



(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
31.07.2002 Patentblatt 2002/31

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

(21) Anmeldenummer: **01108213.8**

(22) Anmeldetag: **30.03.2001**

(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

- **Kunz, Christian, Dipl.-Ing.**
81479 München (DE)
- **Corduan, Horst, Dipl.-Ing.**
82178 Puchheim (DE)

(30) Priorität: **30.01.2001 DE 10103968**

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

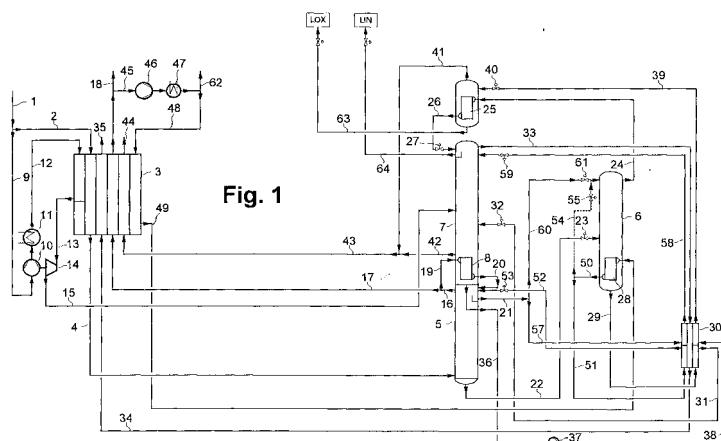
(74) Vertreter: **Imhof, Dietmar**
Linde AG
Zentrale Patentabteilung
Dr.-Carl-von-Linde-Strasse 6-14
82049 Höllriegelskreuth (DE)

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

(54) **Drei-Säulen-System zur Tieftemperaturzerlegung von Luft**

(57) Das Verfahren und die Vorrichtung dienen zur Tieftemperatur-Zerlegung von Luft in einem Drei-Säulen-System, das eine Hochdrucksäule (5), eine Niederdrucksäule (7) und eine Zwischensäule (6) aufweist. Einsatzluft (1, 2, 4) wird in die Hochdrucksäule (5) eingeleitet und dort in eine erste sauerstoffangereicherte Flüssigkeit und eine erste Stickstoff-Fraktion (16) getrennt. Mindestens ein Teil (19) der ersten Stickstoff-Fraktion (16) wird in einem ersten Kondensator-Verdampfer (8) zu einer ersten Flüssigstickstoff-Fraktion (20) kondensiert. Eine erste sauerstoffangereicherte Fraktion (22) aus der Hochdrucksäule (5) wird in die Zwischensäule (6) eingeleitet und dort in eine zweite sauerstoffangereicherte Flüssigkeit und eine zweite

Stickstoff-Fraktion (24) getrennt. Mindestens ein Teil der zweiten Stickstoff-Fraktion (24) wird in einem zweiten Kondensator-Verdampfer (25) zu einer zweiten Flüssigstickstoff-Fraktion (26) kondensiert und als Rücklauf auf eine der Säulen des Drei-Säulen-Systems aufgegeben und/oder als Flüssigprodukt (64) gewonnen. Eine zweite sauerstoffangereicherte Fraktion (29, 31) aus der Hochdrucksäule oder aus der Zwischensäule (6) wird in die Niederdrucksäule (7) eingeleitet und dort in eine dritte sauerstoffangereicherte Flüssigkeit und eine dritte Stickstoff-Fraktion getrennt. Flüssiger Rücklauf-Stickstoff (54, 60), der nicht in dem zweiten Kondensator-Verdampfer (25) gebildet worden ist, wird in die Zwischensäule (6) eingeleitet.



Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Tieftemperatur-Zerlegung von Luft gemäß dem Oberbegriff von Patentanspruch 1. Dabei wird die Luft in einem Drei-Säulen-System destilliert, das eine Hochdrucksäule, eine Niederdrucksäule und eine Zwischensäule aufweist.

[0002] Die Grundlagen der Tieftemperaturzerlegung von Luft im Allgemeinen sind in der Monografie "Tieftemperaturtechnik" von Hausen/Linde (2. Auflage, 1985) und in einem Aufsatz von Latimer in Chemical Engineering Progress (Vol. 63, No.2, 1967, Seite 35) beschrieben. Bei dem Drei-Säulen-System bilden Hochdrucksäule und Niederdrucksäule vorzugsweise eine Linde-Doppelsäule, das heißt diese beiden Säulen stehen über einen Hauptkondensator in wärmetauschender Verbindung. (Die Erfindung ist jedoch grundsätzlich auch bei anderen Anordnungen von Hochdrucksäule und Niederdrucksäule und/oder anderen Kondensator-Konfigurationen anwendbar. Zusätzlich zu den drei genannten Kolonnen zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung können weitere Vorrichtungen zur Gewinnung anderer Luftkomponenten, insbesondere von Edelgasen, vorgesehen sein, beispielsweise eine Argongewinnung.) Im Gegensatz zum klassischen Linde-Zwei-Säulen-Prozess wird bei dem Drei-Säulen-Verfahren nicht die gesamte sauerstoffangereicherte Flüssigkeit, die in der Hochdrucksäule gebildet wird, direkt in die Niederdrucksäule eingeleitet, sondern eine erste sauerstoffangereicherte Fraktion aus der Hochdrucksäule strömt in die Zwischensäule und wird dort weiter vorzerlegt, in der Regel unter einem Druck, der zwischen den Betriebsdrücken von Hochdrucksäule und Niederdrucksäule liegt. Dabei wird aus der ersten sauerstoffangereicherten Fraktion Flüssigstickstoff (zweite Flüssigstickstoff-Fraktion) erzeugt, der als zusätzlicher Rücklauf in dem Drei-Säulen-System verwendet und/oder als Flüssigprodukt gewonnen wird. Ein Prozess gemäß dem Oberbegriff von Patentanspruch 1 ist beispielsweise aus DE 1065867 B, DE 2903089 A oder EP 1043556 A1 bekannt.

[0003] Ein solches Drei-Säulen-Verfahren bietet normalerweise energetische Vorteile gegenüber dem klassischen Zwei-Säulen-Prozess. Es weist allerdings auch eine erhöhte Komplexität auf, die insbesondere dann Nachteile bewirkt, wenn der Prozess relativ kurzfristig auf Änderungen des Produktbedarfs reagieren muss. Derartige schnelle Lastwechsel treten beispielsweise in Luftzerlegern auf, die im Zusammenhang mit IGCC-Anlagen (Integrated Gasification Combined Cycle) stehen und beispielsweise Stickstoff für eine Gasturbine und/oder Sauerstoff für eine Vergasungseinheit zur Erzeugung von Brenngas für eine Gasturbine liefern. Sie erfordern eine hohe Flexibilität des Luftzerlegungs-Prozesses.

[0004] Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art und eine entsprechende Vorrichtung anzugeben, die besonders hohe Flexibilität aufweisen.

[0005] Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, dass flüssiger Rücklauf-Stickstoff, der nicht in dem zweiten Kondensator-Verdampfer gebildet worden ist, in die Zwischensäule eingeleitet wird.

[0006] Bei den bisher üblichen Drei-Säulen-Systemen wird der zweite Kondensator-Verdampfer als Kopfkondensator der Zwischensäule betrieben, das heißt der dort erzeugte Flüssigstickstoff bildet den Rücklauf für die Zwischensäule.

[0007] Die erfindungsgemäße Maßnahme erscheint demgegenüber zunächst nicht sinnvoll, da ja in Form des Kondensats aus dem zweiten Kondensator-Verdampfer genügend Rücklauf für die Zwischensäule zur Verfügung steht, so dass zusätzlicher Aufwand für die Zuführung von Rücklauf aus einer anderen Quelle keinen Vorteil zu versprechen scheint. Im Rahmen der Erfindung hat sich jedoch herausgestellt, dass gerade mit der vorstehend beschriebenen Maßnahme eine spürbare Verbesserung der Flexibilität des Prozesses erreicht werden kann.

[0008] Bei Lastwechseln ändert sich nämlich die Zusammensetzung der unreinen Einsatzfraktion der Zwischensäule (der "ersten sauerstoffangereicherten Fraktion"). Wegen der relativ geringen Anzahl von theoretischen Böden innerhalb der Zwischensäule schlägt diese Konzentrationsveränderung auch auf das Kopfprodukt der Zwischensäule durch, das in dem zweiten Kondensator-Verdampfer verflüssigt wird. Da ein Teil des Flüssigstickstoffs aus dem zweiten Kondensator-Verdampfer aber als Flüssigprodukt oder als Rücklauf in einer anderen Säule verwendet wird, wirkt sich die Konzentrationsschwankung unmittelbar auf die Reinheit des Endprodukts aus beziehungsweise beeinträchtigt den Betrieb in der anderen Säule (zum Beispiel der Niederdrucksäule).

[0009] Diesen im Rahmen der Erfindung entdeckten Mangel heilt die Verwendung von flüssigem Stickstoff aus einer anderen Quelle als dem zweiten Kondensator-Verdampfer als Rücklauf in der Zwischensäule. Da dieser weniger starken Konzentrationsschwankungen unterworfen ist, steht auch während eines Lastwechsels immer Rücklauf im Wesentlichen konstanter Zusammensetzung zur Verfügung, sodass die Reinheit des in der Zwischensäule erzeugten Stickstoffs (und damit des in dem zweiten Kondensator-Verdampfer gebildeten Flüssigstickstoffs) auch bei Laständerungen weitgehend konstant bleibt. Wegen der damit verringerten Abhängigkeit der Produktreinheiten von der Betriebsweise der Anlage ergibt sich eine wesentlich verbesserte Flexibilität gegenüber den bekannten Verfahren.

[0010] Es ist günstig, wenn mindestens ein Teil des flüssigen Rücklauf-Stickstoffs für die Zwischensäule durch mindestens einen Teil der ersten Flüssigstickstoff-Fraktion gebildet wird. Da die Konzentrationsschwankungen im Stickstoffprodukt der Hochdrucksäule besonders gering sind, wird vorzugsweise ausschließlich der in dem ersten Kondensator-Verdampfer verflüssigte Stickstoff als Rücklauf für die Zwischensäule eingesetzt. Alternativ oder zusätzlich kön-

nen andere Quellen für flüssigen Rücklauf-Stickstoff in Frage kommen, beispielsweise ein Flüssigtank oder ein Stickstoff-Kreislauf, in dem Flüssigkeit gebildet wird.

[0011] Im Rahmen der Erfindung ist nicht vollständig ausgeschlossen, dass ein gewisser Teil des Rücklaufs für die Zwischensäule aus dem zweiten Kondensator-Verdampfer entnommen, also aus der in der Zwischensäule erzeugten zweiten Stickstoff-Fraktion erzeugt wird. Diese Menge kann beispielsweise bis zu 30 %, vorzugsweise weniger als 20 %, höchst vorzugsweise weniger als 10 % des gesamten in der Zwischensäule eingesetzten Rücklaufs betragen. Besonders günstig ist es jedoch, wenn der Rücklauf im oberen Bereich der Zwischensäule ausschließlich oder im wesentlichen ausschließlich durch flüssigen Rücklauf-Stickstoff gebildet wird, der nicht in dem zweiten Kondensator-Verdampfer erzeugt worden ist. Dies bedeutet, dass kein Teil oder kein wesentlicher Teil (das heißt beispielsweise weniger als 10 %, vorzugsweise weniger als 5 %) der in dem zweiten Kondensator-Verdampfer gebildeten zweiten Flüssigstickstoff-Fraktion in die Zwischensäule eingeleitet wird.

