



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11) **EP 1 403 602 A1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:  
**31.03.2004 Patentblatt 2004/14**

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

(21) Anmeldenummer: **02023334.2**

(22) Anmeldetag: **18.10.2002**

(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**

(72) Erfinder: **Spöri, Ralph**  
**82538 Geretsried (DE)**

(74) Vertreter: **Imhof, Dietmar**  
**LINDE AG**  
**Zentrale Patentabteilung**  
**82049 Höllriegelskreuth (DE)**

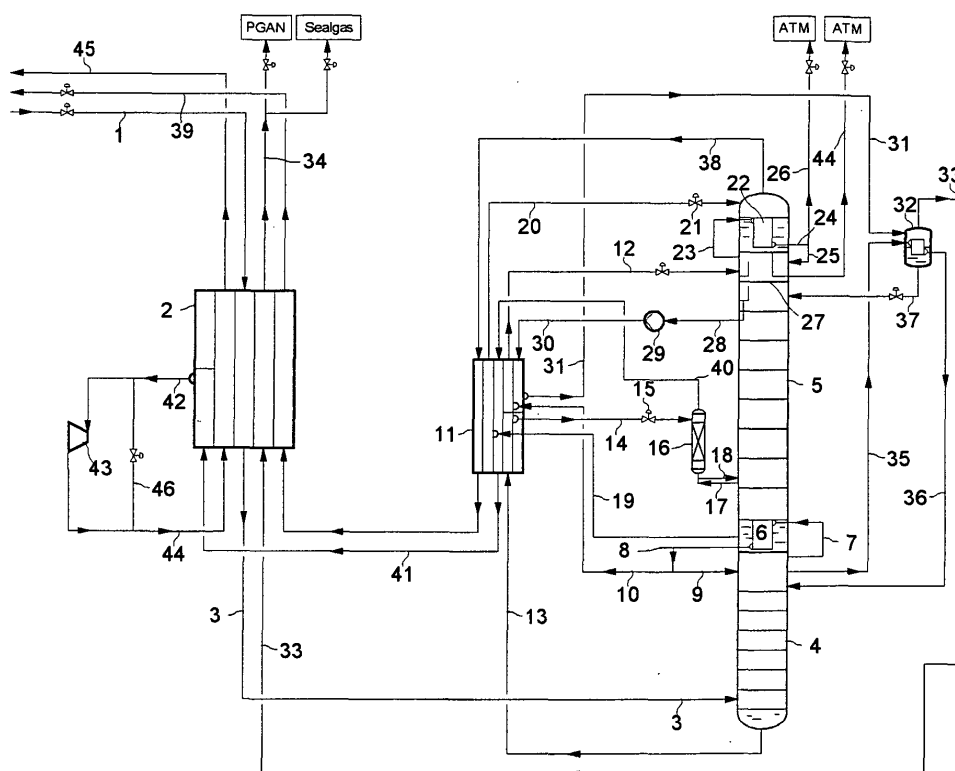
(30) Priorität: **28.09.2002 DE 10245379**

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

(54) **Verfahren und Vorrichtung zur Gewinnung von hoch reinem Stickstoff**

(57) Das Verfahren und die Vorrichtung dienen zur Gewinnung von hoch reinem Stickstoff durch Tieftemperaturerlegung von Luft in einem Rektifiziersäulensystem, das eine Hochdrucksäule (4) und eine Niederdrucksäule (5) aufweist. Einsatzluft (1, 3) wird in die Hochdrucksäule (4) eingeleitet. Eine sauerstoffangereicherte Fraktion (13, 14) wird aus der Hochdrucksäule

(4) entnommen und in die Niederdrucksäule (5) eingespeist (18). Eine hoch reine Stickstofffraktion (28, 30, 31, 33, 34) wird aus der Niederdrucksäule (5) entnommen und als Produkt abgeführt. Die sauerstoffangereicherte Fraktion (13, 14) wird vor ihrer Einleitung (18) in die Niederdrucksäule (5) einem Reinigungsschritt (16) zur Entfernung von leichterflüchtigen Verunreinigungen unterzogen. (Zeichnung)



EP 1 403 602 A1

**Beschreibung**

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung von hoch reinem Stickstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft in einem Rektifiziersäulensystem, das eine Hochdrucksäule und eine Niederdrucksäule aufweist, wobei bei dem Verfahren Einsatzluft in die Hochdrucksäule eingeleitet wird, eine sauerstoffangereicherte Fraktion aus der Hochdrucksäule entnommen und in die Niederdrucksäule eingespeist wird und eine hoch reine Stickstofffraktion aus der Niederdrucksäule entnommen und als Produkt abgeführt wird.

