischen 10 und 50 ml, wird automatisch das Ventil 3 geöffnet und das Wasser wird jetzt nicht einfach abgelassen, sondern über eine Pumpe abgesaugt, um das Eindringen atmosphärischer Gase zu verhindern. Vorzugsweise wird hier eine chemikalienfeste Membranpumpe 30 eingesetzt. Bei Erreichen des Tiefststandes schließt Ventil 3 wieder.

[0012] Zur zeitweiligen Stilllegung wird der Abscheider durch eine Aufheizung des Kältekreislaufes erwärmt und über das Ablassventil 3 mit Stickstoff gespült. Durch dieses Verfahren wird sichergestellt, daß sich im Abscheidersystem kein Wasser mehr befindet.

[0013] Da nach dem Kältetrockner der Wasserdampfgehalt für die Verdichtung immer noch zu hoch ist (liegt bei ca. 0,1 % Wasser), wird eine adsorptive Trockeneinheit 28 vorgeschaltet, die z. B. mit Silicagel oder Molsieben beschickt wird. Ein Partikelfilter 4 schützt den Verdichter (bzw. die Verdichterstufen 5, 6, 7) vor eventuell mitgerissenen Partikeln im Bereich < 0,01 µm. Das Gas wird in drei Stufen bis auf einen maximalen Druck von 60 bar komprimiert. Über zusätzliche Stufen kann bis maximal 250 bar komprimiert werden. Die einzelnen Stufen sind so ausgelegt, daß die theoretische Verdichtungstemperatur von 195 °C nicht überschritten wird. Am Austritt befindet sich ein weiteres Filter 21, um Partikel, die sich eventuell von den Dichtungselementen ablösen, auszufiltern.

[0014] Weitere adsorptive Einheiten, z. B. zur Entfernung von Kohlendioxid, werden ebenfalls vor die Verdichtung geschaltet, falls diese notwendig ist oder sie werden vorteilhaft miteinander kombiniert. So kann z. B. eine Mischung aus Natriumhydroxid auf einem Trägermaterial (Natriumhydroxid auf SiO₂; erhältlich bei Fa. Merck, Darmstadt) mit einem Silikagel (zur Trocknung) kombiniert werden, um ein vorzeitiges Verbacken des Natriumhydroxid zu verhindern. Sollte trotzdem der Druckverlust (Druckanzeige 27) zu hoch werden, wird der Kompressor automatisch abgeschaltet. Durch diese Vorgehensweise kann indirekt der Durchbruch des Adsorbers angezeigt werden.

[0015] Das verdichtete Gas wird einem Speicherbehälter 8 zugeführt. Um bei Erreichen des Fülldruckes ein Rückströmen des zu verdichtenden Gases zu verhindern, wird üblicherweise ein Rückschlagventil 9 eingesetzt, das zur Evakuierung der Anlage mittels Ventil 10 umgangen werden kann.

[0016] Üblicherweise wird bei Abschalten der Anlage das Gas automatisch in die (freie) Ansaugleitung entspannt. Diese Entspannung erfolgt nicht automatisch, sondern wird über Ventil 17 von Druckanzeige 14 kontrolliert und zwar so, daß immer ein Überdruck, vorzugsweise 1,5 bar absolut, auf dem System bleibt. Somit wird verhindert, daß keine unerwünschten Gase in das System gelangen können.