[0012] Wie schon erwähnt, ist bei den bisher bekannten Verfahren der zweite Kondensator-Verdampfer als Kopfkondensator der Zwischensäule ausgebildet. Dabei muss unter Umständen eine Pumpe eingesetzt werden, um den dort gebildeten Flüssigstickstoff in die Niederdrucksäule einzuleiten. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren kann der zweite Kondensator-Verdampfer jedoch unabhängig von der Position der Zwischensäule angeordnet werden, beispielsweise auf einem höheren geodätischen Niveau als der Kopf der Niederdrucksäule. Damit ist es möglich, Flüssigstickstoff aus dem zweiten Kondensator-Verdampfer mittels statischen Drucks in die Niederdrucksäule einzuführen. Man kann also auch dann auf eine Pumpe verzichten, wenn kein oder nur eine sehr geringes Druckgefälle zwischen Verflüssigungsraum des zweiten Kondensator-Verdampfers und dem Kopf der Niederdrucksäule vorhanden ist.

[0013] Vorzugsweise wird der zweite Kondensator-Verdampfer durch ein einziges Kühlmittel gekühlt, in der Regel eine verdampfende Flüssigkeit. Das Kühlmittel für den zweiten Kondensator-Verdampfer kann durch eine Flüssigfraktion aus der Niederdrucksäule gebildet werden. Es kann beispielsweise vom Sumpf der Niederdrucksäule abgezogen werden oder von einer Zwischenstelle unterhalb der Einleitung der zweiten sauerstoffangereicherten Fraktion.

[0014] Vorzugsweise weist die Zwischensäule einen Sumpfverdampfer (dritten Kondensator-Verdampfer) auf, in dem die zweite sauerstoffangereicherte Flüssigkeit aufgeköcht wird. Er kann - wie an sich bekannt - direkt mit gasförmigem Stickstoff aus der Hochdrucksäule betrieben werden. In vielen Fällen ist es aber günstiger gasförmigen Stickstoff aus Hochdrucksäule, Zwischensäule oder Niederdrucksäule in einem Kreislaufverdichter auf über Hochdrucksäulen-Druck zu verdichten und anschließend in dem dritten Kondensator-Verdampfer zu kondensieren.

[0015] Der (Kreislauf-)Stickstoff, der im dritten Kondensator-Verdampfer verflüssigt wurde, kann einen Teil oder den gesamten flüssigen Rücklauf-Stickstoff für die Zwischensäule bilden.

[0016] Wie bereits erwähnt, wird die Zwischensäule in der Regel unter Zwischendruck betrieben. In bestimmten Fällen ist es im Rahmen der Erfindung jedoch vorteilhaft, die Zwischensäule unter einem Druck zu betreiben, der höher als der Betriebsdruck der Hochdrucksäule ist. Dies gilt zum Beispiel dann, wenn der zweite Kondensator-Verdampfer zur Erzeugung eines gasförmigen Druckprodukts eingesetzt wird.

[0017] Die Erfindung betrifft außerdem eine Vorrichtung zur Tieftemperaturzerlegung von Luft gemäß den Patentansprüchen 10 und 11.

[0018] Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden im Folgenden anhand von in den Zeichnungen dargestellten Ausführungsbeispielen näher erläutert.

[0019] Verdichtete und gereinigte Einsatzluft 1 wird bei dem in Figur 1 dargestellten Verfahren zu einem ersten Teil 2 dem warmen Ende eines Hauptwärmetauschers 3 zugeführt. Der erste Luftteil tritt unter etwa Taupunkttemperatur über Leitung 4 am kalten Ende des Hauptwärmetauschers 3 aus und strömt einer Hochdrucksäule 5 unmittelbar oberhalb des Sumpfs zu.

[0020] Die Hochdrucksäule 5 ist Teil eines Drei-Säulen-Systems, das außerdem eine Zwischensäule 6 und eine Niederdrucksäule 7 umfasst. Hochdrucksäule 5 und Niederdrucksäule 7 stehen über einen ersten Kondensator-Verdampfer 8, auch Hauptkondensator genannt, in wärmetauschender Verbindung.

[0021] In der Hochdrucksäule 5 werden eine erste Stickstoff-Fraktion 16 als Kopfgas und eine erste sauerstoffangereicherte Flüssigkeit im Sumpf erzeugt. Der Hochdrucksäulen-Stickstoff 16 kann zu einem Teil 17 im Hauptwärmetauscher 3 angewärmt und mindestens teilweise als gasförmiges Druckprodukt 18 gewonnen werden. Der Rest 19 wird im Hauptkondensator 8 unter Bildung einer ersten Flüssigstickstoff-Fraktion 20 kondensiert. Ein Teil dieses Flüssigstickstoffs wird als Rücklauf in der Hochdrucksäule 5 verwendet, ein anderer Teil über Leitung 21 aus der Hochdrucksäule entfernt.

[0022] Über Leitung 22 wird sauerstoffangereicherte Sumpfflüssigkeit aus der Hochdrucksäule (in dem Beispiel vollständig) als erste sauerstoffangereicherte Fraktion über ein Drosselventil 23 der Zwischensäule 6 an einer Zwischenstelle zugeführt. In der Zwischensäule 6 werden eine zweite Stickstoff-Fraktion 24 als Kopfgas und eine zweite sauerstoffangereicherte Flüssigkeit im Sumpf erzeugt. Das Kopfgas 24 wird dem Verflüssigungsraum eines zweiten Kondensator-Verdampfers 25 zugeführt und dort zu einer zweiten Flüssigstickstoff-Fraktion 26 kondensiert. Letzterer wird in dem Beispiel vollständig als Rücklauf auf den Kopf der Niederdrucksäule 7 aufgegeben, unter Umständen nach Drosselentspannung 27. Auch wenn kein oder nur ein geringes Druckgefälle zur Niederdrucksäule 7 besteht, fließt die

zweite Flüssigstickstoff-Fraktion 26 ohne Zwangsförderung in die Niederdrucksäule. Dies ist der in der Zeichnung dargestellten geodätischen Anordnung des zweiten Kondensator-Verdampfers 25 oberhalb des Niederdrucksäulen-Kopfs zu verdanken.

[0023] Das Verfahren von Figur 1 weist einen dritten Kondensator-Verdampfer 28 auf, der als Sumpfverdampfer der Zwischensäule 6 geschaltet ist. Der dort nicht verdampfte Anteil der Sumpfflüssigkeit der Zwischensäule 6 wird als zweite sauerstoffangereicherte Fraktion 29 in einem Unterkühlungs-Gegenströmer 30 unterkühlt und der Niederdrucksäule 7 als zweite sauerstoffangereicherte Fraktion 31 über ein Drosselventil 32 zugespeist.

[0024] Vom Kopf der Niederdrucksäule 7 wird gasförmiger Stickstoff 33 abgezogen, im Unterkühlungs-Gegenströmer 30 angewärmt, über Leitung 34 zum Hauptwärmetauscher 3 geführt und schließlich unter etwa Umgebungstemperatur über Leitung 35 als Stickstoffprodukt und/oder Restgas abgeführt. Im Sumpf der Niederdrucksäule 7 wird reiner oder unreiner Sauerstoff gewonnen und über Leitung 36 in flüssiger Form abgezogen. Eine Pumpe 37 fördert das flüssige Sauerstoffprodukt über Leitung 38, den Unterkühlungs-Gegenströmer 30, Leitung 39 und Regelventil 40 in den Verdampfungsraum des zweiten Kondensator-Verdampfers 25. Dort erzeugter Dampf 41 wird mit direkt aus der Niederdrucksäule 7 abgezogenem gasförmigem Sauerstoff 42 vereinigt. Das gasförmige Sauerstoffprodukt 43 strömt gemeinsam zum Hauptwärmetauscher 3 und wird schließlich über Leitung 44 unter etwa Umgebungstemperatur abgezogen. Der im zweiten Kondensator-Verdampfer flüssig verbliebene Sauerstoff 63 wird als Flüssigprodukt (LOX) abgezogen.

[0025] Flüssiger Stickstoff 21 aus der Hochdrucksäule 5 wird über Leitung 57, Unterkühlungs-Gegenströmer 30, Leitung 58 und Drosselventil 59 als weiterer Rücklauf auf die Niederdrucksäule 7 aufgegeben. Ein anderer Teil 60 des Hochdrucksäulen-LIN 21 wird als Rücklauf in den Kopf der Zwischensäule 6 eingedrosselt (61).

[0026] Der in Figur 1 dargestellte Prozess weist außerdem einen Stickstoff-Kreislauf auf. Dazu wird aus der Hochdrucksäule 5 abgezogener Stickstoff 16, 17, 45 in einem Kreislaufverdichter 46 auf über Hochdrucksäulen-Druck gebracht, nachgekühlt (47), über Leitung 48 dem Hauptwärmetauscher 3 zugeführt, dort auf eine Temperatur abgekühlt, die etwas über der Temperatur des kalten Endes liegt, und über Leitung 49 dem Verflüssigungsraum des dritten Kondensator-Verdampfers 28 zugeführt. Das dort gebildete Kondensat 50 fließt über Leitung 51 zum Unterkühlungs-Gegenströmer 30 und weiter über Leitung 52 und Drosselventil 53 zum Kopf der Hochdrucksäule. Ein Teil 54 kann zusätzlich oder alternativ zu dem aus der Hochdrucksäule abgezogenen Flüssigstickstoff 21 als Rücklauf auf die Zwischensäule 6 aufgegeben werden. Die entsprechenden Anteile können über die Ventile 55 und 61 eingestellt werden.

[0027] Der Kreislaufverdichter 46 kann auch als Produktverdichter genutzt werden, indem stromaufwärts oder stromabwärts des Nachkühlers 47 ein Hochdruck-Produkt 62 abgezogen wird. Über Leitung 64 kann ein Flüssigstickstoff-Produkt (LIN) aus der Niederdrucksäule 7 abgezogen werden.

[0028] Kälte wird bei dem Verfahren durch arbeitsleistende Entspannung 14 eines Teils der Einsatzluft erzeugt. Dazu wird ein zweiter Teil 9 der Einsatzluft 1 in einem Nachverdichter 10 weiter verdichtet und strömt nach Nachkühlung 11 über Leitung 12 ebenfalls dem warmen Ende des Hauptwärmetauschers 3 zu. Der zweite Luftteil wird bei einer Zwischentemperatur über Leitung 13 wieder aus dem Hauptwärmetauscher 3 entnommen, in einer Turbine 14 arbeitsleistend auf etwa Niederdrucksäulen-Druck entspannt und in die Niederdrucksäule 7 eingeblasen (15). Die Turbine 14 ist mechanisch mit dem Nachverdichter 10 gekoppelt.

