



(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
19.09.2001 Patentblatt 2001/38

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

(21) Anmeldenummer: **01105925.0**

(22) Anmeldetag: **09.03.2001**

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

(72) Erfinder:
• **Rottmann, Dietrich, Dipl.-Ing.
81737 München (DE)**
• **Kunz, Christian, Dipl.-Ing.
81479 München (DE)**

(30) Priorität: **17.03.2000 DE 10013074**

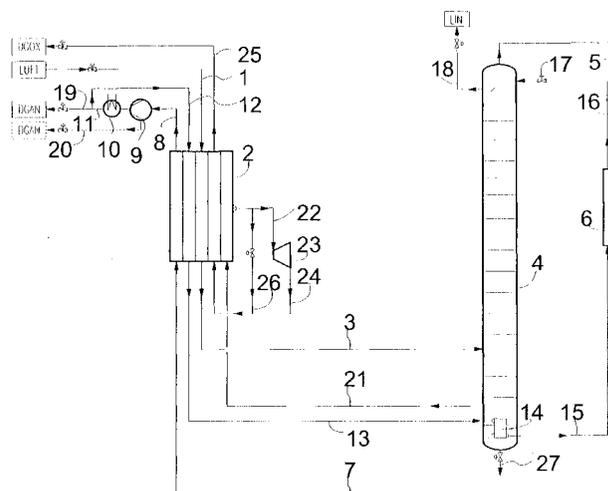
(74) Vertreter: **Imhof, Dietmar
Linde AG
Zentrale Patentabteilung
Dr.-Carl-von-Linde-Strasse 6-14
82049 Höllriegelskreuth (DE)**

(71) Anmelder: **Linde Aktiengesellschaft
65189 Wiesbaden (DE)**

(54) **Verfahren zur Gewinnung von gasförmigem Stickstoff**

(57) Das Verfahren und die Vorrichtung dienen der Gewinnung von gasförmigem Stickstoff durch Tieftemperaturerlegung von Luft. Das Destilliersäulensystem weist eine Einzelsäule (4) auf. Einsatzluft (1) wird in einem Luftverdichter verdichtet, in einem Hauptwärmetauscher (2) abgekühlt und der Einzelsäule (4) zugeführt (3). Eine stickstoffreiche Fraktion (5, 7, 8) wird aus dem Destilliersäulensystem abgezogen und mindestens zu einem ersten Teil in einem Kreislaufverdichter (9, 1063) verdichtet. Der erste Teil (12, 13) der stickstoffreichen Fraktion (5, 7, 8) wird stromabwärts des Kreislaufverdichters (9) dem Verflüssigungsraum eines Kondensator-Verdampfers (14) zugeführt und dort unter einem Druck kondensiert, der höher als der Betriebsdruck der Einzelsäule (4) ist. Hierbei wird stickstoffreiche Flüssigkeit (15, 16) gebildet. Eine flüssige sauerstoffangereicherte Fraktion (231) aus dem Destilliersäulensystem wird im Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (14) mindestens teilweise verdampft. Aus dem im Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (14) gebildeten Dampf (232) wird ein erstes sauerstoffangereichertes Gas (234, 533) erzeugt, in die Einzelsäule (4) eingeleitet und dort als aufsteigender Dampf verwendet. Ein zweiter Teil (19, 20, 1064) der stickstoffreichen Fraktion (5, 7, 8) wird zumindest zeitweise als gasförmiges Stickstoffprodukt abgezogen. Ein zweites sauerstoffangereichertes Gas (221, 521) wird aus dem Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (14) entnommen, arbeitsleistend entspannt (23) und im Hauptwärmetauscher (2) angewärmt.

sigkeit (15, 16) gebildet. Eine flüssige sauerstoffangereicherte Fraktion (231) aus dem Destilliersäulensystem wird im Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (14) mindestens teilweise verdampft. Aus dem im Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (14) gebildeten Dampf (232) wird ein erstes sauerstoffangereichertes Gas (234, 533) erzeugt, in die Einzelsäule (4) eingeleitet und dort als aufsteigender Dampf verwendet. Ein zweiter Teil (19, 20, 1064) der stickstoffreichen Fraktion (5, 7, 8) wird zumindest zeitweise als gasförmiges Stickstoffprodukt abgezogen. Ein zweites sauerstoffangereichertes Gas (221, 521) wird aus dem Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (14) entnommen, arbeitsleistend entspannt (23) und im Hauptwärmetauscher (2) angewärmt.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren gemäß dem Oberbegriff von Anspruch 1. Es dient zur Gewinnung von gasförmigem Stickstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft in einem Destilliersäulensystem, das eine Einzelsäule aufweist.

