

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 314 941 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:

28.05.2003 Patentblatt 2003/22(51) Int Cl.7: **F25J 3/04**(21) Anmeldenummer: **02025985.9**(22) Anmeldetag: **21.11.2002**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
IE IT LI LU MC NL PT SE SK TR**

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO SI(30) Priorität: **23.11.2001 DE 10157544**(71) Anmelder: **Messer AGS GmbH
63457 Hanau (DE)**

(72) Erfinder:

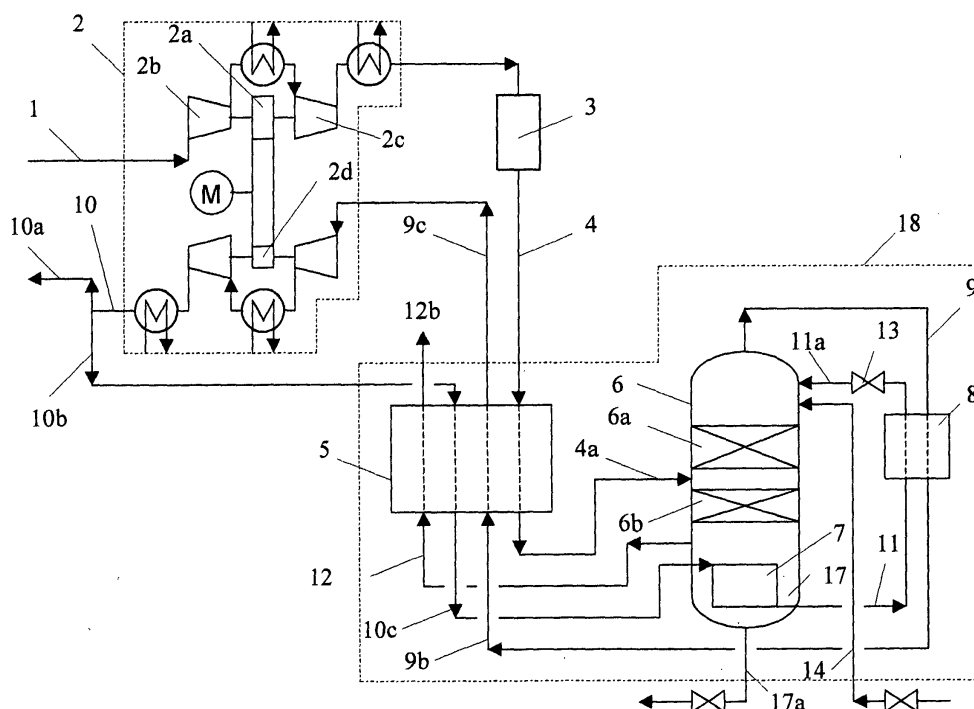
- **Krey, Joachim, Dr.**
47829 Krefeld (DE)

- **Möller, Thorsten**
41464 Neuss (DE)

(74) Vertreter: **Pachurka, Heinz
Messer Griesheim GmbH
Fritz-Klatte-Str.6
65933 Frankfurt (DE)**(54) **Verfahren und Vorrichtung zur Erzeugung von Stickstoff aus Luft**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Erzeugung von Stickstoff aus Luft, bei dem die zu rektifizierende Luft (1) verdichtet (2b,2c), gereinigt (3) und abgekühlt (5) in einer mit herkömmlichen Rektifiziereinrichtungen (6a,b) und einem Sumpfverdampfer (7) ausgerüsteten Rektifiziersäule (6) in eine sauerstoffangereicherte Sumpflüssigkeit (17) und in

dampfförmiges sauerstoffarmes Stickstoffprodukt (9) zerlegt wird. Durch die erfindungsgemäße Kopplung von Nachverdichtung (2) - zumindest einer Teilmenge - der aus der Rektifiziersäule (6) abgezogenen Produktströme (9,12) und Erzeugung von Rücklauf (11a) durch den Sumpfverdampfung (7) wird eine höhere Stickstoffausbeute um bis zu 50 Prozent und eine Energieeinsparung von mehr als 20 Prozent möglich.

**Figur 1****EP 1 314 941 A2**

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Erzeugung von Stickstoff aus Luft.

[0002] Bei den bekannten Verfahren zur Stickstofferzeugung aus Luft wird die zu rektifizierende Luft auf ein Druckniveau von ca. 1 bar oberhalb des gewünschten Druckes des Stickstoffproduktes verdichtet und in einer nachfolgenden Reinigung von störenden Inhaltsstoffen, wie Wasserdampf, Kohlendioxid und Kohlenwasserstoffen, gereinigt.

[0003] Die so vorbehandelte Luft wird anschließend in einem Hauptwärmetauscher im Gegenstrom mit aus der Rektifiziersäule und dem Kondensator abgezogenen Produktströmen auf eine Temperatur im Bereich des Taupunktes der Luft abgekühlt.

[0004] Anschließend wird die abgekühlte überwiegend dampfförmige Luft in eine Rektifiziersäule eingespeist und im Gegenstromverfahren mittels Rektifiziereinrichtungen in Form von konventionellen Siebböden und/oder geordneten Packungen und/oder Füllkörpern, in ein sauerstoffreiches flüssiges Sumpfprodukt und in ein dampfförmiges sauerstoffarmes Kopfprodukt zerlegt.

[0005] Eine Teilmenge des dampfförmigen sauerstoffarmen Kopfproduktes der Rektifiziersäule wird als Stickstoffprodukt abgezogen.

[0006] Die sauerstoffangereicherte Sumpfflüssigkeit der Rektifiziersäule wird als Kühlmedium in den Kondensator der Rektifiziersäule eingespeist und durch im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmeaustausch mit der Restmenge des dampfförmigen sauerstoffarmen Kopfproduktes der Rektifiziersäule verdampft.

[0007] Das kondensierte Kopfprodukt wird als Rücklauf wieder der Rektifiziersäule zugeführt.

[0008] Je nach Stickstoffmenge, -druck und gewünschter Flüssigproduktmenge wird der Kältebedarf der Rektifikation durch Einspeisen von flüssigem Stickstoff und/oder durch das arbeitsleistende Entspannen von angewärmten dampfförmigen Kondensatorprodukt gedeckt.

[0009] Bei der bekannten Stickstofferzeugung aus Luft wird in der Regel nur ein Verdichter zur Erzeugung von Stickstoff eingesetzt, wodurch jedoch der Betriebsdruck der Rektifikation und damit deren Effektivität von dem gewünschten Stickstoffdruck abhängig ist.

[0010] Der wesentliche Nachteil dieser herkömmlichen Erzeugung von Stickstoff aus Luft ist, dass mit steigendem Stickstoffdruck sich die zur Erzeugung einer bestimmten Menge an Stickstoff benötigte Luftmenge deutlich erhöht.

[0011] Ein weiterer wesentlicher Nachteil der bekannten Stickstofferzeugung aus Luft besteht darin, daß bei einer aus Kostengründen in der Regel nur einstufig erfolgenden Rektifikation keine weitere Auftrennung der sauerstoffreichen Sumpfflüssigkeit möglich ist und somit ein beträchtlicher Teil des in der Luft vorhandenen Stickstoffes mit dem Sumpfprodukt verloren geht.