[0029] Die Betriebsdrücke der Säulen (jeweils am Kopf) betragen:

Hochdrucksäule 5	beispielsweise 3,5 bis 17 bar, vorzugsweise etwa 12 bar
Zwischensäule 6	beispielsweise 3,5 bis 17 bar, vorzugsweise etwa 9 bar
Niederdrucksäule 7	beispielsweise 1,3 bis 7 bar, vorzugsweise etwa 3 bar

[0030] Im Prozess von Figur 2 ist die Zwischensäule 6 so dimensioniert, dass der darin produzierte Stickstoff 24 ausreicht, um das gesamte gasförmige Sauerstoffprodukt durch Verdampfen der Sumpfflüssigkeit der Niederdrucksäule 7 im zweiten Kondensator-Verdampfer 25 zu erzeugen. Über die Leitung 36 wird das Sumpfprodukt der Niederdrucksäule 7 flüssig abgezogen. Der flüssige Sauerstoff wird über 37, 38, 30, 39, 40 in den zweiten Kondensator-Verdampfer 25 geleitet. Der dort erzeugte Dampf 41 stellt das gesamte gasförmige Sauerstoffprodukt 43, 44 dar. Der Niederdrucksäule 7 wird kein gasförmiger Sauerstoff direkt entnommen. Damit kann - je nach Betriebsdruck der Zwischensäule 6 - das gesamte gasförmige Sauerstoffprodukt unter einem Druck gewonnen werden, der höher als der Betriebsdruck der Niederdrucksäule 7 ist. (In diesem Fall muss der Rohsauerstoff aus der Hochdrucksäule 5 zur Zwischensäule 6 gepumpt werden - siehe zum Beispiel Figur 7.) Auf diese Weise, einer Art Innenverdichtung, wird der Abgabedruck des gasförmigen Sauerstoffprodukts erhöht, ohne dass dazu ein Gasverdichter (Außenverdichtung) notwendig wäre. Selbstverständlich kann zusätzlich ein Sauerstoffverdichter vorgesehen sein, der das warme Sauerstoffprodukt 44 auf einen noch höheren Druck bringt (Kombination Innenverdichtung und Außenverdichtung).

[0031] Im Rahmen dieser Verfahrensweise kann man den Druck im gasförmigen Sauerstoffprodukt 41, 43, 44 über den Betriebsdruck des zweiten Kondensator-Verdampfers 25 flexibel gestalten. Einerseits kann durch entsprechende

Auslegung von Zwischensäule 6 und Kondensator-Verdampfer 25 ein spezifischer Prozess an den gewünschten stationären Produktdruck und/oder an preiswerte Sauerstoff-Verdichter zur Weiterverdichtung im gasförmigen Zustand angepasst werden. Andererseits ist auch eine Variation des Sauerstoffdrucks in den Leitungen 41, 43, 44 während des Betriebs der Anlage möglich, ohne dass die Betriebsdrücke von Hochdrucksäule 5 oder Niederdrucksäule 7 geändert werden müssten. Eine solche Variation kann zum Beispiel mittels entsprechender Einstellung der Ventile 40, 61, 55 und 23 vorgenommen werden. (Wenn der Produktdruck des Sauerstoffs über dem Betriebsdruck der Niederdrucksäule 7 liegt, muss auch die Förderhöhe der nicht dargestellten Pumpe in Leitung 22 entsprechend geändert werden.)

[0032] Figur 3 unterscheidet sich von Figur 2 dadurch, dass dem Kreislaufverdichter 346 gasförmiger Stickstoff 33, 34, 345 aus der Niederdrucksäule 7 anstelle von Hochdrucksäulen-Stickstoff zugeführt wird. Dadurch erhöht sich zwar der Energieaufwand zum Betrieb des Kreislaufs. Allerdings steht auch mehr flüssiger Stickstoff als Rücklauf zur Verfügung, wodurch sich Rücklaufverbesserungen insbesondere im oberen Abschnitt der Niederdrucksäule 7 einstellen.

[0033] Während die bisher gezeigten Varianten der Erfindung einen warmen Kreislaufverdichter 46, 346 aufweisen, wird der Stickstoff-Kreislauf in **Figur 4** von einem Kaltverdichter 446 getrieben. Ein Teil 445 des gasförmigen Stickstoffs 16 aus der Hochdrucksäule wird unter Säulentemperatur abgezweigt und dem Kreislaufverdichter 446 zugeführt. Der verdichtete Kreislauf-Stickstoff 449 wird unmittelbar in den Verflüssigungsraum des dritten Kondensator-Verdampfers 28 geleitet. Der Kaltverdichter-Kreislauf ist insbesondere bei relativ niedrigem Betriebsdruck der Zwischensäule 6 günstig, das heißt einem Druck, der nicht weit über dem Niederdrucksäulen-Druck liegt. In diesem Fall muss der Kaltverdichter nur eine vergleichsweise geringe Druckdifferenz von beispielsweise 0,3 bis 1,0 bar, vorzugsweise etwa 0,5 bar überwinden.

[0034] Bei besonders niedrigem Zwischensäulen-Druck kann unter Umständen der Kreislaufverdichter ganz entfallen und der dritte Kondensator-Verdampfer 28 wird unmittelbar mit gasförmigem Stickstoff 549 aus der Hochdrucksäule beheizt, wie es in **Figur 5** dargestellt ist.

[0035] Im Prozess von **Figur 6** wird die Zwischensäule 6 unter einem höheren Druck als in Figur 5 betrieben. (Der Zwischensäulen-Druck kann gleich dem Hochdrucksäulen-Druck, um bis zu 2 bar niedriger oder um bis zu 13 bar höher sein. Vorzugsweise ist der Zwischensäulen-Druck um etwa 2 bar höher als der Hochdrucksäulen-Druck.) Die Sumpfflüssigkeit 22 der Hochdrucksäule wird mittels einer weiteren Pumpe 665 auf einen entsprechend hohen Druck gebracht. Das Ventil 23 an der Stelle der Einspeisung in die Zwischensäule 6 dient nur noch der Regelung. Durch den höheren Betriebsdruck steigt auch der Druck im Kopfprodukt 24 der Zwischensäule 6 und damit im zweiten Kondensator-Verdampfer 25. Somit kann ein entsprechend erhöhter Produktdruck im gasförmigen Sauerstoff 41, 43, 44 erreicht werden. Da auch die kondensierte Flüssigkeit 26 unter höherem als Hochdrucksäulen-Druck steht, kann sie über Leitung 626 in die Hochdrucksäule eingespeist werden, vorzugsweise nach vorheriger Unterkühlung 666 gegen den auf hohen Druck gepumpten (37) flüssigen Sauerstoff 638.

[0036] **Figur 7** unterscheidet sich von Figur 6 dadurch, dass dem Kreislaufverdichter 346 gasförmiger Stickstoff 33, 34, 345 aus der Niederdrucksäule 7 anstelle von Hochdrucksäulen-Stickstoff zugeführt wird. Dadurch erhöht sich zwar der Energieaufwand zum Betrieb des Kreislaufs. Allerdings steht auch mehr flüssiger Stickstoff als Rücklauf zur Verfügung, wodurch sich Rücklaufverbesserungen insbesondere im oberen Abschnitt der Niederdrucksäule 7 einstellen.

[0037] Ähnlich wie in Figur 5 wird in **Figur 8** der Sumpfverdampfer (dritte Kondensator-Verdampfer) 28 der Zwischensäule 6 unmittelbar mit gasförmigem Stickstoff 16, 549 vom Kopf der Hochdrucksäule 5 betrieben. Das dort gebildete Kondensat 851 wird vollständig zum Kopf der Hochdrucksäule 5 zurückgeleitet. Der Rücklauf für Niederdrucksäule und MDS wird jedoch unterhalb eines Stoffaustauschabschnitts 867 abgezogen, der einen bis zehn theoretische beziehungsweise praktische Böden aufweist. Auf diese Weise kann über Leitung 821 flüssiger Stickstoff entnommen werden, der arm an leichter flüchtigen Verunreinigungen wie Helium, Neon oder Wasserstoff ist. Ein erster Teil 860 wird als flüssiger Rücklauf-Stickstoff auf den Kopf der Zwischensäule 6 aufgegeben. Der Rest 857 wird unterkühlt (30) und der Niederdrucksäule 7 an ihrem Kopf aufgegeben (858, 859). Dadurch ist es möglich, in der Zwischensäule 6 und der Niederdrucksäule 7 hoch reinen (insbesondere praktisch Helium-, Neon- und Wasserstoff-freien) Stickstoff herzustellen. Das flüssige Stickstoffprodukt 864 wird in Figur 8 aus der Hochdrucksäule 5 beziehungsweise vom Hauptkondensator 8 abgezogen.

[0038] Der zweite Kondensator-Verdampfer 25 wird in Figur 8 mittels in 30 unterkühlter und in 869 entspannter der Sumpfflüssigkeit 29, 868 der Zwischensäule 6 ("zweite sauerstoffangereicherte Flüssigkeit") gekühlt. Der dabei gebildete Dampf 870 sowie der flüssig verbliebene Anteil 871 werden an geeigneter Stelle in die Niederdrucksäule 7 eingeleitet. Der im zweiten Kondensator-Verdampfer 25 gewonnene Flüssigstickstoff 26 wird im Unterkühlungs-Gegenströmer 30 abgekühlt und über Leitung 872 und Ventil 27 auf die Niederdrucksäule 7 aufgegeben. Das flüssige Sauerstoffprodukt 863 wird unmittelbar vom Sumpf der Niederdrucksäule 7 abgezogen.

[0039] Bei der Variante von **Figur 9** ist ein zusätzlicher Stoffaustauschabschnitt 967 in der Niederdrucksäule angeordnet, der einen bis zehn theoretische beziehungsweise praktische Böden aufweist. Die Rücklaufflüssigkeiten 57, 60 für die Niederdrucksäule 7 und die Zwischensäule 6 werden hier wie in Figur 1 über Leitung 21 unmittelbar vom Kopf der Hochdrucksäule abgenommen. Der im zweiten Kondensator-Verdampfer 25 aus dem Kopfgas der Zwischensäule

gewonnene und anschließend unterkühlte Flüssigstickstoff 972 wird unterhalb des Stoffaustauschabschnitts 967 eingedrosselt (927). Auf diese Weise wirken sich Konzentrationsschwankungen in der Zwischensäule 6 weniger stark auf die Reinheit der Produkte der Niederdrucksäule 7 aus, insbesondere auf das flüssige Stickstoff-Produkt 64. Über die Leitungen 973, 974 und 975 wird unreiner Stickstoff von einer Zwischenstelle der Niederdrucksäule 7 abgezogen und in den Wärmetauschern 30 und 3 auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt.

[0040] **Figur 10** zeigt ein klassisches Innenverdichtungsverfahren. (Der Rest des Prozesses entspricht Figur 9.) Das gesamte Sauerstoffprodukt 1036 wird flüssig aus der Niederdrucksäule 7 entnommen. Derjenige Anteil 1076, der nicht als Flüssigprodukt 863 abgeführt wird, strömt einer Pumpe 1077 zu und wird dort auf den gewünschten Produktdruck gebracht. Über Hochdruckleitung 1078 fließt der Flüssigstrom zum Hauptwärmetauscher 1079, wo er verdampft (beziehungsweise - bei überkritischem Druck - pseudo-verdampft) wird. Als Heizmittel hierfür dient ein dritter Luftstrom 1080, der in einem Nachverdichter 1081 mit Nachkühler 1082 auf den dafür benötigten Druck gebracht und über Leitung 1083 dem warmen Ende des Hauptwärmetauschers 3 zugeführt wird. Die verflüssigte oder überkritische Hochdruckluft 1084 wird an geeigneter Stelle über Leitung 1085 in die Hochdrucksäule 5 und/oder über die Leitungen 1086 und 1087 in die Niederdrucksäule 7 eingespeist.

[0041] Alternativ oder zusätzlich zur Sauerstoff-Innenverdichtung kann Stickstoff 1088 aus der Hochdrucksäule 5 mittels einer Pumpe 1089 innenverdichtet und im Hauptwärmetauscher 3 verdampft (beziehungsweise - bei überkritischem Druck - pseudo-verdampft) werden.