[0002] Einzelsäulenverfahren sind eine übliche Methode zur Erzeugung von Stickstoff. Sie weisen im Gegensatz zu Doppelsäulenverfahren nur eine Drucksäule (die Einzelsäule) auf und keine weitere Säule (Niederdrucksäule), die zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung eingesetzt und unter niedrigerem Druck als die Drucksäule betrieben wird. Dies schließt nicht aus, daß das Destilliersäulensystem über die Einzelsäule hinaus weitere Säulen aufweist, beispielsweise zur Gewinnung von besonders reinem Stickstoff oder Sauerstoff.

[0003] Das "Destilliersäulensystem" umfaßt die miteinander verbundenen Destilliersäulen, nicht jedoch die Wärmetauscher oder die Maschinen wie Verdichter oder Entspannungsmaschinen. Im einfachsten Fall wird das Destilliersäulensystem ausschließlich durch die Einzelsäule gebildet.

[0004] Unter "sauerstoffangereichert" wird hier ein Gemisch aus Luftgasen verstanden, das eine höhere Sauerstoffkonzentration als Luft hat, bis hin zu praktisch reinem Sauerstoff. In der Praxis handelt es sich beispielsweise um Fraktionen mit einem Sauerstoffgehalt von 25 bis 90 %, vorzugsweise 30 bis 80 %. (Alle Prozentangaben beziehen sich hier und im folgenden auf die molare Menge, soweit nichts anderes angegeben ist.)

[0005] Ein Verfahren mit einem Stickstoffkreislauf gemäß dem Oberbegriff von Anspruch 1 ist aus US 4400188 bekannt. Mit Stickstoff, der in einem Kreislaufverdichter auf über Säulendruck gebracht wurde, wird ein Kondensator-Verdampfer beheizt, der die Sumpfheizung der Einzelsäule darstellt. Verfahrenskälte wird durch eine übliche Restgasturbine erzeugt, die mit Gas aus einem weiteren Kondensator-Verdampfer, einem Kopfkondensator, betrieben wird.

[0006] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art und eine entsprechende Vorrichtung anzugeben, das energetisch besonders günstig zu betreiben ist.

[0007] Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß ein zweites sauerstoffangereichertes Gas aus dem Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers entnommen, arbeitsleistend entspannt und im Hauptwärmetauscher angewärmt wird.

[0008] Vorzugsweise wird bei allen bisher genannten Ausführungsformen der Erfindung die gesamte Rücklaufflüssigkeit für die Einzelsäule in dem Kondensator-Verdampfer erzeugt. Es ist daher im allgemeinen nur ein einziger Kondensator-Verdampfer erforderlich.

[0009] Luftverdichter und Kreislaufverdichter können durch eine einzige Maschine gebildet werden, nämlich durch eine Kombi-Maschine, bei der mehrere Ritzel auf

eine Welle sitzen, von denen einige den Luftverdichter und eines oder mehrere den Kreislaufverdichter realisieren.

[0010] Der Kreislaufverdichter kann mindestens teilweise durch einen an die Restgasturbine gekoppelten Verdichter gebildet werden, wobei mindestens ein Teil der bei der arbeitsleistenden Entspannung des zweiten sauerstoffangereicherten Gases erzeugten mechanischen Energie zur Verdichtung des ersten Teils und/oder des zweiten Teils der stickstoffreichen Fraktion eingesetzt wird.

[0011] Die Erfindung betrifft außerdem eine Vorrichtung gemäß Patentanspruch 5.

[0012] Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden im folgenden anhand eines in der Zeichnung schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert. Bei dem Verfahren wird über eine Leitung 1 verdichtete und gereinigte Einsatzluft herangeführt, die unter einem Druck von etwa 3,5 bar steht. (Luftverdichter und Luftreinigung - beispielsweise mittels eines Molekularsiebs - sind in der Zeichnung nicht dargestellt.) Die Luft wird in einem Hauptwärmetauscher 2 auf etwa Taupunkt abgekühlt und über Leitung 3 einer Einzelsäule 4 an einer Zwischenstelle zugeführt. Die Zwischenstelle liegt beispielsweise 5 bis 20 theoretische beziehungsweise praktisch Böden oberhalb des Sumpfs der Säule 4. Der Betriebsdruck am Sumpf der Einzelsäule beträgt in dem Beispiel 3,0 bar.