**[0002]** Ein Verfahren der eingangs genannten Art und eine entsprechende Vorrichtung sind aus EP 948730 B1 (= US 6196023 B1), EP 955509 A1 (= US 6196022) oder EP 1146301 bekannt. Dort wird eine besonders hohe Stickstoffreinheit in Bezug auf leichterflüchtige Verunreinigungen, insbesondere Wasserstoff, erreicht, indem das Stickstoffprodukt einige Böden (so genannte Sperrböden) unterhalb des Kopfs der Niederdrucksäule abgezogen wird. Die leichterflüchtigen Komponenten werden mit einem Spülstrom vom Kopf der Niederdrucksäule abgezogen.

**[0003]** Allerdings enthält das hoch reine Stickstoffprodukt bei den bekannten Verfahren immer noch leichterflüchtige Verunreinigungen wie Wasserstoff, die bisher nur durch entsprechende Maßnahmen bei der Vorreinigung von Luft zu vermindern waren, die einen hohen apparativen Aufwand erfordern.

**[0004]** Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, die Reinheit des hoch reinen Stickstoffprodukts weiter zu erhöhen und dabei mit mäßigem apparativen Aufwand auszukommen.

**[0005]** Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, dass die sauerstoffangereicherte Fraktion vor ihrer Einleitung in die Niederdrucksäule einem Reinigungsschritt zur Entfernung von leichterflüchtigen Verunreinigungen unterzogen wird.

**[0006]** Im Rahmen der Erfindung hat sich herausgestellt, dass sich die leichterflüchtigen Verunreinigungen nicht nur im oberen Bereich der Niederdrucksäule anreichern, sondern auch mit der sauerstoffangereicherten Fraktion in die Niederdrucksäule eingetragen werden, die notwendigerweise unterhalb der Entnahme des Stickstoffprodukts eingeleitet wird. Obwohl diese Fraktion an leichterflüchtigen Bestandteilen gegenüber der Luft abgereichert wird, ist beispielsweise ihr Wasserstoffgehalt überraschenderweise dennoch so groß, dass er Einfluss auf die Reinheit des Stickstoffprodukts hat. Die erfindungsgemäße gezielte Reinigung der sauerstoffangereicherten Fraktion vor ihrer Einleitung in die Niederdrucksäule verhindert wirksam die Eintragung von leichterflüchtigen Verunreinigungen in die Niederdrucksäule unterhalb der Entnahme des hoch reinen Stickstoffprodukts.

**[0007]** Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren kann das gesamte sauerstoffangereicherte Produkt der Hochdrucksäule in die Niederdrucksäule gefahren werden, ohne dass dies die Produktreinheit verschlechtert. Dadurch kann der Luftfaktor (Verhältnis zwischen Produkt- und Einsatzmenge) verringert werden und der Energieverbrauch nimmt ab. Auch bei erhöhter Wasserstoff-Konzentration in der Einsatzluft kann das hoch reine Stickstoffprodukt sauber gehalten werden.

**[0008]** Als "sauerstoffangereichert" wird hier eine Fraktion bezeichnet, die einen höheren Sauerstoffgehalt als die atmosphärische Luft aufweist. Dieser kann beispielsweise 25 bis 40 mol-%, vorzugsweise 30 bis 35 mol-% betragen.

**[0009]** Unter "leichterflüchtigen Verunreinigungen" werden Luftkomponenten verstanden, die einen niedrigeren Siedepunkt als Stickstoff haben, beispielsweise Wasserstoff, Neon und/oder Helium.

**[0010]** Grundsätzlich ist bei der Erfindung jede Reinigungsmethode einsetzbar. Besonders günstig ist es jedoch, wenn die sauerstoffangereicherte Fraktion in dem Reinigungsschritt zur Entfernung von leichterflüchtigen Verunreinigungen in eine Trennsäule eingeführt und durch dort durch Gegenstrom-Stoffaustausch gereinigt wird. Die Trennsäule ist vorzugsweise als Abtriebssäule ausgebildet.

**[0011]** Hierbei ist es vorteilhaft, wenn die sauerstoffangereicherte Fraktion flüssig in den oberen Bereich der Trennsäule eingeführt wird. Aufsteigender Dampf kann beispielsweise durch einen Sumpfverdampfer gebildet werden. Vorzugsweise wird jedoch eine gasförmige Fraktion aus der Niederdrucksäule als aufsteigender Dampf in den unteren Bereich der Trennsäule eingeleitet.