[0042] Eine Verbesserung des Wärmeaustauschvorgangs im Hauptwärmetauscher 3 ist mittels eines Zwei-Turbinen-Verfahrens möglich, wie es in **Figur 11** dargestellt ist. Hier werden im Nachverdichter nicht nur der für die Innenverdichtung benötigte Luftstrom 1184, sondern auch zwei Luftströme 1113 und 1190/1191 weiter verdichtet, die arbeitsleistend auf etwa den Betriebsdruck der Hochdrucksäule 5 entspannt werden (Entspannungsmaschinen 1114 und 1192). Die turbinenentspannten Luftströme werden gemeinsam mit der Direktluft 2 über Leitung 1104 dem Sumpf der Hochdrucksäule 5 zugeleitet. Die Innenverdichtungsluft 1184 und die Luft 1113 für die kalte Turbine 1114 werden gemeinsam in zwei seriell geschalteten Nachverdichtern nachverdichtet, die von den Turbinen 1114, 1192 angetrieben werden.

[0043] Der Verzicht auf die Einblasung von Luft in die Niederdrucksäule 7 ermöglicht im Verfahren von **Figur 11** auch die Gewinnung von Argon mittels der gestrichelt dargestellten Verfahrensschritte. Über die Leitungen 1100 und 1101 kommuniziert eine Rohargonsäule 1102 mit der Niederdrucksäule 7. An ihrem Kopf entsteht gasförmiges Rohargon 1103, welches zu einem ersten Teil 1105 in einem Kopfkondensator 1104 kondensiert und als Rücklauf auf den Kopf der Rohargonsäule aufgegeben wird. Der Rest 1106 wird als gasförmiges Produkt abgezogen und gegebenenfalls weiterverarbeitet. Der Kopfkondensator 1104 wird mit einem Teil 1107 der unterkühlten Sumpfflüssigkeit 1131 der Zwischensäule 6 gekühlt.

[0044] In **Figur 12** wird die unterkühlte Sumpfflüssigkeit 31 der Zwischensäule 6 analog zu Figur 1 direkt in die Niederdrucksäule 7 eingedrosselt (32). Der zweite Kondensator-Verdampfer 25 wird mit einem Teil 1293/1294 der Sumpfflüssigkeit 1222 der Hochdrucksäule 5 betrieben. Der im zweiten Kondensator-Verdampfer 25 gebildete Dampf 1270 sowie der flüssig verbliebene Anteil 1271 werden an geeigneter Stelle in die Niederdrucksäule 7 eingeleitet. Ansonsten unterscheidet sich Figur 12 nicht von Figur 8. Diese Art der Kühlung des zweiten Kondensator-Verdampfers 25 kann auch bei jedem der Prozesse der Figuren 9 bis 11 angewendet werden.

[0045] Selbstverständlich sind im Rahmen der Erfindung weitere Kombinationen der spezifischen Merkmale der in den Zeichnungen dargestellten Ausführungsbeispiele möglich.

[0046] Die dargestellten Verfahren eignen sich insbesondere für die Kombination mit einem IGCC-Prozess mit Gasturbine. Die Luft 1 kann in einem eigenen Luftverdichter komprimiert und/oder ganz oder teilweise von einem mit der Gasturbine gekoppelten Verdichter abgenommen werden. Mindestens ein Teil der Produkte (Sauerstoff 44 ggf. für eine Vergasungseinheit; Stickstoff 18, 62, 35 ggf. zur Erhöhung des Massenstroms in der Gasturbine und zur Verringerung der NO_x -Bildung) wird - gegebenenfalls nach weiterer Verdichtung - dem IGCC-Prozess zugeführt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Tieftemperatur-Zerlegung von Luft in einem Drei-Säulen-System, das eine Hochdrucksäule (5), eine Niederdrucksäule (7) und eine Zwischensäule (6) aufweist, wobei bei dem Verfahren

- (a) Einsatzluft (1, 2, 4, 1080, 1083, 1084, 1085, 1104, 1113, 1183, 1184, 1190, 1191) in die Hochdrucksäule (5) eingeleitet und dort in eine erste sauerstoffangereicherte Flüssigkeit und eine erste Stickstoff-Fraktion (16) getrennt wird,
- (b) mindestens ein Teil (19) der ersten Stickstoff-Fraktion (16) in einem ersten Kondensator-Verdampfer (8) zu einer ersten Flüssigstickstoff-Fraktion (20) kondensiert wird,
- (c) eine erste sauerstoffangereicherte Fraktion (22) aus der Hochdrucksäule (5) in die Zwischensäule (6) ein-

geleitet und dort in eine zweite sauerstoffangereicherte Flüssigkeit und eine zweite Stickstoff-Fraktion (24) getrennt wird,

(d) mindestens ein Teil der zweiten Stickstoff-Fraktion (24) in einem zweiten Kondensator-Verdampfer (25) zu einer zweiten Flüssigstickstoff-Fraktion (26) kondensiert und als Rücklauf auf eine der Säulen des Drei-Säulen-Systems aufgegeben und/oder als Flüssigprodukt (64) gewonnen wird und bei dem

(e) mindestens eine zweite sauerstoffangereicherte Fraktion (29, 31, 870, 871, 1270, 1271) aus der Hochdrucksäule oder aus der Zwischensäule (6) in die Niederdrucksäule (7) eingeleitet und dort in eine dritte sauerstoffangereicherte Flüssigkeit und eine dritte Stickstoff-Fraktion getrennt wird,

dadurch gekennzeichnet, dass flüssiger Rücklauf-Stickstoff (54, 60, 860), der nicht in dem zweiten Kondensator-Verdampfer (25) gebildet worden ist, in die Zwischensäule (6) eingeleitet wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** mindestens ein Teil (60) des flüssigen Rücklauf-Stickstoffs für die Zwischensäule durch mindestens einen Teil der ersten Flüssigstickstoff-Fraktion (20, 21) gebildet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** kein Teil oder kein wesentlicher Teil der in dem zweiten Kondensator-Verdampfer (25) gebildeten zweiten Flüssigstickstoff-Fraktion (26) in die Zwischensäule (6) eingeleitet wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** mindestens ein Teil der zweiten Flüssigstickstoff-Fraktion (26) mittels statischen Drucks in die Niederdrucksäule (7) eingeführt wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Niederdrucksäule (7) eine Flüssigfraktion (36, 38, 39) entnommen und in dem zweiten Kondensator-Verdampfer (25) verdampft wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** die zweite sauerstoffangereicherte Flüssigkeit mittels eines dritten Kondensator-Verdampfers (28) aufgeköcht wird.

7. Verfahren nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** der dritte Kondensator-Verdampfer mittels gasförmigen Stickstoffs (49, 449, 549) beheizt wird, der insbesondere in einem Kreislaufverdichter (46, 346, 446) verdichtet worden ist.

8. Verfahren nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** im dritten Kondensator-Verdampfer verflüssigter Stickstoff (50, 54) als flüssiger Rücklauf-Stickstoff in die Zwischensäule (6) eingeleitet wird.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Zwischensäule (6) unter einem Druck betrieben wird, der höher als der Betriebsdruck der Hochdrucksäule (5) ist.

10. Vorrichtung zur Tieftemperatur-Zerlegung von Luft mit einem Drei-Säulen-System, das eine Hochdrucksäule (5), eine Niederdrucksäule (7) und eine Zwischensäule (6) aufweist, und mit

(a) einer Einsatzluft-Leitung (1, 2, 4, 1080, 1083, 1084, 1085, 1104, 1113, 1183, 1184, 1190, 1191), die in die Hochdrucksäule (5) führt,

(b) einem ersten Kondensator-Verdampfer (8) zur Kondensation mindestens eines Teils (19) einer ersten Stickstoff-Fraktion (16) aus der Hochdrucksäule (5) zu einer ersten Flüssigstickstoff-Fraktion (20),

(c) einer Leitung (22) zur Einführung einer ersten sauerstoffangereicherten Fraktion aus der Hochdrucksäule (5) in die Zwischensäule (6),

(d) einem zweiten Kondensator-Verdampfer (25) zur Kondensation mindestens eines Teils einer zweiten Stickstoff-Fraktion (24) aus der Zwischensäule (6) zu einer zweiten Flüssigstickstoff-Fraktion (26), dessen Verflüssigungsraum über eine Rücklaufleitung mit einer der Säulen des Drei-Säulen-Systems oder mit einer Flüssigproduktleitung (64) verbunden ist, und mit

(e) einer Einsatzleitung (29, 31, 870, 871, 1270, 1271) zur Einführung einer zweiten sauerstoffangereicherten Fraktion aus der Hochdrucksäule oder aus der Zwischensäule (6) in die Niederdrucksäule (7),

gekennzeichnet durch eine Flüssigleitung (54, 60, 860) zur Einführung flüssigen Rücklauf-Stickstoffs in die Zwischensäule (6), die nicht in Strömungsverbindung mit dem Verflüssigungsraum des zweiten Kondensator-Verdampfers (25) steht.

11. Vorrichtung nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** der zweite Kondensator-Verdampfer (25) auf einem höheren geodätischen Niveau als der Kopf der Niederdrucksäule (7) angeordnet ist.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