[0012] Der Erfindung liegt deshalb die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Erzeugung von Stickstoff aus Luft zur Verfügung zu stellen, welche eine höhere Ausbeute an Stickstoff bei verringertem Energieaufwand ermöglicht.

[0013] Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Tieftemperaturzerlegung von Luft mit den Merkmalen von Anspruch 1 und 2 sowie 9 und 10 gelöst.

[0014] Erfindungsgemäß wird die Luft in einem Getriebeturboverdichter auf dessen ersten Ritzel in zwei Stufen auf einen Druck von ca. 3 bis 5 bar verdichtet und anschließend von ihnen die Abkühlung bzw. die Rektifikation störenden Inhaltsstoffen, wie Wasserdampf, Kohlendioxid und Kohlenwasserstoffen, gereinigt.

[0015] Die verdichtete und vorgereinigte Luft wird in einem Hauptwärmetauscher durch im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmetausch mit gasförmigen Produkten aus der Rektifiziersäule bis in den Bereich des Taupunktes abgekühlt und in den Bereich der Rektifiziereinrichtungen der Rektifiziersäule eingespeist sowie in bekannter Weise in eine sauerstoffreiche Sumpfflüssigkeit und ein sauerstoffarmes dampfförmiges Stickstoffprodukt zerlegt.

[0016] Das aus der Rektifiziersäule vor Kopf abgezogene sauerstoffarme dampfförmige Stickstoffprodukt wird zunächst im Gegenstrom mit Rücklauf Flüssigkeit aus dem Sumpf der Rektifiziersäule bis in den Bereich des Taupunktes der Luft vorgewärmt und anschließend im Hauptwärmetauscher durch im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmeaustausch mit der verdichteten gereinigten Luft und einer verdichteten Teilmenge des sauerstoffarmen Stickstoffproduktes bis in den Bereich der Umgebungstemperatur erwärmt.

[0017] Anschließend wird das derart vorbehandelte Stickstoffprodukt auf mindestens einem weiteren Ritzel des Getriebeturboverdichters auf einen Produktdruck von über 6 bar, bevorzugt auf einen Druck von 5 bis 20 bar, verdichtet und eine Teilmenge als gasförmiges sauerstoffarmes Stickstoffprodukt aus dem Verfahren abgezogen.

[0018] Die nicht aus dem Verfahren abgezogene Menge an verdichteten Stickstoffprodukt wird im Hauptwärmetauscher zusammen mit der vorbehandelten Luft durch im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmetausch mit den kalten dampfförmigen Produkten aus der Rektifiziersäule auf eine Temperatur im Bereich des Taupunktes von Luft abgekühlt und in den Sumpfverdampfer der Rektifiziersäule zurückgespeist sowie durch indirekten Wärmetausch mit dabei verdampfender Sumpfflüssigkeit der Rektifiziersäule verflüssigt.

[0019] Der aus dem Sumpfverdampfer der Rektifiziersäule abgezogene flüssige Stickstoff wird durch im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmetausch mit dampfförmigen Stickstoffprodukt der Rektifiziersäule unterkühlt, auf den Be-

triebsdruck der Rektifiziersäule entspannt und direkt als Rücklaufflüssigkeit in die Rektifiziersäule eingespeist oder zunächst in einen Vorlagebehälter hinein entspannt, aus dem anschließend mindestens eine Teilmenge der Flüssigkeit als Rücklaufflüssigkeit in die Rektifiziersäule eingespeist und gegebenenfalls eine weitere Teilmenge als flüssiges Stickstoffprodukt aus der Rektifikation abgezogen wird.

[0020] Die für den Prozess benötigte Menge an Spülflüssigkeit wird aus der Sumpfflüssigkeit der Rektifiziersäule abgezogen.

[0021] Eine Teilmenge der im Sumpfverdampfer der Rektifiziersäule verdampften Flüssigkeit wird als dampfförmiges sauerstoffreiches Stickstoffprodukt mit einem Sauerstoffgehalt von 35 bis 80% aus der Rektifiziersäule abgezogen, anschließend im Hauptwärmetauscher um ca. 10 bis 60 Kelvin angewärmt und zur Deckung des Kältebedarfs der Rektifikation in einer arbeitsleistenden Entspannungseinrichtung (Expansionsturbine) auf einen Druck von ca. 1,3 bar entspannt.

[0022] Der entspannte sauerstoffreiche Produktstrom wird im Hauptwärmetauscher durch indirekten Wärmetausch mit der verdichteten und gereinigten Luft und dem nachverdichteten Stickstoff auf den Temperaturbereich der Umgebung der Rektifikation erwärmt und zumindest teilweise zur Regeneration der Luftreinigungseinrichtung eingesetzt.

[0023] Alternativ kann das aus der Rektifiziersäule abgezogene dampfförmige sauerstoffreiche Stickstoffprodukt auch ohne arbeitsleistende Entspannung direkt im Hauptwärmetauscher durch indirekten Wärmetausch mit der verdichteten und gereinigten Luft und dem, ggf. auch separat von der Luft verdichteten Stickstoff auf den Temperaturbereich der Umgebung angewärmt und der Kältebedarf der Anlage durch Einspeisung eines flüssigen aus Sauerstoff, Stickstoff und Argon bestehenden Gemisches, bevorzugt jedoch durch Einspeisung von flüssigem Stickstoff, in die Rektifiziersäule gedeckt werden.

[0024] Die verbleibende Menge an von aus dem Sumpfverdampfer in der Rektifiziersäule aufsteigenden sauerstoffreichen Dampfstrom wird im Gegenstrom mit Rücklaufflüssigkeit aus der oberhalb des Sumpfes zwischen den Rektifiziereinrichtungen eingespeisten, vorgereinigten und abgekühlten Luft zerlegt.

[0025] Der bei der herkömmlichen Stickstoffherzeugung aus Luft, bei welcher die zu zerlegende Luft unterhalb der Rektifiziereinrichtungen in die Rektifiziersäule eingespeist wird, erzielbare Sauerstoffgehalt des aus der Rektifiziersäule abgezogenen sauerstoffreichen Produkts, ist vor allem von dem Betriebsdruck der Rektifiziersäule abhängig und liegt bei Betriebsdrücken zwischen 5 und 12 bar in der Regel zwischen 40 Vol.-% und 30 Vol.-%.

[0026] Der Vorteil der erfindungsgemäßen Erzeugung von Stickstoff aus Luft liegt insbesondere darin, dass auch bei Einsatz nur eines Verdichters der Betriebsdruck der Rektifiziersäule in der Regel um mehr als die Hälfte unterhalb des gewünschten Drucks des Stickstoffprodukts liegt.

[0027] Ein zweiter wesentlicher Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens gegenüber den oben beschriebenen herkömmlichen Verfahren besteht darin, dass zudem unterhalb der Einspeisestelle der Luft in die Rektifiziersäule Dampfmen gen in der Größenordnung von mehr als einem Drittel der eingesetzten Luftmenge erzeugt werden, die eine weitere Auftrennung der von der Einspeisestelle herabströmenden Rücklaufflüssigkeit ermöglichen. In dem aus der Rektifiziersäule abgezogenen sauerstoffreichen Produkt befindet sich somit deutlich weniger Stickstoff als bei herkömmlichen Anlagen.