**[0012]** Die gereinigte sauerstoffangereicherte Fraktion wird aus dem unteren Bereich der Trennsäule entnommen und von dort in die Niederdrucksäule eingeleitet. Hierzu ist es günstig, wenn die Trennsäule zum Beispiel etwa unter demselben Druck wie die Niederdrucksäule betrieben wird, sodass die sauerstoffangereicherte Fraktion ohne die Hilfe einer Pumpe oder anderer Fördermittel in die Niederdrucksäule fließt. Die Einspeisung findet vorzugsweise an derselben Stelle statt, an der auch die gasförmige Fraktion aus der Niederdrucksäule entnommen wird, die in der Trennsäule im Gegenstrom zu der sauerstoffangereicherten Fraktion aufsteigt.

**[0013]** Die unerwünschten leichterflüchtigen Bestandteile werden im Kopfgas der Trennsäule angereichert. Mit dem Kopfgas werden sie aus dem oberen Bereich der Trennsäule entnommen. Wenn die Niederdrucksäule und die Trennsäule unter einem gegenüber dem Atmosphärendruck erhöhten Druck betrieben werden, ist es günstig, das Kopfgas arbeitsleistend zu entspannen und damit Kälte für das Verfahren zu gewinnen. Alternativ kann das Kopfgas der Trennsäule gegen eine verdampfende flüssige Zwischenfraktion der Niederdrucksäule kondensiert und als Kältemittel für einen weiteren Kondensator-Verdampfer, beispielsweise einen Kopfkondensator der Niederdrucksäule verwendet werden.

**[0014]** Alternativ oder zusätzlich kann durch andere Methoden Verfahrenskälte gewonnen werden, beispielsweise

durch die Entspannung von Restgas aus einem Kopfkondensator der Niederdrucksäule oder aus der Niederdrucksäule selbst, oder aber mittels einer Luftturbine, die in die Hochdrucksäule einbläst. Auch jede Kombination derartiger Kältengewinnungsmethoden ist möglich. Eine Direkteinblasung von Luft in die Niederdrucksäule sollte im Allgemeinen vermieden werden, da dies wiederum zur Kontamination des Stickstoffprodukts mit leichterflüchtigen Verunreinigungen führen würde.

**[0015]** Häufig wird das hoch reine Stickstoffprodukt unter überatmosphärischem Druck benötigt. In solchen Fällen ist es günstig, die Niederdrucksäule ebenfalls unter deutlich überatmosphärischem Druck von beispielsweise 3 bis 8 bar, vorzugsweise 3 bis 6 bar zu betreiben. (In der Hochdrucksäule, die üblicherweise über einen gemeinsamen Kondensator-Verdampfer, den Hauptkondensator, in wärmetauschender Verbindung mit der Niederdrucksäule steht, herrscht dann ein Druck von beispielsweise 6 bis 20, vorzugsweise 7 bis 16 bar.) In solchen Fällen ist es günstig, die Rücklaufflüssigkeit für die Niederdrucksäule nicht oder nicht nur vom Hauptkondensator abzuziehen, sondern teilweise oder vollständig in einem Kopfkondensator der Niederdrucksäule zu erzeugen. Dazu wird gasförmiger Kopfstickstoff aus der Niederdrucksäule im Verflüssigungsraum des Kopfkondensators durch indirekten Wärmeaustausch mit einer im Verdampfungsraum des Kopfkondensators verdampfenden Kühlfraction mindestens teilweise kondensiert. Mindestens ein Teil des dabei erzeugten flüssigen Stickstoffs wird als Rücklauf auf die Niederdrucksäule aufgegeben. Vom Kopfkondensator wird vorzugsweise ein Spülgas abgezogen, mit dem auch leichterflüchtige Verunreinigungen entweichen.

**[0016]** Als Kühlfraction für den Kopfkondensator der Niederdrucksäule kann jede geeignete Flüssigkeit eingesetzt werden, insbesondere eine oder mehrere der in EP 948730 B1 (= US 6196023 B1), EP 955509 A1 (= US 6196022) und EP 1146301 für diesen Zweck verwendeten Fraktionen. Vorzugsweise wird der Kopfkondensator mit Sumpfflüssigkeit der Niederdrucksäule gekühlt.