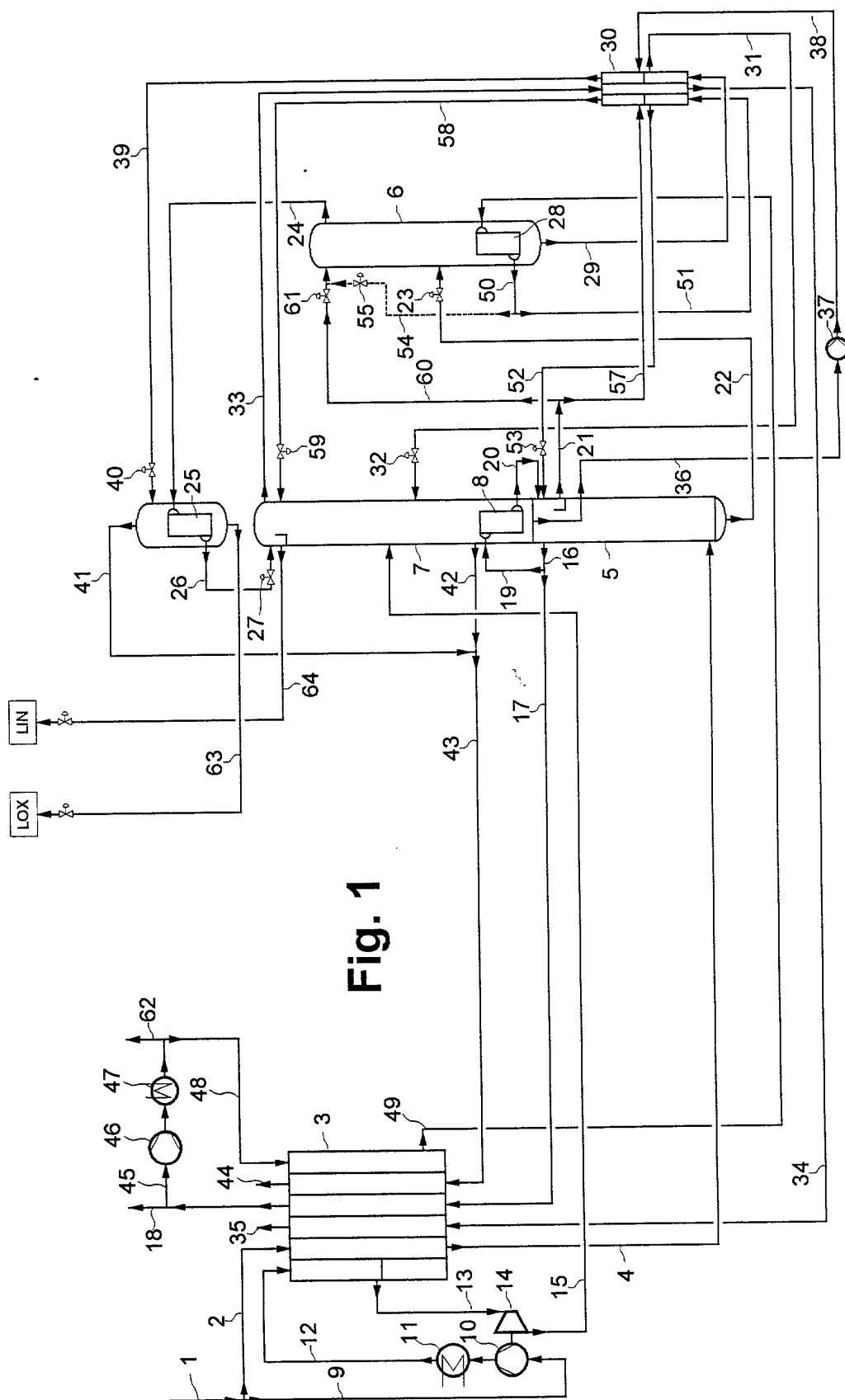


Fig. 1

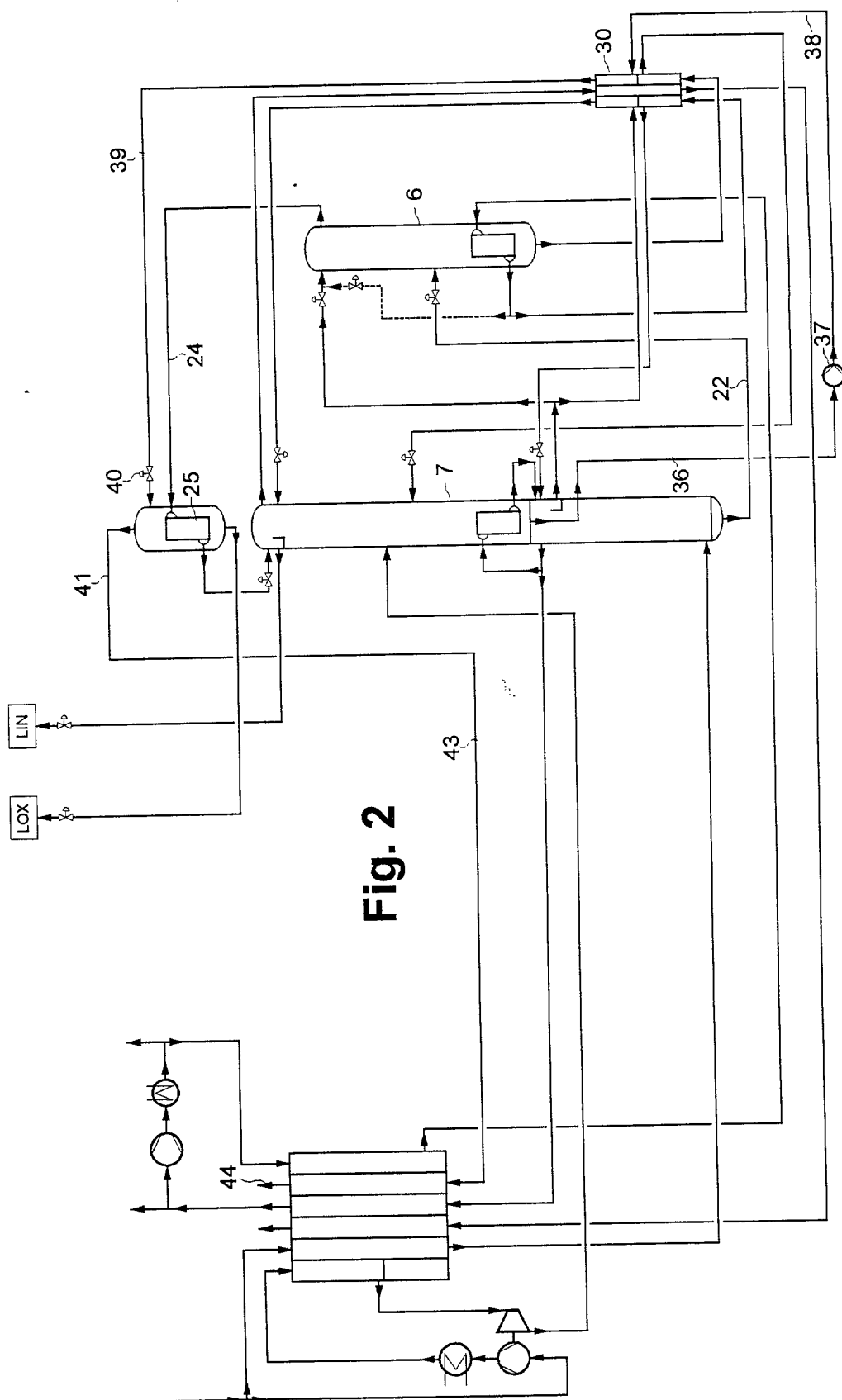
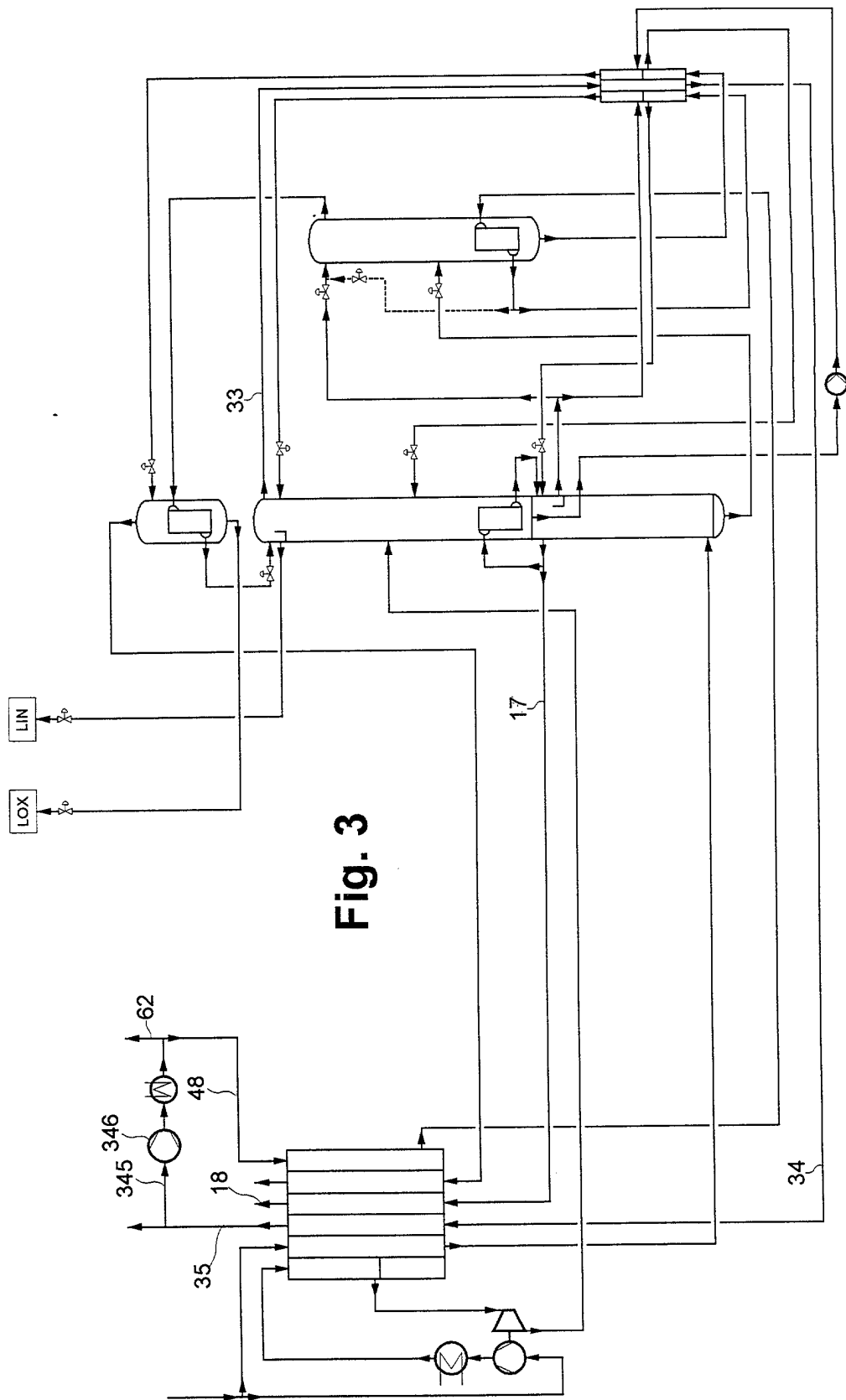