[0028] Nachfolgend ist die spezifische isotherme Leistungsaufnahme von einem erfindungsgemäßen und einem bezüglich der Produkt-Reinheit, der Trennstufen-Anzahl in der Rektifikationssäule und der zum Wärmetausch eingesetzten Flächen vergleichbaren herkömmlichen Verfahrens tabellarisch dargestellt:

Stickstoff- Druck	Kolonnendruck	Sauerstoff gehalt im Restgas	Flüssig- produktion	Spezifische isotherme Leistungsaufnahme	
				erfindungsgemäßes Verfahren	Typische Werte für herkömmliches Verfahren
Bara	Bara	% O ₂	%	kWh/Nm ³	kWh/Nm ³
7	3,0	50	0	0,128	0,145
8,5	3,5	55	1,0	0,130	0,167
11	4,0	60	1,5	0,143	0,211

[0029] In beiden Verfahren wird der Kältebedarf durch arbeitsleistende Entspannung des sauerstoffreichen gasförmigen Produktes gedeckt.

[0030] Die in der Tabelle enthaltenen Angaben für die herkömmliche Erzeugung von Stickstoff aus Luft sind Erfah-

rungswerte aus der Anlagenpraxis.

[0031] Die in der vorstehenden Tabelle für die erfindungsgemäße Erzeugung von Stickstoff aus Luft ausgewiesenen Werte sind Ergebnisse von praxisrelevanten Simulationen.

[0032] Für die tabellarischen spezifischen Leistungsaufnahmen der beiden Verfahren wird eine ideal isotherme Verdichtung, d.h. einen isothermen Wirkungsgrad der Verdichtung von 1, angenommen.

[0033] Die in herkömmlichen Anlagen zur Erzeugung von Stickstoff, bei denen die zu zerlegende Luft unterhalb der Rektifiziereinrichtungen in die Rektifizierkolonne eingespeist wird, erzielbaren Sauerstoffgehalte des abgezogenen sauerstoffreichen Produkts hängen vor allem vom Betriebsdruck der Rektifiziersäule ab und liegen bei Stickstoffproduktdrücken zwischen 5 und 12 bar typischerweise bei Werten zwischen 30% und 40%.

[0034] Wie aus der vorstehenden Tabelle zu entnehmen ist, lassen sich mit dem erfindungsgemäßen Verfahren deutlich höhere Restsauerstoffgehalte erreichen, mit der Folge, dass die zur Erzeugung des Stickstoffprodukts benötigte Luftmenge gesenkt werden kann.

[0035] Darüber hinaus ermöglicht der niedrige Betriebsdruck der Rektifiziersäule eine deutlich effektivere Trennung als das herkömmliche Verfahren, so daß je nach gewünschten Stickstoffdruck und -menge Energieeinsparungen zwischen ca. 10 Prozent bis über 30% Prozent zu realisieren sind.

[0036] Erfindungsgemäß kann ausgehend vom der geforderten Stickstoffproduktmenge und dem benötigten Produktdruck der Betriebsdruck der Rektifikationssäule so gewählt werden, dass die im Sumpf der Rektifikationssäule verdampfende Flüssigkeit ca. 1,5 bis 3 Kelvin kälter ist als der Taupunkt des Stickstoffes bei dem gewünschten Produktdruck.

[0037] Aus der gewünschten Stickstoffausbeute ergibt sich die Sauerstoffkonzentration des abgezogenen sauerstoffreichen Produkts und daraus die Sauerstoffkonzentration der Flüssigkeit im Sumpf der Rektifikationssäule.

[0038] Wird eine hohe Stickstoffausbeute angestrebt, so fällt weniger sauerstoffarmes Produkt an, welches dafür mehr Sauerstoff enthält und bei einer höher Temperatur siedet.

[0039] Aus der Siedetemperatur und der Sauerstoffkonzentration im Sumpf der Rektifikationssäule läßt sich der benötigte Betriebsdruck der Rektifikationssäule und damit der benötigte Luftdruck am Getriebeturboverdichter einfach bestimmen.

[0040] Aus der zu erzeugende Stickstoffmenge/-ausbeute ergibt sich die zur Kälteerzeugung in einer Expansionsturbine maximal zur Verfügung stehende Menge an sauerstoffreichem Produkt aus der in Verbindung mit den Temperaturprofilen am Wärmetauscher die mit arbeitsleistender Entspannung maximal erzielbare Kälteleistung errechnet werden kann.

[0041] Aus der Analyse der Kälteverluste am Wärmetauscher sowie der Isolationsverluste der Coldbox läßt sich der Kältebedarf des Prozesses ermitteln. Liegt dieser Kältebedarf unter der bei arbeitsleistender Entspannung maximal erzielbare Kälteleistung so liegt ein Kälteüberschuss vor und es kann flüssiger Stickstoff als zusätzliches Produkt abgezogen werden.

[0042] Kann kein Kälteüberschuss erzeugt werden, muss entweder die gewünschte Stickstoffausbeute vermindert oder zusätzlich flüssiger Stickstoff in die Rektifikation eingespeist werden.

[0043] Gegebenenfalls kann bei der erfindungsgemäßen Rektifizierung von Luft - aus wirtschaftlichen Erwägungen heraus - auf einen Turbineneinsatz verzichtet werden.

[0044] Die Einsatzmöglichkeiten des Erfindungsgegenstandes werden von den jeweiligen thermodynamischen und aerodynamischen Verfahrensbedingungen an dem Getriebeturboverdichter bestimmt.

[0045] So braucht z. B. die letzte Stufe der Stickstoffverdichtung einen minimalen tatsächlichen Volumenstrom, bei dessen Unterschreitung der Verdichter nicht in wirtschaftlicher Weise zu betreiben wäre.

[0046] Für Anwendungsfälle, bei denen preiswerte Standardmaschinen für die Verdichtung zur Verfügung stehen, kann auch auf den Einsatz eines Getriebeturboverdichters verzichtet und die Kompression der zu rektifizierenden Luft sowie die Nachverdichtung des Stickstoffprodukts in zwei getrennten Verdichtern realisiert werden.

[0047] Die auf erfindungsgemäße Weise in der Rektifiziersäule erzielte höhere Stickstoffausbeute steigert die Effektivität der Trennung in der Rektifiziersäule und verringert den Lufteinsatz.

[0048] Zudem können die Apparate und Maschinen bei dem erfindungsgemäßen Verfahren - gegenüber den bei herkömmlichen Verfahren zur Stickstoffherzeugung aus Luft verwandten Apparaten und Maschinen - aufgrund des niedrigen Betriebsdrucks der Rektifiziersäule und des verminderten Lufteinsatzes kostensparend dimensioniert werden.

[0049] Der Erfindungsgegenstand betrifft des Weiteren eine Vorrichtung, bestehend aus mindestens einem zumindest zwei Ritzel aufweisenden Getriebeturboverdichter, mindestens einer Luftreinigungseinrichtung, mindestens einem Wärmetauscher und mindestens einer mit herkömmlichen Rektifiziereinrichtungen und einem Sumpferdampfer ausgerüsteten Rektifiziersäule und mindestens einem Unterkühler, die mittels eines übliche Mess-, Steuer und Regel- und Fördereinrichtungen aufweisendes Leitungssystem miteinander verbunden sind.