**[0017]** Zur weiteren Erhöhung der Produktreinheit wird die hoch reine Stickstofffraction mindestens einen theoretischen oder praktischen Boden unterhalb des Kopfs der Niederdrucksäule entnommen, wie es aus EP 948730 B1 (= US 6196023 B1), EP 955509 A1 (= US 6196022) und EP 1146301 an sich bekannt ist. Der Umfang der Sperrböden beträgt beispielsweise einen bis zehn, vorzugsweise drei bis fünf theoretische oder praktische Böden.

**[0018]** Um einen Produktdruck zu erreichen, der über dem Betriebsdruck der Niederdrucksäule liegt, kann die hoch reine Stickstofffraction stromabwärts ihrer Entnahme in flüssigem Zustand auf einen erhöhten Druck gebracht, anschließend in einem Produktverdampfer durch indirekten Wärmeaustausch verdampft und als hoch reines Produkt abgeführt werden. Diese Produktverdampfung kann - wie in EP 948730 B1 (= US 6196023 B1), EP 955509 A1 (= US 6196022) und EP 1146301 dargestellt, in dem Hauptwärmetauscher-System stattfinden, das auch zur Abkühlung der Einsatzluft vor ihrer Einspeisung in die Hochdrucksäule dient, oder aber in einem separaten Produktverdampfer in indirektem Wärmeaustausch gegen eine kondensierende Fraction aus der Hochdrucksäule oder Niederdrucksäule, beispielsweise gegen gasförmigen Stickstoff aus dem oberen Bereich der Hochdrucksäule.

**[0019]** Die Erfindung betrifft außerdem eine Vorrichtung zur Gewinnung von hoch reinem Stickstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft gemäß den Patentansprüchen 9 bis 15.

**[0020]** Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden im Folgenden anhand eines in der Zeichnung schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

**[0021]** Verdichtete und gereinigte Einsatzluft 1 wird in einem Hauptwärmetauscher 2 abgekühlt und einer Hochdrucksäule 4 unter einem Druck von 14 bar zugeleitet (3). Das Rektifiziersystem weist außerdem eine Niederdrucksäule 5 auf, die mit einem Druck von 5 bar betrieben wird und mit der Hochdrucksäule über einen gemeinsamen Kondensator-Verdampfer (Hauptkondensator) 6 in wärmetauschender Verbindung steht. Eine gasförmige Stickstofffraction 7 vom Kopf der Hochdrucksäule wird im Hauptkondensator 6 verflüssigt und zu einem ersten Teil über die Leitungen 8 und 9 als Rücklauf auf die Hochdrucksäule aufgegeben. Ein zweiter Teil 10 wird in einem Unterkühlungs-Gegenströmer 11 unterkühlt und über Leitung 12 zum Kopf der Niederdrucksäule 5 geführt.

**[0022]** Die Sumpfflüssigkeit 13 wird als sauerstoffangereicherte Fraction aus der Hochdrucksäule abgezogen und ebenfalls unterkühlt (11). Die unterkühlte sauerstoffangereicherte Fraction 14 wird in einem Drosselventil 15 auf etwa den Betriebsdruck der Niederdrucksäule 5 entspannt und erfindungsgemäß einem Reinigungsschritt zur Entfernung von leichterflüchtigen Verunreinigungen zugeführt, der in dem Beispiel aus einer Trennsäule 16 besteht, die als Abtriebssäule ausgebildet ist. Die sauerstoffangereicherte Fraction wird auf den Kopf der Trennsäule 16 aufgegeben und tritt dort in Gegenstrom-Stoffaustausch mit einer gasförmigen Fraction 17 von einer Zwischenstelle der Niederdrucksäule 5. Die gereinigte sauerstoffangereicherte Fraction wird aus dem Sumpf der Trennsäule 16 entnommen und fließt über Leitung 18 in die Niederdrucksäule 5. Die Einspeisung kann wie dargestellt an derselben Stelle erfolgen, an der die gasförmige Fraction 17 abgezogen wird, oder auch um einen oder mehrere theoretische oder praktische Böden versetzt.

**[0023]** Die Sumpfflüssigkeit 19 der Niederdrucksäule 5 wird, soweit sie nicht im Hauptkondensator 6 verdampft, unterkühlt (11) und über Leitung 20 und Entspannungsventil 21 in den Verdampfungsraum eines Kopfkondensators 22 der Niederdrucksäule 5 eingeführt. In dessen Verflüssigungsraum kondensiert der gasförmige Stickstoff 23 vom Kopf der Niederdrucksäule 5 fast vollständig; das Kondensat 24/25 wird in die Niederdrucksäule zurückgeleitet. Ein

Restdampf, der insbesondere leichterflüchtige Verunreinigungen wie Helium, Neon und/oder Wasserstoff enthält, wird als Spülgas 26 aus der im Kopfkondensator kondensierten Fraktion 19 (wie dargestellt) oder alternativ direkt aus dem Kopfkondensator 22 entnommen. Der Restdampf 26 wird in die Atmosphäre abgeblasen oder mit einem anderen Reststrom, zum Beispiel in Leitung 38, vermischt.