Fig. 2



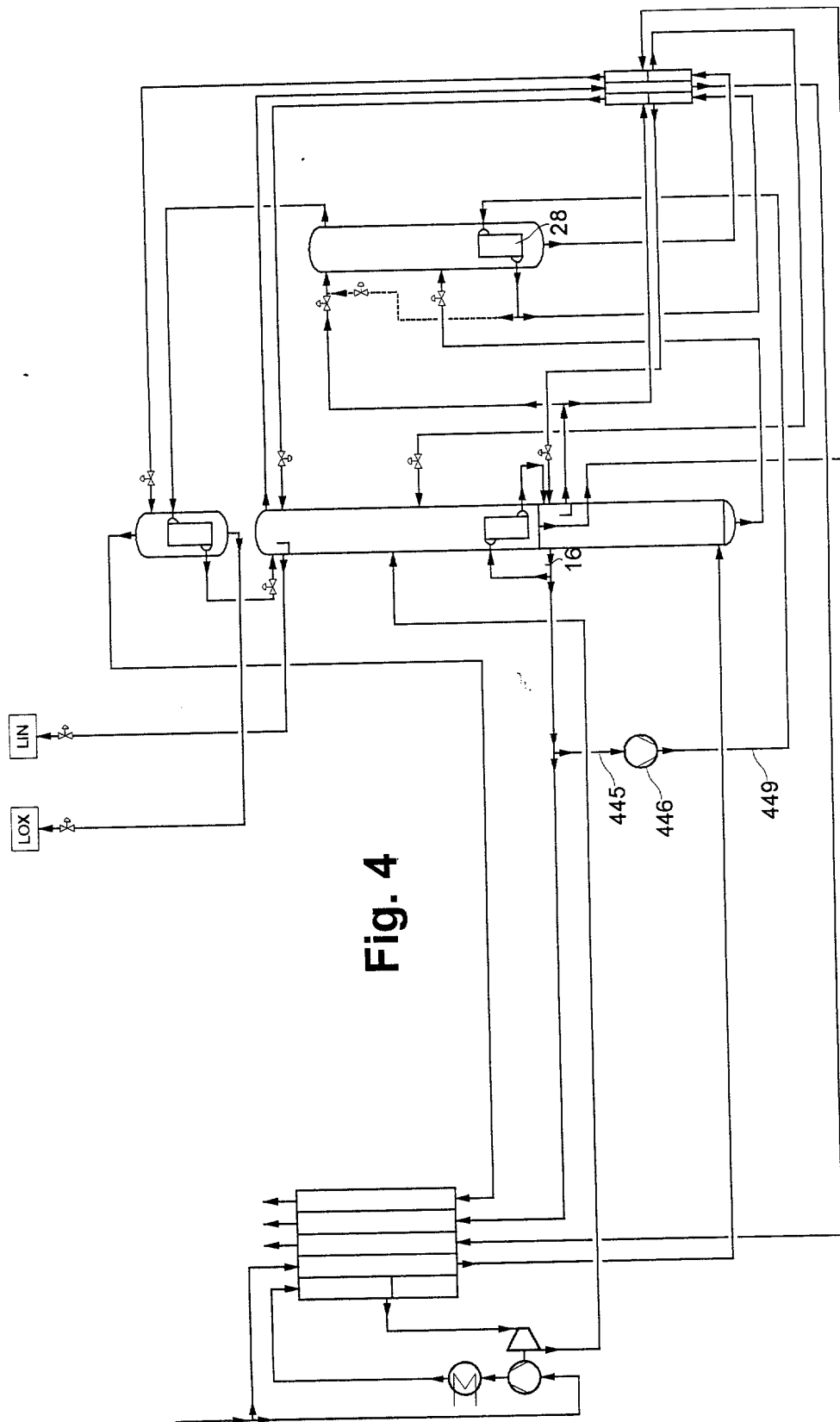


Fig. 4

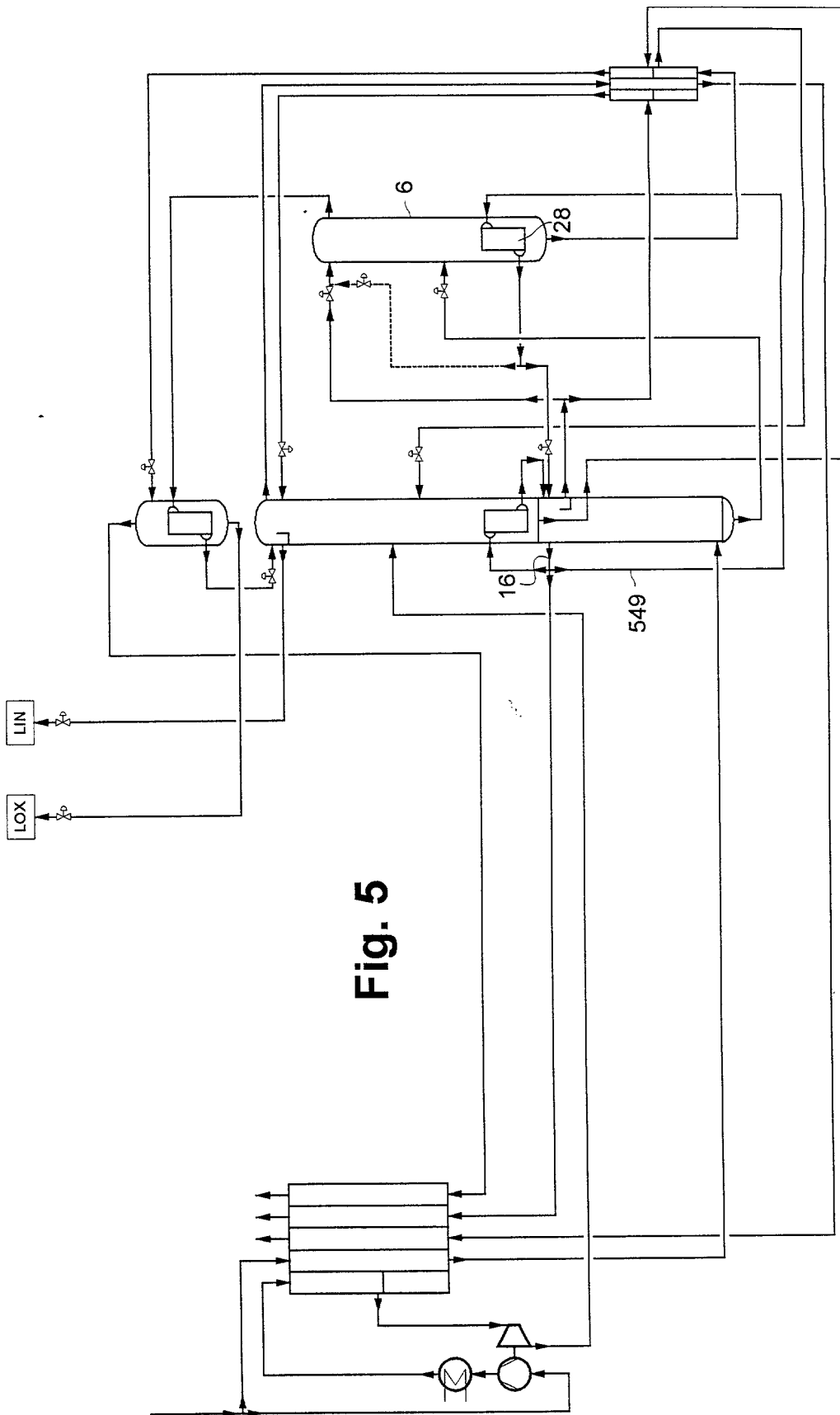


Fig. 5

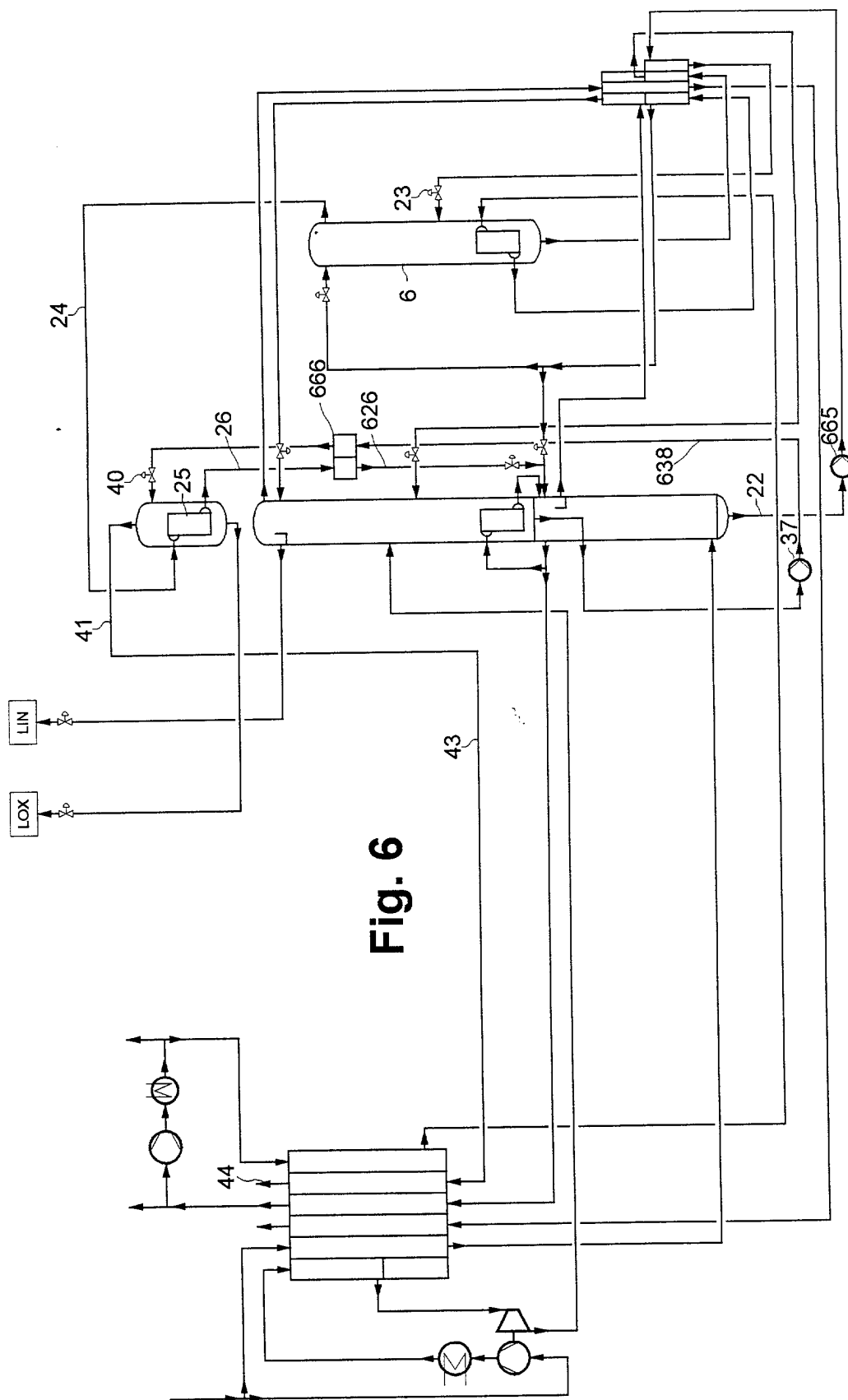


Fig. 6