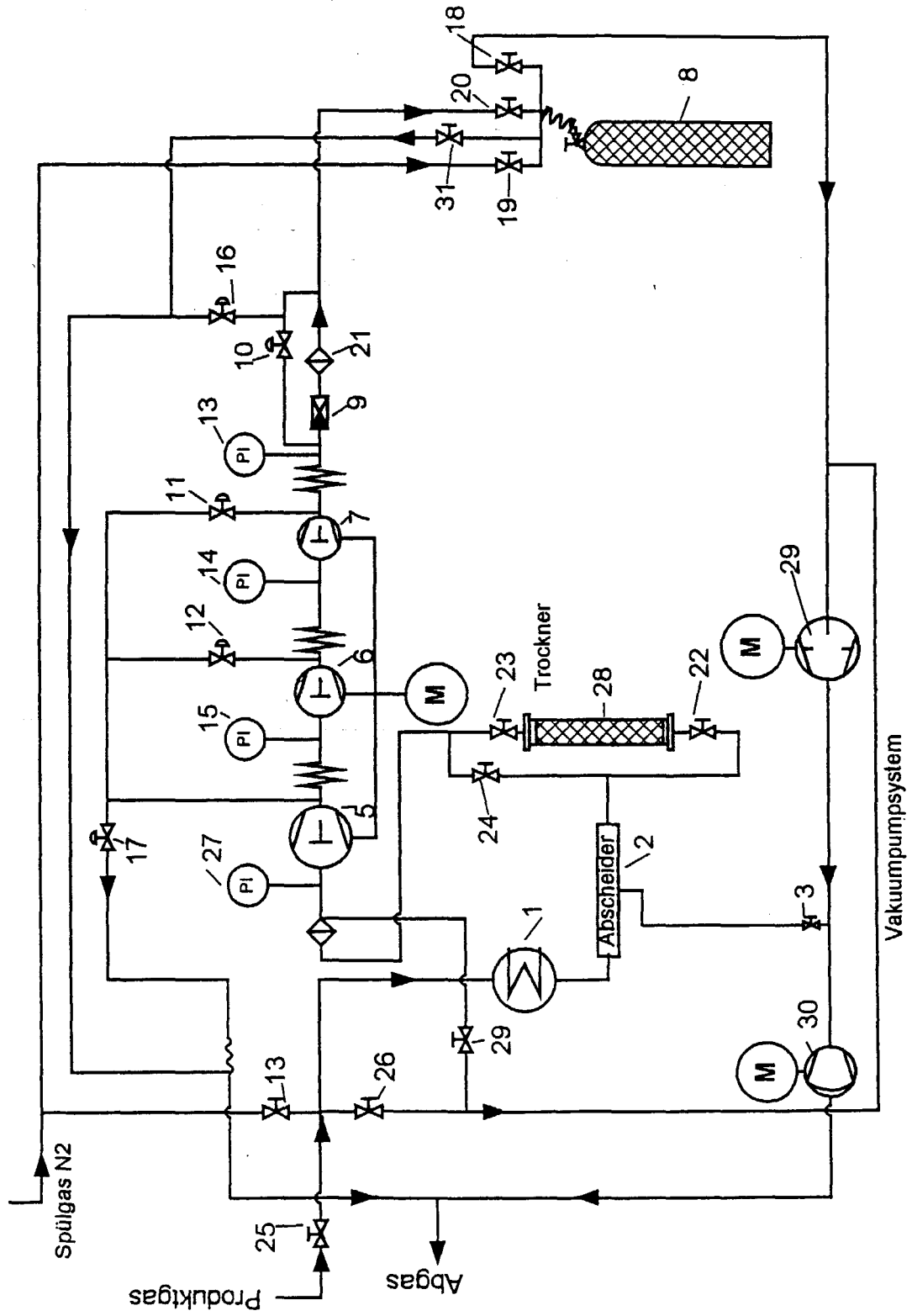
[0017] Zum Spülen des Verdichtungsraumes des Kompressors werden die Ventile 10, 11 und 12 geöffnet und über Ventil 18 wird die Anlage evakuiert. Als Vakuumpumpe wird hier eine Trockenläuferpumpe (sogenannte Scrollpumpe 29), z. B. der Fa. Edwards, eingesetzt. Nach dem Evakuierungsschritt wird unter Umgehung der adsorptiven Einheit (Ventil 22 zu, 23 zu, 24 offen) der Verdichter mit Stickstoff beaufschlagt und über eine steuerbare Drehzahlregelung auf geringe Leistung der Kompressor angefahren. Das Spülgas wird durch den Verdichter komprimiert wobei die einzelnen Stufen (5, 6, 7) untereinander verbunden sind (Ventile 11 und 12 sind offen) und somit das Spülgas 13 durch den Verdichter durchgeschoben wird und dadurch auch die Verdichterräume optimal gespült werden. Weiter wird dadurch sichergestellt, daß auch das Kurbelgehäuse gespült wird. Dadurch wird erreicht, daß gefährliche Gase innerhalb des Systems sicher entfernt werden und verhindert, daß es bei Stillstand der Anlage durch Diffusion zu Korrosion oder zu gefährlichen Anreicherungen im Explosionsbereich kommen kann. Bei einem Mindestdruck 13 von 1,1 bis 10 bar, vorzugsweise von 5 bar, über dem entsprechenden Abgasdruck (Druck in der Abgasleitung) wird das verdichtete Spülgas über die Abgasleitung entsorgt. Automatisch wird über den Druck 13 die Abgasleitung an Ventil 16 verschlossen, wenn der Verdichter ausgeschaltet wird oder der Druck im System unter den Mindestdruck von Druckanzeige 13 fällt.