[0050] In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung besteht die Vorrichtung aus mindestens einem zumindest zwei Ritzel aufweisenden Getriebeturboverdichter, mindestens einer Luftreinigungseinrichtung, mindestens einem mit einer Expansionsturbine gekoppelten Wärmetauscher, einer mit herkömmlichen Rektifiziereinrichtungen und einem

Sumpfordampfer ausgerüsteten und mit mindestens einem Abscheidebehälter gekoppelten Rektifiziersäule sowie mindestens einem Unterkühler, die durch ein übliche Mess-, Steuer und Regel- und Fördereinrichtungen aufweisendes Leitungssystem miteinander verbunden sind.

[0051] Der Vorteil der erfindungsgemäßen Erzeugung von Stickstoff aus Luft liegt insbesondere darin, dass bei Einsatz nur eines Verdichters die Rektifiziersäule mit einem Druck betrieben werden kann der in der Regel weniger als die Hälfte des gewünschten Drucks des Stickstoffprodukts ausmacht.

[0052] Zudem werden unterhalb der Einspeisestelle der Luft in die Rektifiziersäule Dampfmengen in der Größenordnung eines Drittels der eingesetzten Luftmenge erzeugt, die eine weitere Auftrennung der von der Einspeisestelle herabrieselnden Rücklaufflüssigkeit und damit einen höheren Stickstoffausbeute in der Rektifikation ermöglichen.

[0053] Des Weiteren weist das aus der Rektifiziersäule abgezogene sauerstoffreiche Produkt einen deutlich verringerten Stickstoffanteil als bei der herkömmlichen Rektifikation auf.

[0054] Die Erfindung wird nachfolgend anhand von in der Zeichnung dargestellten, bevorzugten Ausführungsbeispielen näher erläutert.

[0055] Es zeigen:

Fig. 1 eine schematische Darstellung eines erfindungsgemäßen Verfahrens zur Erzeugung von Stickstoff aus Luft, bei dem der Kältebedarf des Verfahrens durch Einspeisung von flüssigem Stickstoff in die Rektifikationssäule gedeckt wird;

Fig. 2 eine schematische Darstellung des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Erzeugung von Stickstoff aus Luft mit einer zusätzlichen, zur Deckung des vorhandenen Kältebedarfs eingesetzten Turbine;

[0056] Gemäß Fig. 1 wird zu rektifizierende Luft 1 auf einem ersten Ritzel 2a eines Getriebeturboverdichters 2 in zwei Stufen 2b, 2c auf einen zum Betrieb eines Sumpfordampfers (7) einer Rektifiziersäule (6) geeigneten Druck verdichtet und anschließend in einer Einrichtung 3, in der Regel durch Kühlung und Adsorption, von ihren störenden Inhaltsstoffen gereinigt.

[0057] Die verdichtete und gereinigte Luft 4 wird in einem Wärmetauscher 5 durch indirekten Wärmeaustausch im Gegenstrom mit aus einer Rektifiziersäule 6 zugeführten kalten, dampfförmigen Produktströmen 9b, 12 bis in den Bereich des Taupunkts von Luft abgekühlt.

[0058] Die derart vorbehandelte Luft 4a wird in den Bereich der Rektifiziereinheiten 6a, 6b in die Rektifiziersäule 6 eingespeist und in dieser in ein sauerstoffarmes dampfförmiges Stickstoffprodukt 9 und eine sauerstoffreiche Sumpfflüssigkeit 17 zerlegt.

[0059] Das aus der Rektifiziersäule 6 abgezogene sauerstoffarme dampfförmige Stickstoffprodukt 9 wird in einem Unterkühler 8 im Gegenstrom mit einer in dem Sumpfordampfer 7 der Rektifiziersäule 6 erzeugten Rücklaufflüssigkeit 11 bis in den Bereich des Taupunkts der Luft vorgewärmt und danach in dem Wärmetauscher 5 im Gegenstrom mit der verdichteten und gereinigten Luft 4 und mit einer nachverdichteten Teilmenge 10b eines aus dem aus der Rektifikationssäule 6 abgezogenen dampfförmigen, sauerstoffarmen Produktstroms 9 auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt.

[0060] Das bis in den Bereich der Umgebungstemperatur erwärmte sauerstoffarme Stickstoffprodukt 9c wird auf mindestens einem weiteren Ritzel 2d des Getriebeturboverdichters 2 auf den gewünschten Produktdruck des sauerstoffarmen Stickstoffprodukts 10 verdichtet und teilweise als gasförmiges Stickstoffprodukt 10a aus der Rektifikation abgezogen.

[0061] Die nicht aus der Rektifikation abgezogene Teilmenge 10b des sauerstoffarmen Stickstoffprodukts 10 wird in dem Wärmetauscher 5 zur Erwärmung von Luft, zusammen mit der verdichteten, vorgereinigten Luft 4, im Gegenstrom mit den kalten dampfförmigen Stickstoffprodukten 9b, 12 der Rektifiziersäule 6 bis in den Bereich des Taupunktes der Luft abgekühlt.

[0062] Die verdichtete und abgekühlte Teilmenge 10c des Stickstoffproduktes wird dem Sumpfordampfer 7 der Rektifiziersäule 6 zugeführt und durch indirekten Wärmeaustausch mit der dabei verdampfenden Sumpfflüssigkeit 17 der Rektifiziersäule 6 verflüssigt.

[0063] Der auf vorbeschriebene Weise erzeugte flüssige Stickstoff 11 wird aus der Rektifiziersäule 6 abgezogen und in dem Unterkühler 8 im Gegenstrom mit dem dampfförmigen Stickstoffprodukt 9 der Rektifiziersäule 6 unterkühlt, in einer Drossel 13 auf den Betriebsdruck der Rektifiziersäule 6 entspannt und als Rücklauf 11a vor Kopf in die Rektifiziersäule 6 eingespeist.

[0064] Ein Teil der im Sumpfordampfer 7 der Rektifiziersäule 6 verdampften Flüssigkeit 17 wird als dampfförmiges sauerstoffreiches Produkt 12 aus der Rektifiziersäule 6 abgezogen und in dem Wärmetauscher 5 zusammen mit dem vorgewärmten Stickstoffprodukt 9b der Rektifiziersäule 6 im Gegenstrom mit der verdichteten, gereinigten Luft 4 und dem nachverdichteten Teilstrom des sauerstoffarmen Stickstoffproduktes 10b angewärmt.

[0065] Der restliche Teil des aus dem Sumpfordampfer 7 in die Rektifiziersäule 6 aufsteigenden Dampfstromes

wird im Gegenstrom mit aus der oberhalb des Sumpfes im Bereich der Rektifiziereinheiten 6a, 6b der Rektifiziersäule 6 eingespeisten vorgereinigten und abgekühlten Luft 4a herabströmenden Rücklaufflüssigkeit zerlegt.

[0066] Zur Deckung des Kältebedarfs bei der Luftrektifikation wird zusätzlich flüssiger Stickstoff 14 in die Rektifiziersäule 6 eingespeist.

[0067] Aus dem Sumpf der Rektifiziersäule 6 wird ein Teil der Sumpfflüssigkeit 17 als Spülprodukt 17a abgezogen.