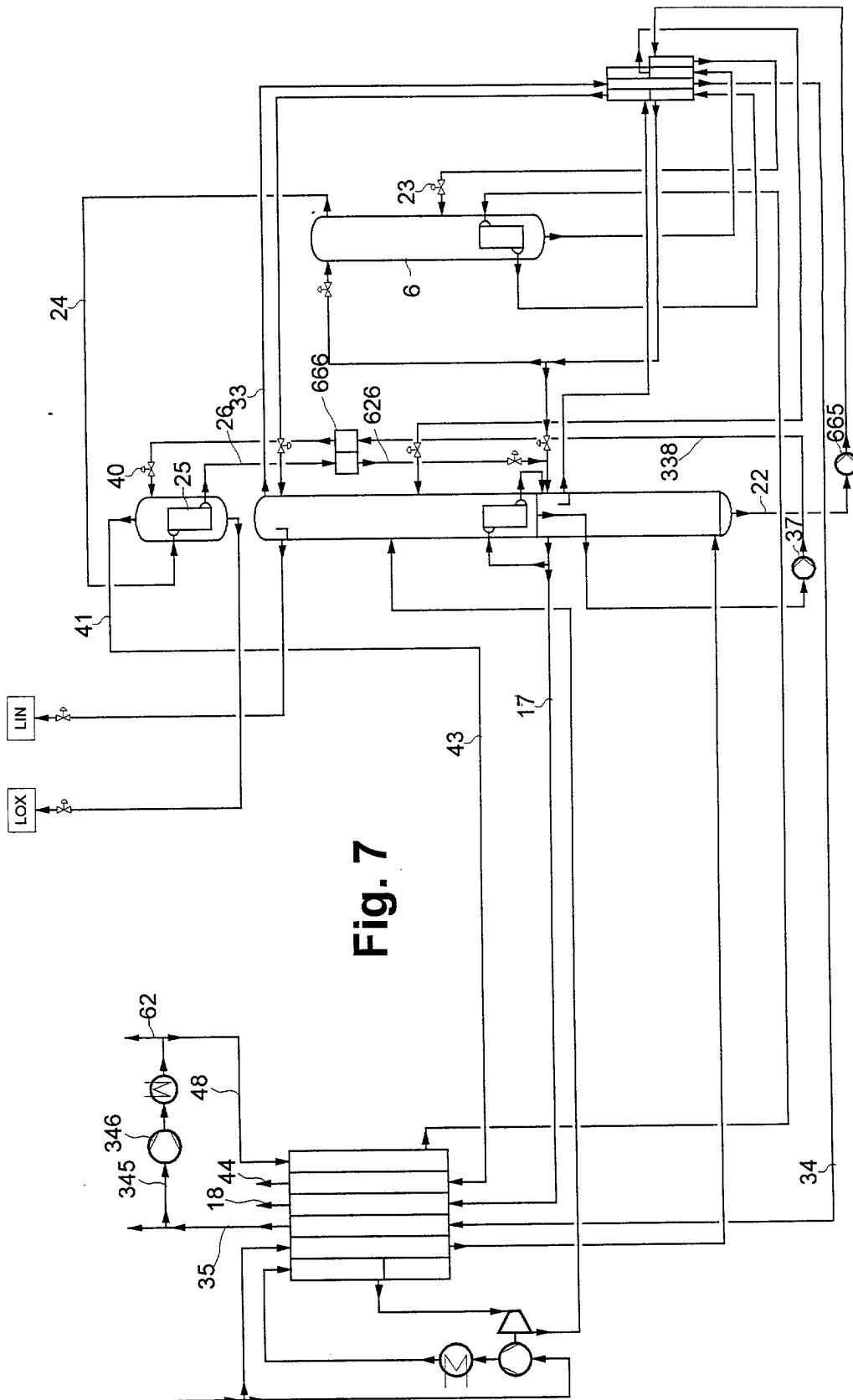


Fig. 7

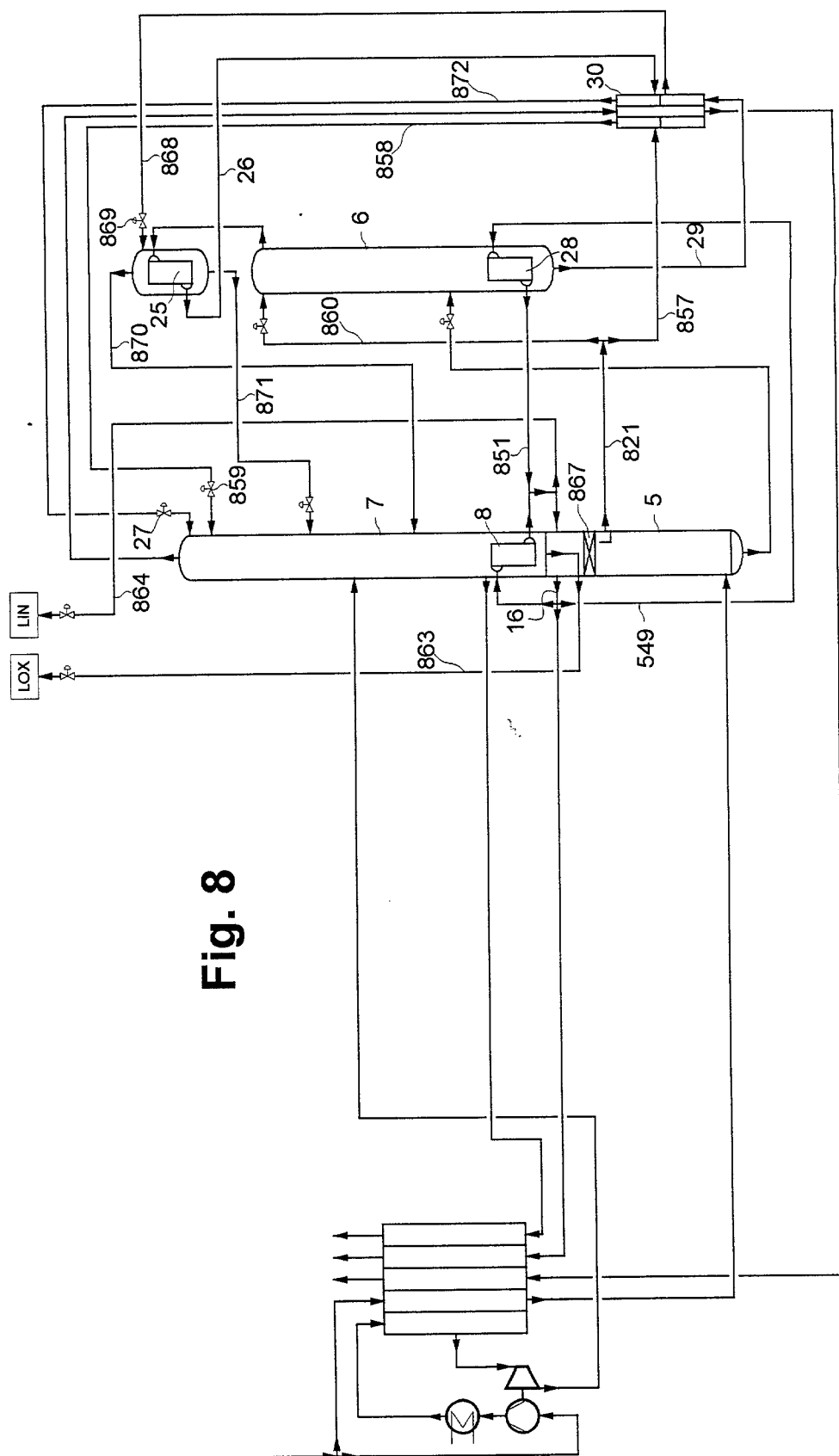


Fig. 8

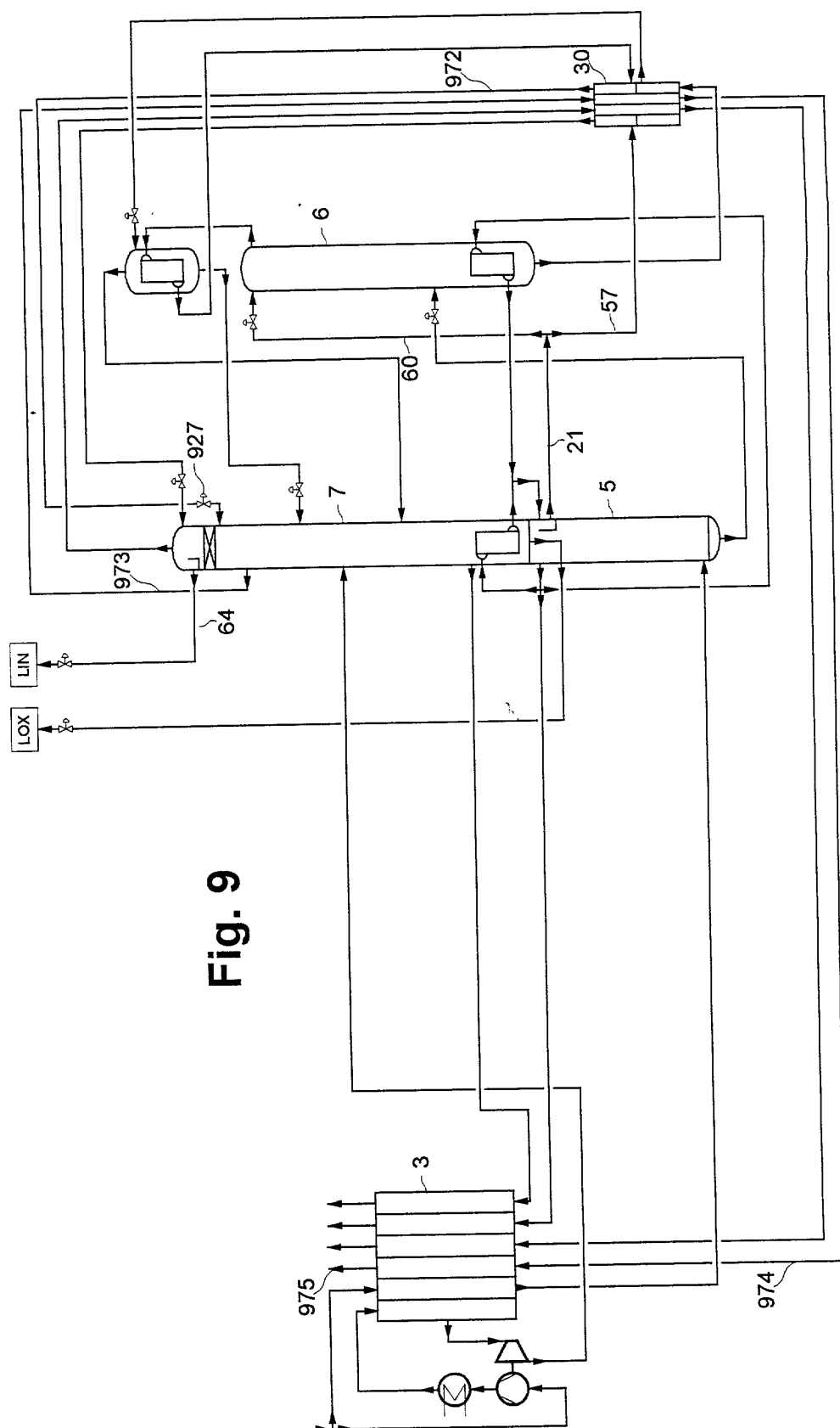
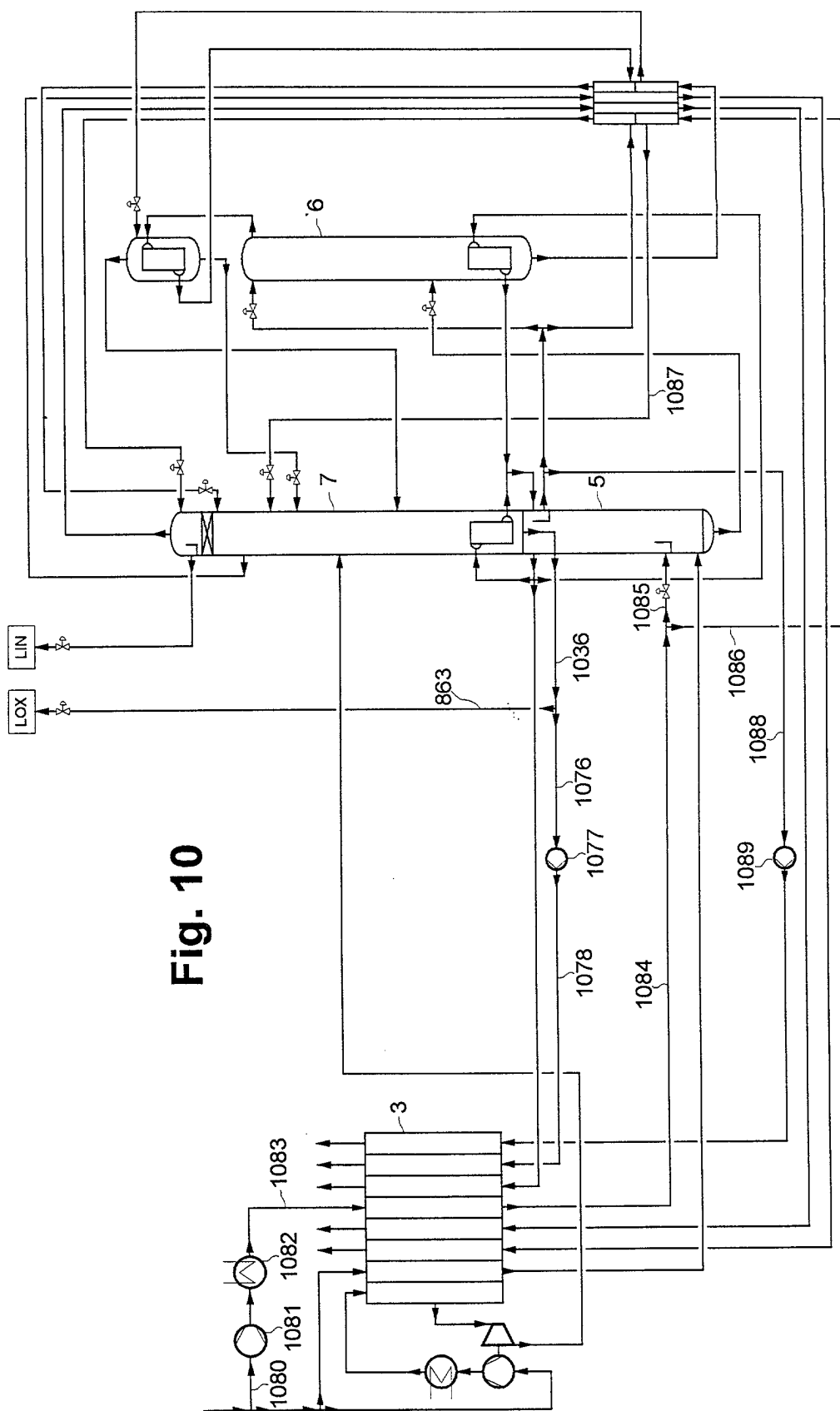