**[0024]** Nach Durchlaufen eines Stoffaustauschabschnitts 27 (so genannte Sperrböden), der in dem Beispiel 3 bis 5 praktische Böden aufweist, wird ein Teil der in der Niederdrucksäule 5 herabfließenden Flüssigkeit als hoch reine Stickstofffraktion 28 entnommen, in flüssigem Zustand auf Druck (im Beispiel 14 bar) gebracht (Pumpe 29) und über die Leitungen 30 und 31 durch den Unterkühlungs-Gegenströmer 11 zu einem Produktverdampfer 32 geführt. Der unter einem Druck von 13,4 bar verdampfte Stickstoff 33 wird im Hauptwärmetauscher 2 angewärmt und schließlich als hoch reines Druckprodukt 34 (PGAN) abgeführt. (Ein Teil kann als Sperrgas [Sealgas] verwendet werden.) Das hoch reine Stickstoffprodukt kann gegebenenfalls in gasförmigem Zustand weiter verdichtet werden. In dem Beispiel weist das hoch reine Druckstickstoffprodukt 34 eine Gesamtverunreinigung von 10 ppb (einschließlich Kohlenmonoxid) auf. Bei Bedarf kann ein Teil des gasförmigen Stickstoffs 7 vom Kopf der Drucksäule im Hauptwärmetauscher 2 angewärmt und als weiteres Druckprodukt geringerer Reinheit gewonnen werden (nicht dargestellt).

**[0025]** Auf der Verflüssigungsseite des Produktverdampfers 32 wird ein (anderer) Teil 35 des gasförmigen Stickstoffs 7 vom Kopf der Hochdrucksäule 4 kondensiert. Die dabei entstehende Flüssigkeit 36 wird als zusätzlicher Rücklauf auf die Hochdrucksäule 4 aufgegeben. Der Produktverdampfer 32 kann als Umlaufverdampfer (Badverdampfer mit Thermosiphon-Effekt) oder als Fallfilmverdampfer ausgebildet sein. Flüssig vertriebener Stickstoff 37 wird gegebenenfalls in die Niederdrucksäule 5 zurückgeführt. Auch am Produktverdampfer 32 kann ein Restdampf, der insbesondere leichterflüchtige Verunreinigungen wie Helium, Neon und/oder Wasserstoff enthält, entnommen werden (nicht dargestellt). Über Leitung 44 kann eine Spülflüssigkeit kontinuierlich oder diskontinuierlich entnommen und verworfen werden, um die Anreicherung von schwererflüchtigen Komponenten im Verdampfungsraum des Kopfkondensators 22 zu vermeiden.

**[0026]** Bei Bedarf kann ein Teil der flüssigen hoch reinen Stickstofffraktion 28 aus der Niederdrucksäule als Flüssigprodukt gewonnen werden. Der unreine Sauerstoff 38, der durch Verdampfung der Sumpfflüssigkeit 19 der Niederdrucksäule 5 im Kopfkondensator 22 der Niederdrucksäule entsteht, wird in den Wärmetauschern 11 und 2 angewärmt und als Nebenprodukt oder Restgas abgeführt (39). Er kann beispielsweise für die Regenerierung einer Vorrichtung zur Luftreinigung eingesetzt werden (nicht dargestellt).

**[0027]** Kälte wird bei dem Verfahren des Ausführungsbeispiels durch arbeitsleistende Entspannung 43 des Kopfgases 40 - 41 - 42 der Trennsäule 16 erzeugt. Das Kopfgas 40 wird zuvor im Unterkühlungs-Gegenströmer 11 und im Hauptwärmetauscher 2 auf eine Zwischentemperatur angewärmt. Der Durchsatz durch die Entspannungsmaschine kann mittels einer Bypass-Leitung 46, die ein Entspannungsventil enthält, eingestellt werden. Alternativ oder zusätzlich kann die Entspannungsturbine mit dem unreinen Sauerstoff (Restgas) 38 aus dem Verdampfungsraum des Kopfkondensators 22 der Niederdrucksäule angetrieben werden.