[0068] Zumindest die Rektifiziereinsäule 6, der Sumpfverdampfer 7 der Rektifiziereinsäule 6 und die durch mit herkömmlicher Mess-, Steuer- und Regeltechnik ausgerüsteten Leitungen mit der Rektifiziersäule 6 verbundenen, zum indirekten Wärmetausch eingesetzten Einrichtungen 5, 8 sind in einer wärmeisolierenden Cold box 18 angeordnet.

[0069] Bei dem in Fig. 2 schematisch dargestellten erfindungsgemäßen Verfahren wird - im Unterschied zu dem in Fig. 1 dargestellten erfindungsgemäßen Verfahren - der Kältebedarf der Anlage durch eine Turbine 15 gedeckt und flüssiger Stickstoff 14 als Nebenprodukt aus der Anlage abgezogen:

Dazu wird Luft 1 auf dem ersten Ritzel 2a des Getriebeturboverdichters 2 in zwei Stufen 2b, 2c auf einen zum Betrieb des Sumpfverdampfers (7) der Rektifiziersäule (6) geeigneten Druck verdichtet und anschließend in der Einrichtung 3 von ihren die Rektifikation störenden Inhaltsstoffen gereinigt.

[0070] Die verdichtete und gereinigte Luft 4 wird in dem Wärmetauscher 5 durch indirekten Wärmeaustausch im Gegenstrom mit den aus der Rektifiziersäule 6 abgezogenen gasförmigen Produktströmen 9b, 12 und einem aus dem Produktstrom 12 entspannten Produktstrom 12d bis in den Bereich des Taupunkts von Luft abgekühlt und als Luft 4a in den Bereich der Rektifiziereinheiten 6a, 6b der Rektifiziersäule 6 eingespeist.

[0071] Aus der in die Rektifiziersäule 6 eingespeiste Luft 4a wird mittels herkömmlicher Rektifizierung das sauerstoffarme dampfförmige Stickstoffprodukt 9 und die sauerstoffreiche Sumpfflüssigkeit 17 erzeugt.

[0072] Das in der Rektifiziersäule 6 erzeugte und aus der Rektifiziersäule 6 abgezogene sauerstoffarme dampfförmige Stickstoffprodukt 9 wird in dem Abscheidebehälter 16 mit einem bei der Entspannung 13 des Rücklaufes 11 erzeugten Entspannungsdampf vermischt und anschließend in dem Unterkühler 8 im Gegenstrom mit der in dem Sumpfverdampfer 7 der Rektifiziersäule 6 erzeugten Rücklaufflüssigkeit 11 bis in den Bereich des Taupunkts der Luft 4a vorgewärmt.

[0073] Das so vorgewärmte sauerstoffarme dampfförmige Stickstoffprodukt 9b wird in der Einrichtung 5 im Gegenstrom mit der verdichteten und gereinigten Luft 4 und dem nachverdichteten Teilstrom 10b des aus der Rektifiziersäule 6 abgezogenen sauerstoffarmen Stickstoffproduktes 9 auf etwa Umgebungstemperatur der Rektifikation angewärmt.

[0074] Das bis in den Bereich der Umgebungstemperatur erwärmte sauerstoffarme Stickstoffprodukt 9c wird auf mindestens einem Ritzel 2d des Getriebeturboverdichters 2 auf den gewünschten Druck des Stickstoffproduktes verdichtet.

[0075] Eine Teilmenge des nachverdichteten Stickstoffproduktes 10 der Rektifiziersäule 6 wird als gasförmiges Produkt 10a aus der Rektifikation abgezogen.

[0076] Die nicht als Stickstoffprodukt 10a aus der Rektifikation abgezogene Teilmenge 10b wird in dem Wärmetauscher 5 - zusammen mit der verdichteten, vorgereinigten Luft 4 - im Gegenstrom mit den kalten dampfförmigen Produkten 9b, 12, 12d der Rektifiziersäule 6 bis in den Bereich des Taupunktes der Luft 4a abgekühlt.

[0077] Die verdichtete und abgekühlte Teilmenge des Stickstoffproduktes 10c wird dem Sumpfverdampfer 7 der Rektifiziersäule 6 zugeführt und in dem Sumpfverdampfer 7 durch indirekten Wärmetausch mit der dabei verdampfenden Sumpfflüssigkeit 17 der Rektifiziersäule 6 verflüssigt.

[0078] Der im Sumpfverdampfer 7 der Rektifiziersäule 6 erzeugte flüssige Stickstoff 11 wird aus dem Sumpfverdampfer 7 abgezogen und in dem Unterkühler 8 im Gegenstrom mit dem dampfförmigen Stickstoffprodukt 9a der Rektifiziersäule 6 unterkühlt, in der Drosseleinrichtung 13 auf das Druckniveau der Rektifiziersäule entspannt und dem Abscheidebehälter 16 zugeführt.

[0079] Der in dem Abscheidebehälter 16 auf den Betriebsdruck der Rektifiziersäule 6 entspannte flüssige Stickstoff wird zum überwiegenden Teil als Rücklauf 11a vor Kopf in die Rektifiziersäule 6 eingespeist und nur ein kleiner Teil als flüssiges sauerstoffarmes Stickstoffprodukt aus dem Abscheidebehälter 16 abgezogen.

[0080] Ein Teil der in dem Sumpfverdampfer 7 der Rektifiziersäule 6 verdampften Flüssigkeit 17 wird als dampfförmiges sauerstoffreiches Produkt 12 aus der Rektifiziersäule 6 abgezogen und in dem Wärmetauscher 5 im Gegenstrom mit der verdichteten, gereinigten Luft 4 und dem nachverdichteten Teilstrom des sauerstoffarmen Stickstoffproduktes 10b um 10 bis 60 K angewärmt.

[0081] Das auf vorbeschriebene Weise vorbehandelte sauerstoffreiche Produkt 12c wird arbeitsleistend in einer Expansionsturbine 15 auf ein Druckniveau, welches etwa 200 bis 500 mbar über dem Umgebungsdruck liegt, entspannt und als sauerstoffreiches Produkt 12d in dem Wärmetauscher 5 im Gegenstrom mit der verdichteten, gereinigten Luft 4 und dem nachverdichteten Teilstrom des Stickstoffproduktes 10b bis auf den Bereich der Umgebungstemperatur angewärmt.

[0082] Der restliche Teil des von dem Sumpfverdampfer 7 in der Rektifiziersäule 6 aufsteigenden Dampfstromes

wird im Gegenstrom mit Rücklaufflüssigkeit aus der oberhalb des Sumpfes im Bereich der Rektifiziereinheiten 6a, 6b der Rektifiziersäule 6 eingespeisten vorgereinigten und abgekühlten Luft 4a zerlegt.

[0083] Die zum Ausgleich des bei der arbeitsleistenden Entspannung in der Expansionsturbine 15 anfallenden Kälteüberschusses erforderliche Menge an flüssigen Stickstoff 14 wird aus dem Abscheidebehälter 16 abgezogen.

[0084] Aus dem Sumpf der Rektifiziersäule 6 wird zur Vermeidung der Bildung von unzulässig hohen Kohlenwasserstoffkonzentrationen ein Teil der Sumpfflüssigkeit 17 als Spülmenge 17a abgezogen.