[0013] Der Kopfstickstoff 5 (die "stickstoffreiche Fraktion") aus der Einzelsäule 4 enthält noch 1 ppm bis 1 ppb Sauerstoff und wird in einem Unterkühler 6 und (Leitung 7) weiter im Hauptwärmetauscher 2 auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt. Der warme Kopfstickstoff 8 wird einem Kreislaufverdichter 9 zugeführt, der beispielsweise zwei bis drei Stufen aufweist. Hinter jeder Stufe des Kreislaufverdichters befindet sich eine Nachbeziehungsweise Zwischenkühlung zur Entfernung der Kompressionswärme, von denen jedoch in der schematischen Zeichnung nur die Nachkühlung 10 hinter der Endstufe dargestellt ist. Ein erster Teil 12 des auf einen Druck von 9,5 bar verdichteten Kopfstickstoffs 11 wird zum Hauptwärmetauscher 2 zurückgeführt, dort auf mehrere Kelvin oberhalb der Säulentemperatur abgekühlt und über Leitung 13 dem Verflüssigungsraum eines Kondensator-Verdampfers 14 zugeführt. Dort wird er unter etwa dem Austrittsdruck des Kreislaufverdichters 9 vollständig oder nahezu vollständig verflüssigt. Die dabei gebildete stickstoffreiche Flüssigkeit 15 wird im Unterkühler 6 unterkühlt und über Leitung 16 und Drosselventil 17 auf den Kopf der Einzelsäule aufgegeben. Ein Teil 18 der stickstoffreichen Flüssigkeit 16 kann als Flüssigstickstoffprodukt LIN abgezogen werden. Die Flüssigproduktion beträgt in dem Beispiel etwa 0 % der Luftmenge. In der Zeichnung wird der Flüssigstickstoff aus der Einzelsäule abgezogen, deren Kopf hier als Flashgasabscheider zwischen dem Drosselventil 17 und der Flüssigproduktentnahme 18 dient.

[0014] Ein zweiter Teil 19 des im Kreislaufverdichter

9 verdichteten Kopfstickstoffs 11 wird als gasförmiges Stickstoffprodukt unter Druck (DGAN) abgeführt. Alternativ oder zusätzlich kann ein Teil 20 des Druckstickstoffs aus einer Zwischenstufe des Kreislaufverdichters herausgeführt und bei einem Druck zwischen dem Betriebsdruck der Einzelsäule 4 und dem Enddruck des Kreislaufverdichters 9 als gasförmiges Druckstickstoffprodukt (DGAN') gewonnen werden. In beiden Fällen dient der Kreislaufverdichter 9 gleichzeitig als Produktverdichter.

[0015] Der Kondensator-Verdampfer 14 ist in dem Beispiel von Figur 1 unmittelbar im Sumpf der Einzelsäule angeordnet. Auf seiner Verdampfungsseite verdampft die sauerstoffangereicherte Sumpfflüssigkeit der Einzelsäule 4 unter deren Betriebsdruck unter Bildung eines Dampfs mit einem Sauerstoffgehalt von etwa 80 %. Während ein erster Teil des im Kondensator-Verdampfer 14 erzeugten Dampfs in der Einzelsäule 4 aufsteigt ("erstes sauerstoffangereichertes Gas"), wird ein zweiter Teil 21 ("zweites sauerstoffangereichertes Gas") zum kalten Ende des Hauptwärmetauschers 2 geführt. Nach Anwärmung auf eine Zwischentemperatur strömt diese Fraktion über Leitung 22 zu einer Restgasturbine 23 und wird dort arbeitsleistend von etwa 3 bar auf etwa 1,5 bar entspannt. Das arbeitsleistend entspannte sauerstoffangereicherte Gas 24 wird im Hauptwärmetauscher 2 vollständig angewärmt und über Leitung 25 als unreines Sauerstoffprodukt UGOX abgegeben. Es kann als Regeneriergas in der nicht dargestellten Luftreinigung und/oder als gasförmiges Nebenprodukt verwendet und/oder in die Atmosphäre abgegeben werden. Die Turbine 23 kann über einen Bypass 26 geregelt werden. Eine kleine Flüssigkeitsmenge 27 wird kontinuierlich oder intermittierend als Spülflüssigkeit aus dem Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers 14 abgeführt.