**[0028]** Die in der Entspannungsmaschine 43 gewonnene mechanische Energie kann beispielsweise zur Nachverdichtung des im Produktverdampfer 32 verdampften Druckstickstoffprodukts oder zur Druckerhöhung im Kopfgas der Trennsäule stromaufwärts der Entspannungsmaschine 43 verwendet werden, vorzugsweise durch direkte mechanische Kopplung von Entspannungsmaschine 43 und einem entsprechenden Verdichter. Alternativ kann die Entspannungsmaschine 43 die mechanische Energie an einen Generator oder an eine dissipative Bremse abgeben.

**[0029]** Die Stoffaustauschelemente in der Niederdrucksäule und in der Hochdrucksäule können bei der Erfindung und bei dem Ausführungsbeispiel durch konventionelle Stoffaustauschböden (zum Beispiel Siebböden), Füllkörper (ungeordnete Packung) und/oder geordnete Packung gebildet werden. Auch Kombinationen verschiedenartiger Elemente in einer Säule sind möglich.

**[0030]** In einer von der Zeichnung abweichenden Variante der Erfindung wird das Kopfgas 40 der Trennsäule 16 nicht in den Unterkühlungs-Gegenströmer 11 eingeführt, sondern in einen zusätzlichen Kondensator-Verdampfer. Dort wird es in indirektem Wärmeaustausch mit einer verdampfenden Zwischenflüssigkeit aus der Niederdrucksäule kondensiert und schließlich - zusätzlich zu der Niederdrucksäulen-Sumpfflüssigkeit 19, 20 in den Verdampfungsraum des Kopfkondensators eingeleitet.

**[0031]** In einem konkreten Zahlenbeispiel ergeben sich folgende Wasserstoffkonzentrationen (jeweils molare Mengen):

Einsatzluft 1, 3	5 ppm
Sauerstoffangereicherte Fraktion 13, 14 (Sumpf der Hochdrucksäule)	130 ppb
Kopfgas 40 der Trennsäule 16	1.200 ppb
Spülgas 26 vom Kopf der Niederdrucksäule 5	0,3%
Hoch reines Stickstoffprodukt 28	< 1 ppb