[0085] Zumindest die Rektifiziereinsäule 6, der Sumpfverdampfer 7 der Rektifiziersäule 6 und die durch mit herkömmlicher Meß-, Steuer- und Regeltechnik ausgerüsteten Leitungen mit der Rektifiziersäule 6 verbundenen, zum indirekten Wärmetausch eingesetzten Einrichtungen 5, 8 und der Abscheidebehälter 16 sind in der wärmeisolierenden Cold box 18 angeordnet.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Erzeugung von Stickstoff aus Luft, bei dem

a) zu rektifizierende Luft (1) auf einem ersten Ritzel (2a) eines Getriebeturboverdichters (2) in zwei Stufen (2b, 2c) auf einen zum Betrieb eines Sumpfverdampfers (7) einer Rektifiziersäule (6) geeigneten Druck verdichtet und anschließend von ihnen die Rektifizierung störenden Inhaltsstoffen gereinigt (3),

b) die verdichtete und gereinigte Luft (4) durch indirekten Wärmeaustausch (5) im Gegenstrom mit kalten dampfförmigen Produkten (9b 12) aus einer Rektifiziersäule (6) bis in den Bereich ihres Taupunkts abgekühlt und zwischen Rektifiziereinheiten (6a, 6b) in die Rektifiziersäule (6) eingespeist und in ein sauerstoffarmes dampfförmiges Stickstoffprodukt (9) und eine sauerstoffreiche Sumpfflüssigkeit (17) zerlegt;

c) das sauerstoffarme dampfförmige Stickstoffprodukt (9) aus der Rektifiziersäule (6) abgezogen und durch indirekten Wärmetausch (8) mit einer im Gegenstrom aus einem Sumpfverdampfer (7) der Rektifiziersäule (6) zugeführten Rücklaufflüssigkeit (11) bis in den Bereich des Taupunkts der Luft (4a) vorgewärmt (9b) und anschließend durch im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmetausch (5) mit der verdichteten und gereinigten Luft (4) und einem nachverdichteten Teilstrom (10b) des vor Kopf aus der Rektifiziersäule (6) abgezogenen, sauerstoffarmen Stickstoffproduktes (9) auf etwa Umgebungstemperatur erwärmt;

d) das bis in den Bereich der Umgebungstemperatur erwärmte sauerstoffarme Stickstoffprodukt (9c) auf mindestens einem weiteren Ritzel (2d) des Getriebeturboverdichters (2) auf den gewünschten Druck des Stickstoffprodukts verdichtet;

e) eine Teilmenge des aus der Rektifiziersäule (6) vor Kopf als dampfförmiges Stickstoffprodukt (9) abgezogenen und nachverdichteten Stickstoffproduktes (10) als Produkt (10a) aus der Rektifikation abgezogen und die nicht aus der Rektifikation abgezogene Stickstoffmenge als Stickstoffprodukt (10b) zusammen mit der verdichteten, vorgereinigten Luft (4) durch den im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmetausch (5) mit den kalten dampfförmigen Produkten (9b, 12) der Rektifiziersäule (6) bis in den Bereich des Taupunktes der Luft (4a) abgekühlt;

f) die verdichtete und abgekühlte Teilmenge des Stickstoffproduktes (10c) dem Sumpfverdampfer (7) der Rektifiziersäule (6) zugeführt und in diesem durch indirekten Wärmetausch mit dabei verdampfender Sumpfflüssigkeit (17) der Rektifiziersäule (6) verflüssigt;

g) der erzeugte und aus dem Sumpfverdampfer (7) der Rektifiziersäule (6) abgezogene flüssige Stickstoff (11) durch im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmetausch (8) mit dem dampfförmigen Stickstoffprodukt (9) der Rektifiziersäule (6) unterkühlt, in einer Drosseleinrichtung (13) auf den Betriebsdruck der Rektifiziersäule (6) entspannt und als Rücklauf (11a) vor Kopf in die Rektifiziersäule (6) eingespeist;

h) eine Teilmenge der im Sumpfverdampfer (7) der Rektifiziersäule (6) verdampften Flüssigkeit (17) als dampfförmiges sauerstoffreiches Produkt (12) aus der Rektifiziersäule (6) abgezogen und anschließend zusammen mit dem vorgewärmten Stickstoffprodukt (9b) durch im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmetausch (5) mit der verdichteten, gereinigten Luft (4) und dem nachverdichteten Teilstrom des Stickstoffproduktes (10b) auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt;

i) die Restmenge des aus dem Sumpfverdampfer (7) der Rektifiziersäule (6) aufsteigenden Dampfstromes im Gegenstrom mit Rücklaufflüssigkeit aus der oberhalb des Sumpfes zwischen den Rektifiziereinheiten (6a, 6b) der Rektifiziersäule (6) eingespeisten vorgereinigten und abgekühlten Luft (4a) zerlegt;

j) zur Deckung des Kältebedarfs der Rektifikation zusätzlich auf den Betriebsdruck der Rektifiziersäule (6) entspannter flüssiger Stickstoff (14) oberhalb der Rektifiziereinrichtungen (6a) in die Rektifiziersäule (6) eingespeist und

k) aus dem Sumpf der Rektifiziersäule (6) Sumpfflüssigkeit (17) die erforderliche Menge an Spülflüssigkeit (17a) abgezogen wird.

2. Verfahren zur Erzeugung von Stickstoff aus Luft, bei dem

a) zu rektifizierende Luft (1) auf einem ersten Ritzel (2a) eines Getriebeturboverdichters (2) in zwei Stufen (2b, 2c) auf einen zum Betrieb eines Sumpfverdampfers (7) einer Rektifiziersäule (6) geeigneten Druck verdichtet und anschließend von ihren die Rektifizierung störenden Inhaltsstoffen gereinigt,

b) die verdichtete und gereinigte Luft (4) durch im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmeaustausch (5) mit gasförmigen Produkten (9b, 12, 12d) aus einer Rektifiziersäule (6) bis in den Bereich ihres Taupunkts abgekühlt und zwischen Rektifiziereinheiten (6a, 6b) in die Rektifiziersäule (6) eingespeist und in ein sauerstoffarmes dampfförmiges Stickstoffprodukt (9) und eine sauerstoffreiche Sumpfflüssigkeit (17) zerlegt;

c) das sauerstoffarme dampfförmige Stickstoffprodukt (9) aus der Rektifiziersäule (6) abgezogen, in einem Abscheidebehälter (16) mit dem bei der Entspannung (13) des Rücklaufes (11) erzeugten Entspannungsdampf vermischt, als sauerstoffarmes Stickstoffprodukt (9a) im Gegenstrom mit der in dem Sumpfverdampfer (7) der Rektifiziersäule 6 erzeugten Rücklaufflüssigkeit (11) durch indirekten Wärmetausch (8) bis in den Bereich des Taupunkts der Luft (4a) vorgewärmt und als Stickstoffprodukt (9b) durch im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmetausch (5) mit der verdichteten und gereinigten Luft (4) und einem nachverdichteten Teilstrom (10b) des vor Kopf aus der Rektifiziersäule (6) abgezogenen, sauerstoffarmen Stickstoffproduktes (9) auf etwa Umgebungstemperatur erwärmt