[0018] Durch die Kombination zweier Absaugpumpen wird zum einen ermöglicht, daß bis in den Bereich von 1x10⁻³ mbar evakuiert werden kann und zum anderen das Abgas bis auf einen Druck von 2 bar absolut und höher gebracht

werden kann, um es der Entsorgung zuzuführen.

Patentansprüche

- 5 1. Verfahren zur schonenden Verdichtung von Gasen, dadurch gekennzeichnet, daß die Verdichtung der Gase mindestens zwei- oder mehrstufig erfolgt und ein hermetisch dichter, mit Gas spülbarer, trockenlaufender Kolbenkompressor eingesetzt wird.
- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein Kolbenkompressor mit Verdichter in Tauchkolbenbauweise eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß Stickstoffmonoxid, Monosilan, Diboran, Phoshin, Fluor, Stickstofftrifluorid, Xenon, oder ein Gasgemisch mit einem dieser Gase als Gas verdichtet wird.
- 15 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß bei der Verdichtung in den Verdichtungsstufen des Kolbenkompressors nur Temperaturen unterhalb von 195° C auftreten.
- 20 5. Verfahren zum Spülen des Verdichtungsraumes eines zwei-, drei- oder mehrstufigen Kompressors, dadurch gekennzeichnet, daß der Verdichter mit Stickstoff beaufschlagt und der Kompressor, über eine steuerbare Drehzahlregelung auf geringe Leistung eingestellt, angefahren wird.
- 25 6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß ein Kolbenkompressor mit Verdichter in Tauchkolbenbauweise als Kompressor eingesetzt wird.
- 30 7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß nach einem Evakuierschritt der Verdichter mit Spülgas beaufschlagt und über eine steuerbare Drehzahlregelung auf geringe Leistung der Kompressor angefahren und das Spülgas durch den Verdichter komprimiert wird, wobei die einzelnen Verdichterstufen untereinander verbunden sind.
- 35 8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß bei einem vorgegebenen Mindestdruck, der größer als der entsprechende Abgasdruck ist, das verdichtete Spülgas über eine Abgasleitung entsorgt wird, wobei über den Druck die Abgasleitung automatisch verschlossen wird, wenn der Verdichter ausgeschaltet wird und der Druck im System unter den Mindestdruck fällt.
- 40 9. Anlage zur Durchführung eines Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Anlage eine Quelle für Spülgas und eine Quelle für Produktgas, einen zwei-, drei- oder mehrstufigen, gasdichten, öllosen Kolbenkompressor und eine Vakuumpumpe enthält, wobei die Vakuumpumpe mit den einzelnen Verdichterstufen des Kolbenkompressors über verschließbare Gasleitungen verbunden ist.
- 45 10. Verwendung eines zwei-, drei- oder mehrstufigen Kolbenkompressors für die Verdichtung von hochreinen, zersetzlichen Gasen oder Gasgemischen.
- 50
- 55





Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 00 12 0454

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X	CH 674 399 A (BURCKHARDT AG MASCHF) 31. Mai 1990 (1990-05-31)	1,2	F04B25/00
Y	* das ganze Dokument *	3,10	
Y	US 2 075 984 A (HANDFORTH, STANLEY, L.) 6. April 1937 (1937-04-06) * Spalte 1, Zeile 5 - Zeile 14 *	3,10	
Y	US 5 855 473 A (LIEPERT ANTHONY G) 5. Januar 1999 (1999-01-05) * Spalte 2, Zeile 22 - Zeile 27 * * Spalte 4, Zeile 56 - Spalte 5, Zeile 18 * * Spalte 9, Zeile 60 - Spalte 10, Zeile 15 *	5-8	
Y	DE 11 19 453 B (ENFO ENTWICKLUNGS-UND FORSCHUNGSAG) * Spalte 2, Zeile 48 - Spalte 6, Zeile 9 *	5-8	
A	CH 668 458 A (BURCKHARDT AG MASCHF) 30. Dezember 1988 (1988-12-30) * das ganze Dokument *	5-8	
A	US 5 312 466 A (CACARD ALBERT ET AL) 17. Mai 1994 (1994-05-17) * Spalte 2, Zeile 60 *	1,3	F04B
A	CH 157 741 A (SULZER AG) 15. Oktober 1932 (1932-10-15) * das ganze Dokument *	1,4	
A	US 5 356 275 A (BAHNEN RUDOLF ET AL) 18. Oktober 1994 (1994-10-18) * Spalte 1, Zeile 50 - Zeile 60 *	5-10	
-/--			
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 2. November 2000	Prüfer Jungfer, 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: nichtschriftliche 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 (F04C03)



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 00 12 0454

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 009, no. 319 (M-439), 14. Dezember 1985 (1985-12-14) & JP 60 153484 A (ISHIKAWAJIMA HARIMA JUKOGYO KK), 12. August 1985 (1985-08-12) * Zusammenfassung *	5	
D,A	--- KOWALSKI, MICHAEL: "Hermetisch dicht: Öllose Kompressoren im Baukastensystem" CHEMIE-ANLAGEN + VERFAHREN, 1996, XP002151848 * das ganze Dokument *	1	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 2. November 2000	Prüfer Jungfer, 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 Patentedokument, 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 12 0454

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente 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.

02-11-2000

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
CH 674399	A	31-05-1990	KEINE		
US 2075984	A	06-04-1937	KEINE		
US 5855473	A	05-01-1999	US	5616015 A	01-04-1997
			EP	0747596 A	11-12-1996
			JP	9112446 A	02-05-1997
DE 1119453	B		KEINE		
CH 668458	A	30-12-1988	BR	8605332 A	04-08-1987
			ES	2002412 A	01-08-1988
			JP	2066553 C	10-07-1996
			JP	7088813 B	27-09-1995
			JP	62107281 A	18-05-1987
US 5312466	A	17-05-1994	FR	2691382 A	26-11-1993
			JP	6033900 A	08-02-1994
CH 157741	A	15-10-1932	KEINE		
US 5356275	A	18-10-1994	DE	59200391 D	22-09-1994
			EP	0574442 A	22-12-1993
			JP	6505079 T	09-06-1994
			KR	203019 B	15-06-1999
			WO	9215786 A	17-09-1992
JP 60153484	A	12-08-1985	JP	1602898 C	29-03-1991
			JP	2026714 B	12-06-1990

EPO FORM P0481

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