## Patentansprüche

- 5 1. Verfahren zur Gewinnung von hoch reinem Stickstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft in einem Rektifiziersäulensystem, das eine Hochdrucksäule (4) und eine Niederdrucksäule (5) aufweist, wobei bei dem Verfahren Einsatzluft (1, 3) in die Hochdrucksäule (4) eingeleitet wird, eine sauerstoffangereicherte Fraktion (13, 14) aus der Hochdrucksäule (4) entnommen und in die Niederdrucksäule (5) eingespeist (18) wird und eine hoch reine Stickstofffraktion (28, 30, 31, 33, 34) aus der Niederdrucksäule (5) entnommen und als Produkt abgeführt wird, **dadurch gekennzeichnet, dass** die sauerstoffangereicherte Fraktion (13, 14) vor ihrer Einleitung (18) in die Niederdrucksäule (5) einem Reinigungsschritt (16) zur Entfernung von leichterflüchtigen Verunreinigungen unterzogen wird.
- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die sauerstoffangereicherte Fraktion in dem Reinigungsschritt zur Entfernung von leichterflüchtigen Verunreinigungen in eine Trennsäule (16), insbesondere in eine Abtriebssäule, eingeführt und durch dort durch Gegenstrom-Stoffaustausch gereinigt wird.
- 15 3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die sauerstoffangereicherte Fraktion (13, 14) flüssig in den oberen Bereich der Trennsäule (16) eingeführt wird und eine gasförmige Fraktion (17) aus der Niederdrucksäule (5) in den unteren Bereich der Trennsäule (16) eingeleitet wird.
- 20 4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** die gereinigte sauerstoffangereicherte Fraktion (18) aus dem unteren Bereich der Trennsäule (16) entnommen und in die Niederdrucksäule (5) eingeleitet wird.
- 25 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein Kopfgas (40, 41, 42) aus dem oberen Bereich der Trennsäule (16) entnommen und arbeitsleistend entspannt (43) wird.
- 30 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** gasförmiger Kopfstickstoff (23) aus der Niederdrucksäule (5) im Verflüssigungsraum eines Kopfkondensators (22) durch indirekten Wärmeaustausch mit einer im Verdampfungsraum des Kopfkondensators (22) verdampfenden Kühlfraction (19, 20) mindestens teilweise kondensiert wird und mindestens ein Teil des dabei erzeugten flüssigen Stickstoffs (24, 25) als Rücklauf auf die Niederdrucksäule (5) aufgegeben wird.
- 35 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** die hoch reine Stickstofffraktion mindestens einen theoretischen oder praktischen Boden unterhalb des Kopfs der Niederdrucksäule entnommen wird.
- 40 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** die hoch reine Stickstofffraktion (28, 30, 31, 33, 34) stromabwärts ihrer Entnahme (28) aus der Niederdrucksäule (5) in flüssigem Zustand auf einen erhöhten Druck gebracht (29), anschließend in einem Produktverdampfer (32) durch indirekten Wärmeaustausch verdampft und als hoch reines Produkt abgeführt (33, 34) wird.
- 45 9. Vorrichtung zur Gewinnung von hoch reinem Stickstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft mit einem Rektifiziersäulensystem, das eine Hochdrucksäule (4) und eine Niederdrucksäule (5) aufweist, mit einer Einsatzluftleitung (1, 3) zur Einleitung von Einsatzluft (1, 3) in die Hochdrucksäule (4), Mitteln (13, 14, 16, 18) zur Einleitung einer sauerstoffangereicherten Fraktion aus der Hochdrucksäule (4) in die Niederdrucksäule (5) und mit einer Produktleitung (28, 30, 31, 33, 34) zur Entnahme einer hoch reinen Stickstofffraktion aus der Niederdrucksäule (5), **dadurch gekennzeichnet, dass** die Mittel zur Einleitung einer sauerstoffangereicherten Fraktion aus der Hochdrucksäule in die Niederdrucksäule eine Reinigungsstufe (16) zur Entfernung von leichterflüchtigen Verunreinigungen aufweisen.
- 50 10. Vorrichtung nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Reinigungsstufe eine Trennsäule (16), insbesondere eine Abtriebssäule aufweist.
11. Vorrichtung nach Anspruch 10, **gekennzeichnet durch** eine Gasleitung (17) zur Einführung einer gasförmigen Fraktion aus der Niederdrucksäule (5) in den unteren Bereich der Trennsäule (16).
- 55 12. Vorrichtung nach Anspruch 10 oder 11, **gekennzeichnet durch** eine Kopfgasleitung (40, 41, 42), die den oberen Bereich der Trennsäule (16) mit dem Eintritt einer Entspannungsmaschine (43) verbindet.
13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 12, **gekennzeichnet durch** einen Kopfkondensator (22), dessen

## EP 1 403 602 A1

Verflüssigungsraum mit dem Kopfbereich der Niederdrucksäule (5) in Strömungsverbindung (23, 24, 25) steht und dessen Verdampfungsraum mit Mitteln (19, 20) zur Einleitung einer Kühlfraction (19, 20) verbunden ist.

5 14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 13, **gekennzeichnet durch** einen Stoffaustauschabschnitt im Umfang mindestens eines theoretischen oder praktischen Bodens, der in der Niederdrucksäule (5) zwischen deren Kopf und der Produktleitung (28) angeordnet ist.

10 15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 14, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Produktleitung (28, 30, 31, 33, 34) stromabwärts ihrer Verbindung mit der Niederdrucksäule (5) Mittel (29) zur Erhöhung des Drucks der hoch reinen Stickstofffraction in flüssigem Zustand und einen Produktverdampfer (32) aufweist.