Fig. 9



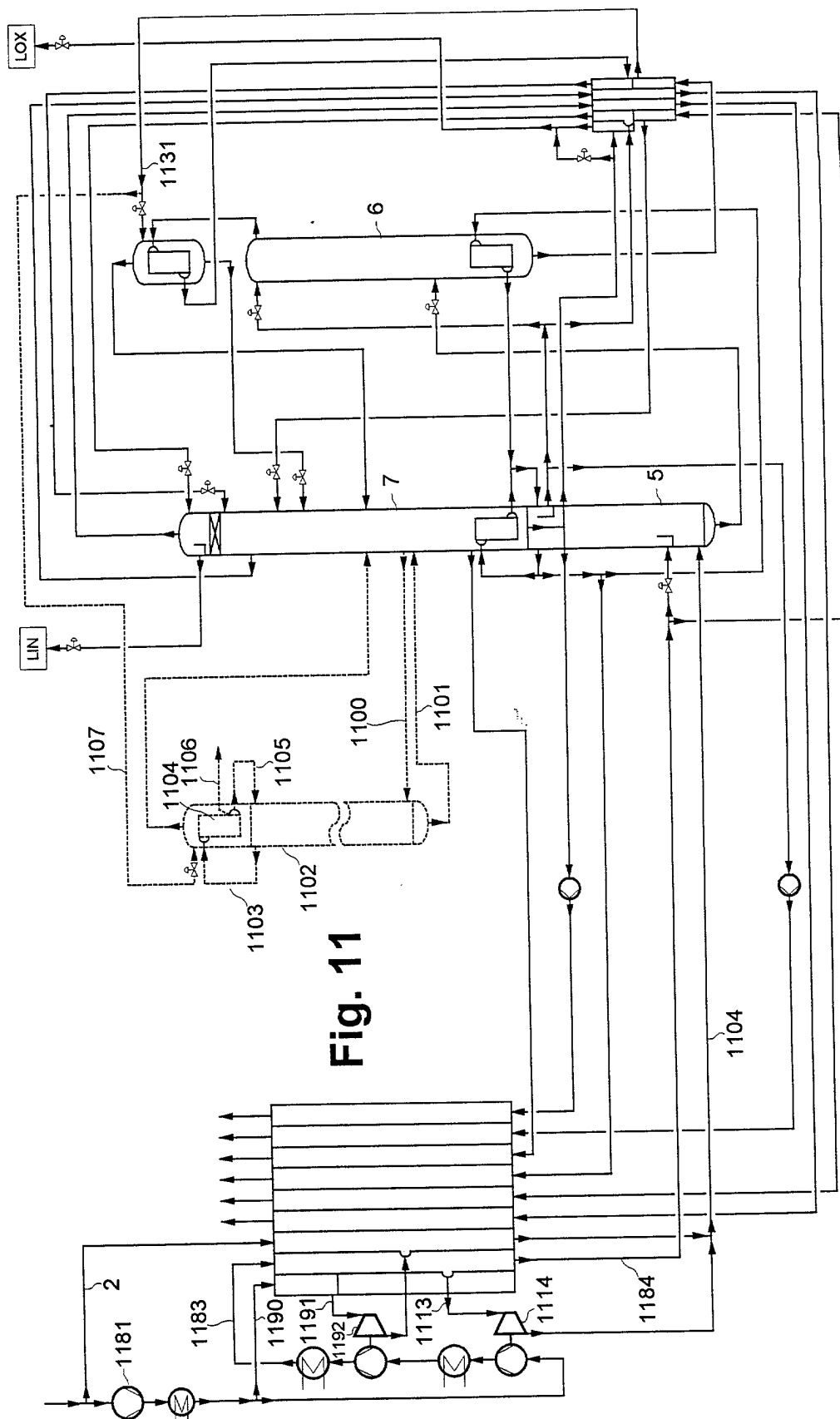


Fig. 11

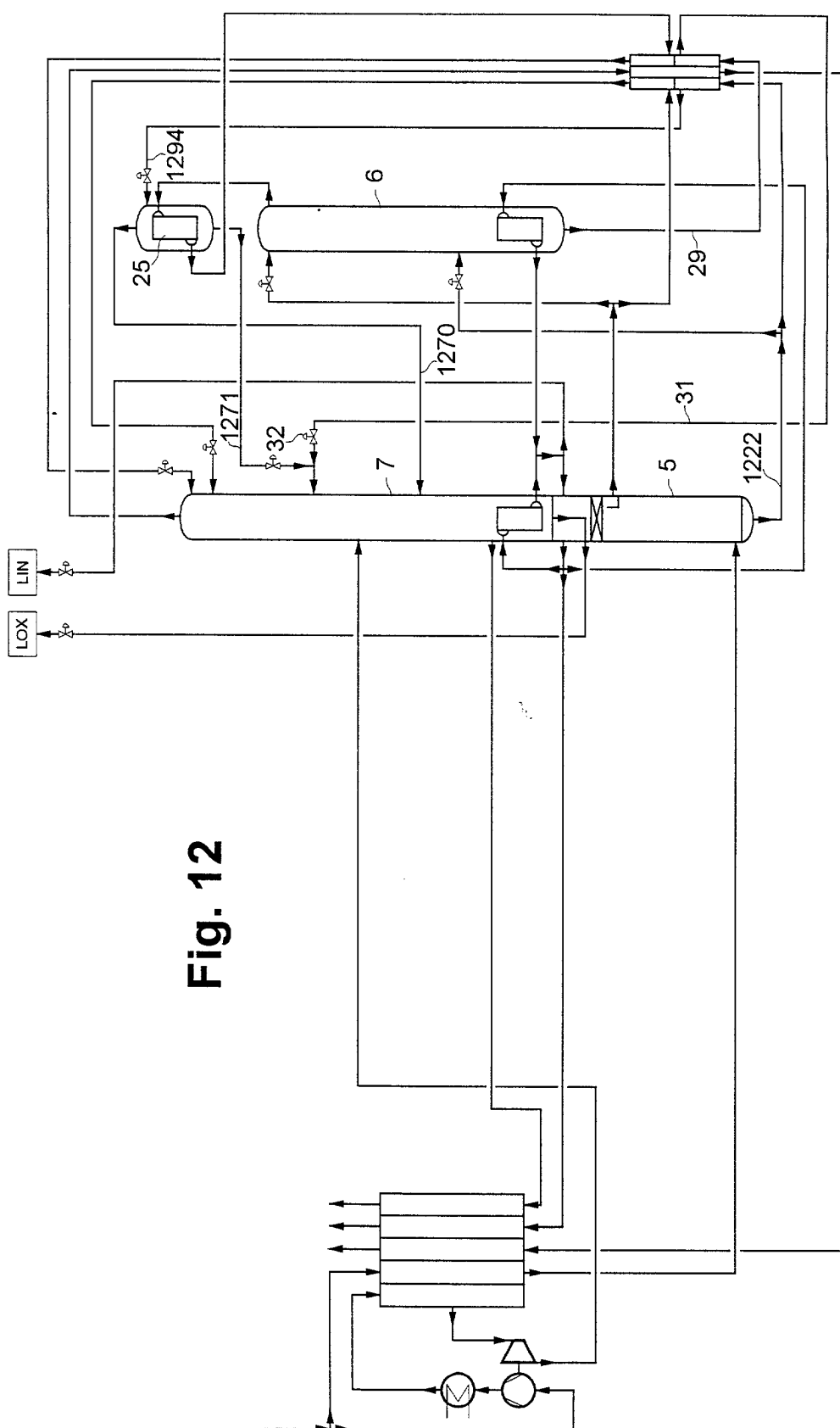


Fig. 12



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 01 10 8213

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X	US 5 341 646 A (LANGSTON JEFFREY S ET AL) 30. August 1994 (1994-08-30) * Abbildung 1 *	1,2,6,7,10	F25J3/04
X	US 3 269 131 A (RUDOLF BECKER) 30. August 1966 (1966-08-30) * Spalte 7, Zeile 67 - Spalte 8, Zeile 22; Ansprüche; Abbildung 5 *	1-3,5,10	
X	EP 0 577 349 A (BOC GROUP PLC) 5. Januar 1994 (1994-01-05) * Seite 5, Zeile 26-28; Abbildung 1 * * Seite 6, Zeile 2-7 * * Seite 6, Zeile 21-24 * * Seite 6, Zeile 48-50 *	1-3,8,10	
X	US 5 730 004 A (VOIT JUERGEN) 24. März 1998 (1998-03-24) * Spalte 5, Zeile 1-3; Abbildungen *	1,2,10	
X	EP 0 949 471 A (LINDE AG) 13. Oktober 1999 (1999-10-13) * Seite 4, Absatz 27; Abbildungen *	1,2	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
A	"INTERMEDIATE PRESSURE COLUMN IN AIR SEPARATION" RESEARCH DISCLOSURE, KENNETH MASON PUBLICATIONS, HAMPSHIRE, GB, Nr. 425, September 1999 (1999-09), Seiten 1185-1186, XP000889172 ISSN: 0374-4353		F25J
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 5. Oktober 2001	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 : 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	

EP FORM 1503 03 82 (P4/03)

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

EP 01 10 8213

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.

05-10-2001

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 5341646 A	30-08-1994	CA 2111618 A1	16-01-1995
		EP 0634617 A1	18-01-1995
		JP 2758355 B2	28-05-1998
		JP 7035471 A	07-02-1995
US 3269131 A	30-08-1966	BE 560818 A	
		CH 367525 A	28-02-1963
		FR 1184308 A	20-07-1959
		GB 856683 A	21-12-1960
		NL 110792 C	
		NL 221114 A	
		US 3208231 A	28-09-1965
		US 3057168 A	09-10-1962
EP 0577349 A	05-01-1994	US 5331818 A	26-07-1994
		AT 169393 T	15-08-1998
		AU 4158493 A	06-01-1994
		CA 2099321 A1	30-12-1993
		DE 69320116 D1	10-09-1998
		DE 69320116 T2	24-12-1998
		EP 0577349 A1	05-01-1994
		JP 6094361 A	05-04-1994
		ZA 9304520 A	27-01-1994
US 5730004 A	24-03-1998	DE 19537913 A1	17-04-1997
		DE 59607348 D1	30-08-2001
		EP 0768503 A2	16-04-1997
EP 0949471 A	13-10-1999	DE 19815885 A1	14-10-1999
		EP 0949471 A1	13-10-1999
		PL 332409 A1	11-10-1999
		US 6185960 B1	13-02-2001

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