d) das bis in den Bereich der Umgebungstemperatur erwärmte sauerstoffarme Stickstoffprodukt (9c) auf mindestens einem weiteren Ritzel (2d) des Getriebeturboverdichters (2) auf den gewünschten Druck des Stickstoffproduktes (10) verdichtet,

e) eine Teilmenge des aus der Rektifiziersäule (6) vor Kopf als dampfförmiges Stickstoffprodukt (9) abgezogenen und nachverdichteten Stickstoffproduktes (10) als Produkt (10a) aus der Rektifikation abgezogen und die nicht aus der Rektifikation abgezogenen Stickstoffmenge (10b) zusammen mit der verdichteten, vorgereinigten Luft (4) durch im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmetausch (5) mit den kalten dampfförmigen Produkten (9b, 12, 12d) der Rektifiziersäule (6) bis in den Bereich ihres Taupunktes abgekühlt;

f) die verdichtete und abgekühlte Teilmenge als Stickstoffprodukt (10c) dem Sumpfverdampfer (7) der Rektifiziersäule (6) zugeführt und in diesem durch indirekten Wärmetausch mit dabei verdampfender Sumpfflüssigkeit (17) der Rektifiziersäule (6) verflüssigt;

g) der aus dem Sumpfverdampfer (7) der Rektifiziersäule (6) abgezogene flüssige Stickstoff (11) durch im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmetausch (8) mit dem dampfförmigen Stickstoffprodukt (9) der Rektifiziersäule (6) unterkühlt, in einer Drosseleinrichtung (13) auf den Druck der Rektifiziersäule (6) entspannt, einem Abscheidebehälter (16) zugeführt und aus dem Abscheidebehälter (16) zumindest ein flüssiger Teilstrom (11a) abgezogen und als Rücklauf vor Kopf in die Rektifiziersäule (6) eingespeist;

h) eine Teilmenge der im Sumpfverdampfer (7) der Rektifiziersäule (6) verdampften Flüssigkeit (17) als dampfförmiges sauerstoffreiches Produkt (12) aus der Rektifiziersäule (6) abgezogen und durch im Gegenstrom erfolgenden indirekten Wärmetausch (5) mit der verdichteten, gereinigten Luft (4) und dem nachverdichteten Teilstrom des Stickstoffproduktes (10b) angewärmt, anschließend arbeitsleistend auf ein oberhalb des Umgebungsdrucks liegenden Druckniveau entspannt (15) und als sauerstoffreiches gasförmiges Produkt (12d) im Gegenstrom mit der verdichteten, gereinigten Luft (4) und dem nachverdichteten Teilstrom des Stickstoffproduktes (10b) auf den Bereich der Umgebungstemperatur angewärmt und als sauerstoffreiches gasförmiges Produkt (12b) aus der Rektifikation abgezogen;

i) die Restmenge des aus dem Sumpfverdampfer (7) der Rektifiziersäule (6) aufsteigenden Dampfstromes im Gegenstrom mit Rücklaufflüssigkeit aus der oberhalb des Sumpfes zwischen den Rektifiziereinheiten (6a, 6b) der Rektifiziersäule (6) eingespeisten vorgereinigten und abgekühlten Luft (4a) zerlegt;

j) zur Deckung des bei der arbeitsleistenden Entspannung (15) nach Schritt h) anfallenden Kälteüberschusses die erforderliche Menge an flüssigen Stickstoff (14) aus dem Abscheidebehälter (16) der Rektifiziersäule (6) abgezogen und

k) aus dem Sumpf der Rektifiziersäule (6) Sumpfflüssigkeit (17) als die erforderliche Menge an Spülflüssigkeit (17a) abgezogen wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,

dadurch gekennzeichnet, daß die zu rektifizierende Luft (1) in mindestens zwei aufeinanderfolgenden Stufen (2a, 2c) auf einen Druck von 2 bis 5 bar verdichtet wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß**

das aus der Rektifiziersäule (6) abgezogene und bis in den Bereich der Umgebungstemperatur der Rektifikation erwärmte sauerstoffarme dampfförmige Stickstoffprodukt (9c) auf einen Produktdruck von 5 bis 20 bar verdichtet wird.

5. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet, daß**
aus der Rektifiziersäule (6) das dampfförmige sauerstoffreiche Produkt (12) mit einem Sauerstoffgehalt von 40 bis 80 Vol.-% abgezogen wird.

6. Verfahren nach Anspruch 5,
dadurch gekennzeichnet, daß das aus der Rektifiziersäule (6) abgezogene dampfförmige sauerstoffreiche Produkt (12) vor der arbeitsleistenden Entspannung (15) um 10 bis 60 Grad Kelvin erwärmt wird.

7. Verfahren nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** das aus der Rektifiziersäule (6) abgezogene und erwärmte dampfförmige sauerstoffreiche Produkt (12c) auf einen Druck von 1,5 bis 1,2 bar entspannt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß**
die zu rektifizierende Luft (1) vorzugsweise separat von dem sauerstoffarmen gasförmigen Stickstoffprodukt (9b, c) verdichtet wird.

9. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, bestehend aus mindestens einem zumindest zwei Ritzel (2a, 2d) aufweisenden Getriebeturboverdichter (2), mindestens einer Luftreinigungseinrichtung (3), mindestens einem Wärmetauscher (5) und mindestens einer mit Rektifiziereinrichtungen (6a,b) und einem Sumpfverdampfer (7) ausgerüsteten Rektifiziersäule (6) und mindestens einem Unterkühler (8), die mittels eines Mess-, Steuer und Regelund Fördereinrichtungen aufweisendes Leitungssystem miteinander verbunden sind.

10. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 2, bestehend aus mindestens einem zumindest zwei Ritzel (2a, 2d) aufweisenden Getriebeturboverdichter (2), mindestens einer Luftreinigungseinrichtung (3), mindestens einem mit einer Expansionsturbine (15) gekoppelten Wärmetauscher (5), einer mit Rektifiziereinrichtungen (6a,b) und einem Sumpfverdampfer (7) ausgerüsteten und mit mindestens einem Abscheidebehälter (16) gekoppelten Rektifiziersäule (6) sowie mindestens einem Unterkühler (8), die durch ein Mess-, Steuer und Regel- und Fördereinrichtungen aufweisendes Leitungssystem miteinander verbunden sind.

11. Vorrichtung nach Anspruch 7,
dadurch gekennzeichnet, daß mindestens der Wärmetauscher (5), die Rektifiziersäule (6) und der Unterkühler (8) in einer tiefkalt isolierten Coldbox (18) angeordnet sind.

12. Vorrichtung nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** mindestens der Wärmetauscher (5) mit der Expansionsturbine (15), die Rektifiziersäule (6) mit Abscheidebehälter ((16) und der Unterkühler (8) in der tiefkalt isolierten Coldbox (18) angeordnet sind.