15

20

25

30

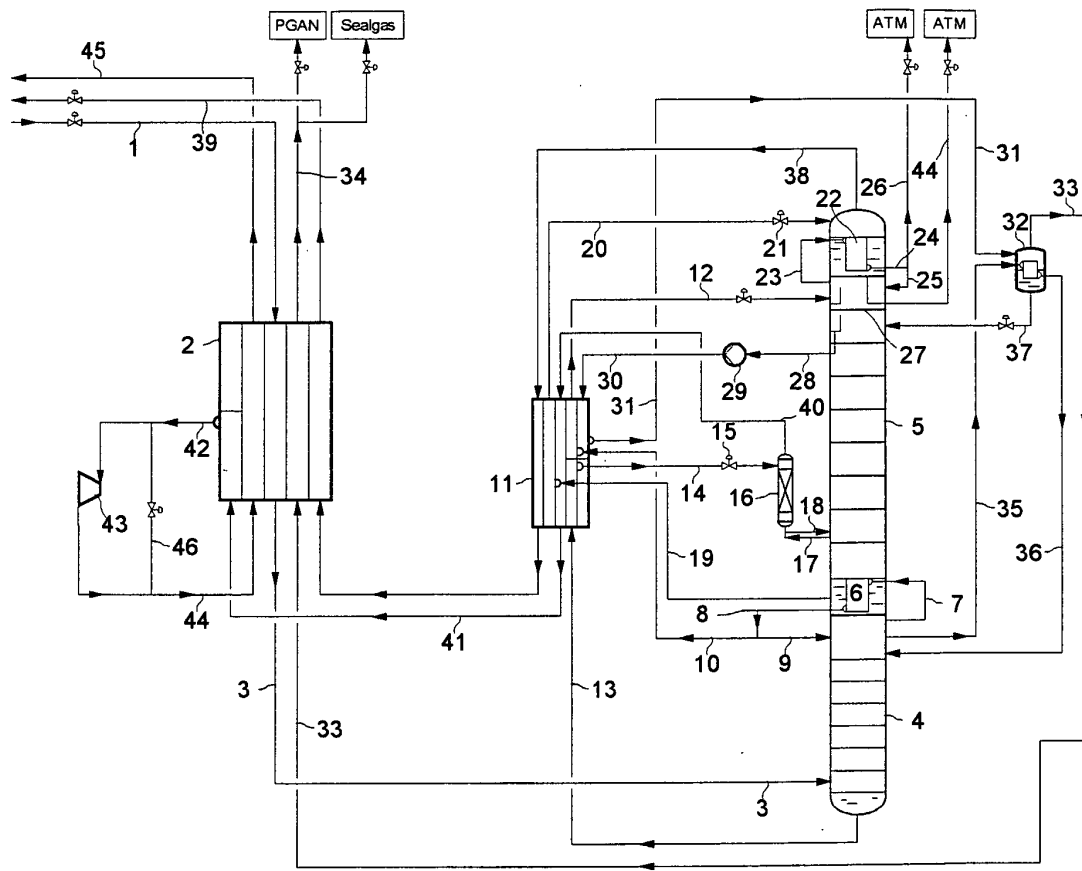
35

40

45

50

55





Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung  
EP 02 02 3334

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 015, no. 069 (M-1083), 19. Februar 1991 (1991-02-19) -& JP 02 293578 A (NIPPON SANJO KK), 4. Dezember 1990 (1990-12-04) * Zusammenfassung *	1-5,9-12	F25J3/04
X	US 5 123 947 A (AGRAWAL RAKESH) 23. Juni 1992 (1992-06-23)  * Spalte 6, Zeile 65 - Spalte 7, Zeile 40; Abbildung 3 *	1,2,4-7, 9,10, 12-14	
X	US 5 137 559 A (AGRAWAL RAKESH) 11. August 1992 (1992-08-11) * Spalte 6, Zeile 48 - Spalte 7, Zeile 51; Abbildungen 2,3 *	1,7-9, 14,15	
D,A	US 6 196 022 B1 (DIETRICH ROTTMANN ET AL) 6. März 2001 (2001-03-06) * das ganze Dokument *	6-8, 13-15	
D,A	EP 1 146 301 A (LINDE GAS AG) 17. Oktober 2001 (2001-10-17) * das ganze Dokument *	6,7,13, 14	F25J
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort <b>MÜNCHEN</b>		Abschlußdatum der Recherche <b>8. April 2003</b>	Prüfer <b>Göritz, D</b>
<p><b>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</b></p> <p>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet  Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie  A : technologischer Hintergrund  O : mündliche Offenbarung  P : Zwischenliteratur</p> <p>T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze  E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist  D : in der Anmeldung angeführtes Dokument  L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument  &amp; : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p>			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)



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

EP 02 02 3334

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.

08-04-2003

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
JP 02293578	A	04-12-1990	JP	2781984 B2	30-07-1998
-----					
US 5123947	A	23-06-1992	CA	2058490 A1	04-07-1992
			JP	4292777 A	16-10-1992
			JP	7089016 B	27-09-1995
-----					
US 5137559	A	11-08-1992	CA	2048146 A1	07-02-1992
			JP	2656403 B2	24-09-1997
			JP	4227462 A	17-08-1992
			US	5205127 A	27-04-1993
-----					
US 6196022	B1	06-03-2001	EP	0955509 A1	10-11-1999
			JP	11351738 A	24-12-1999
-----					
EP 1146301	A	17-10-2001	DE	10018200 A1	18-10-2001
			EP	1146301 A1	17-10-2001
-----					

EPO FORM P0461

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