[0016] Kälte wird hier durch arbeitsleistende Entspannung eines sauerstoffangereicherten Gases 21 aus dem Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers 14 bewerkstelligt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Gewinnung von gasförmigem Stickstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft in einem Destilliersäulensystem, das eine Einzelsäule (4) aufweist, wobei bei dem Verfahren
 - Einsatzluft (1) in einem Luftverdichter verdichtet, in einem Hauptwärmetauscher (2) abgekühlt und der Einzelsäule (4) zugeführt (3) wird,
 - eine stickstoffreiche Fraktion (5, 7, 8) aus dem Destilliersäulensystem abgezogen und mindestens zu einem ersten Teil in einem Kreislaufverdichter (9, 1063) verdichtet wird,
 - der erste Teil (12, 13) der stickstoffreichen Fraktion (5, 7, 8) stromabwärts des Kreislauf-

verdichters (1063, 9) dem Verflüssigungsraum eines Kondensator-Verdampfers (14) zugeführt und dort unter einem Druck kondensiert wird, der höher als der Betriebsdruck der Einzelsäule (4) ist, wobei stickstoffreiche Flüssigkeit (15, 16) gebildet wird,

- eine flüssige sauerstoffangereicherte Fraktion (228, 231) aus dem Destilliersäulensystem im Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (14) mindestens teilweise verdampft wird,
- aus dem im Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (14) gebildeten Dampf (232) ein erstes sauerstoffangereichertes Gas (234, 533) erzeugt, in die Einzelsäule (4) eingeleitet und dort als aufsteigender Dampf verwendet wird und
- ein zweiter Teil (19, 20, 1064) der stickstoffreichen Fraktion (5, 7, 8) zumindest zeitweise als gasförmiges Stickstoffprodukt abgezogen wird,

dadurch gekennzeichnet, daß

- ein zweites sauerstoffangereichertes Gas (221, 521) aus dem Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (14) entnommen, arbeitsleistend entspannt (23) und im Hauptwärmetauscher (2) angewärmt wird.

2. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, daß** die gesamte Rücklaufflüssigkeit für die Einzelsäule (4) in dem Kondensator-Verdampfer (14, 514) erzeugt wird.

3. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, daß** Luftverdichter und Kreislaufverdichter (9) durch eine einzige Maschine gebildet werden.

4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, daß** mindestens ein Teil der bei der arbeitsleistenden Entspannung (23) des zweiten sauerstoffangereicherten Gases (221, 521) erzeugten mechanischen Energie zur Verdichtung (1063) des ersten Teils und/oder des zweiten Teils der stickstoffreichen Fraktion (5, 7, 8) eingesetzt wird.

5. Vorrichtung zur Gewinnung von gasförmigem Stickstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft mit einem Destilliersäulensystem, das eine Einzelsäule (4) aufweist, und mit

- einem Luftverdichter,
- einer Einsatzluftleitung (1, 3), die von dem Luftverdichter durch einen Hauptwärmetauscher (2) in die Einzelsäule (4) führt,
- einem Kreislaufverdichter (9, 1063) zur Ver-

dichtung des ersten Teils einer stickstoffreichen Fraktion (5, 7, 8) aus dem Destilliersäulensystem,

- einer Kreislaufleitung (12, 13), die vom Austritt des Kreislaufverdichters (1063, 9) zu dem Verflüssigungsraum eines Kondensator-Verdampfers (14) führt wird, 5
- Mitteln (228, 231) zur Zuführung einer flüssigen sauerstoffangereicherten Fraktion aus dem Destilliersäulensystem zum Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (14), 10
- Mitteln zur Erzeugung eines ersten sauerstoffangereicherten Gases (234, 533) aus dem im Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (14) gebildeten Dampf (232) und zu dessen Einleitung in die Einzelsäule (4) und mit 15
- einer Gasproduktleitung zum Abziehen eines zweiten Teils (19, 20, 1064) der stickstoffreichen Fraktion (5, 7, 8) als gasförmiges Stickstoffprodukt, 20

gekennzeichnet durch

- eine Entspannungsmaschine (23) zur arbeitseffizienten Entspannung eines zweiten sauerstoffangereicherten Gases (221, 521) aus dem Verdampfungsraum des Kondensator-Verdampfers (14). 25

30

35

40

45

50

55