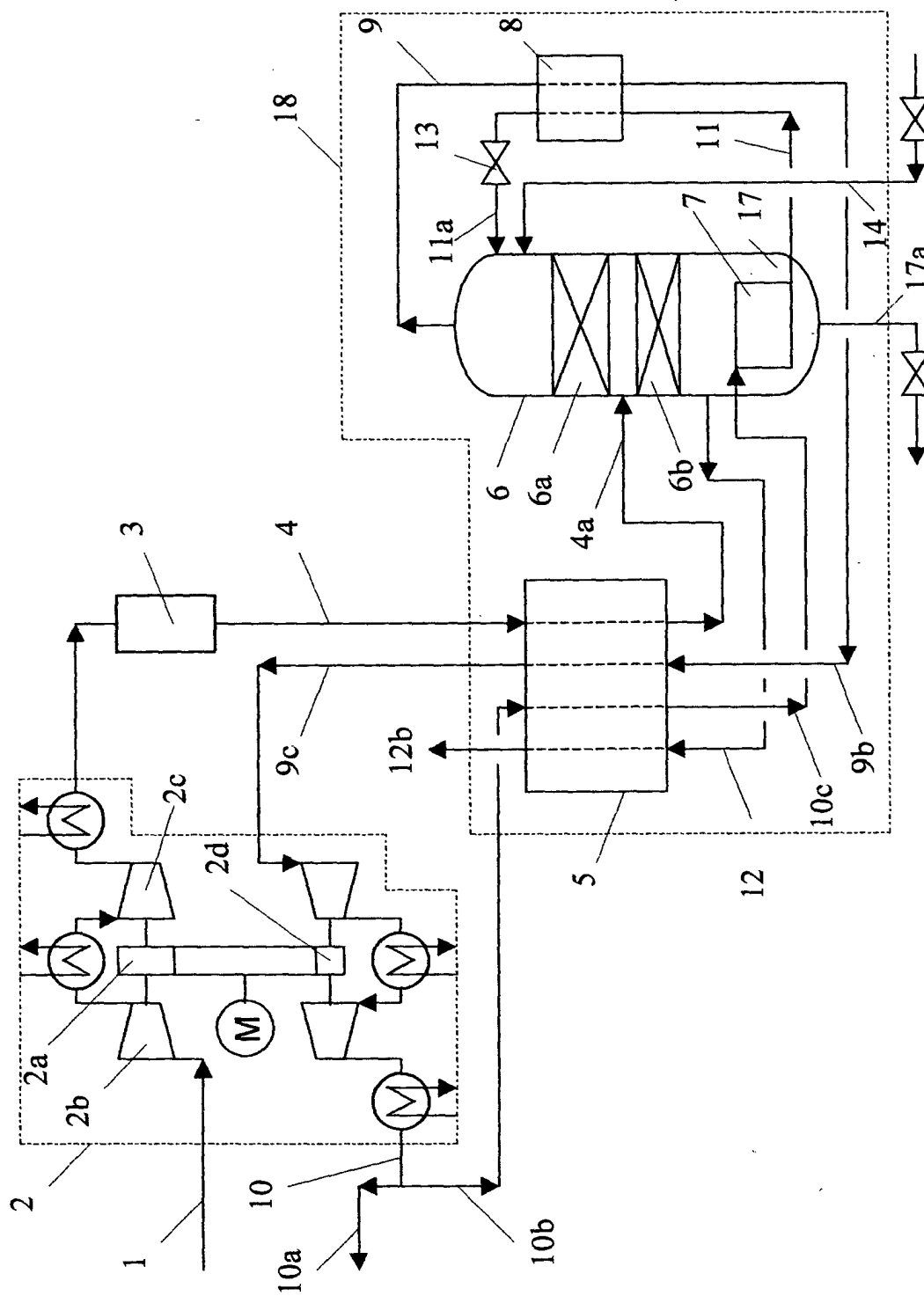


Figure 1

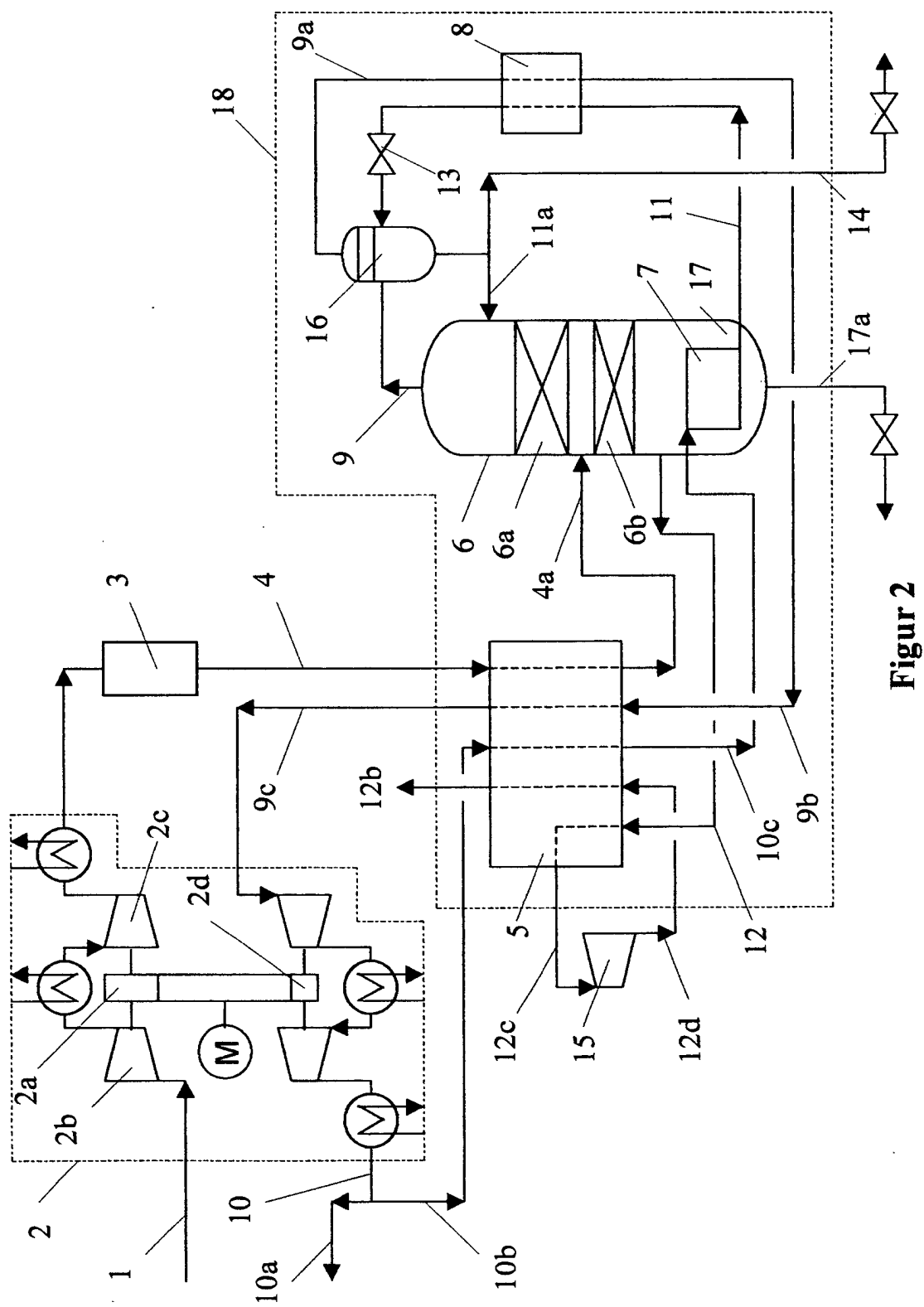


Figure 2