

(19)



(11)

EP 1 995 537 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:

26.11.2008 Patentblatt 2008/48

(51) Int Cl.:

F25J 3/04 (2006.01)(21) Anmeldenummer: **08008679.6**(22) Anmeldetag: **08.05.2008**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MT NL NO PL PT
RO SE SI SK TR**

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL BA MK RS(30) Priorität: **24.05.2007 DE 102007024168**(71) Anmelder: **Linde Aktiengesellschaft
80807 München (DE)**

(72) Erfinder:

- **Lochner, Stefan
85567 Grafing (DE)**
- **Lauter, Michael
86163 Augsburg (DE)**

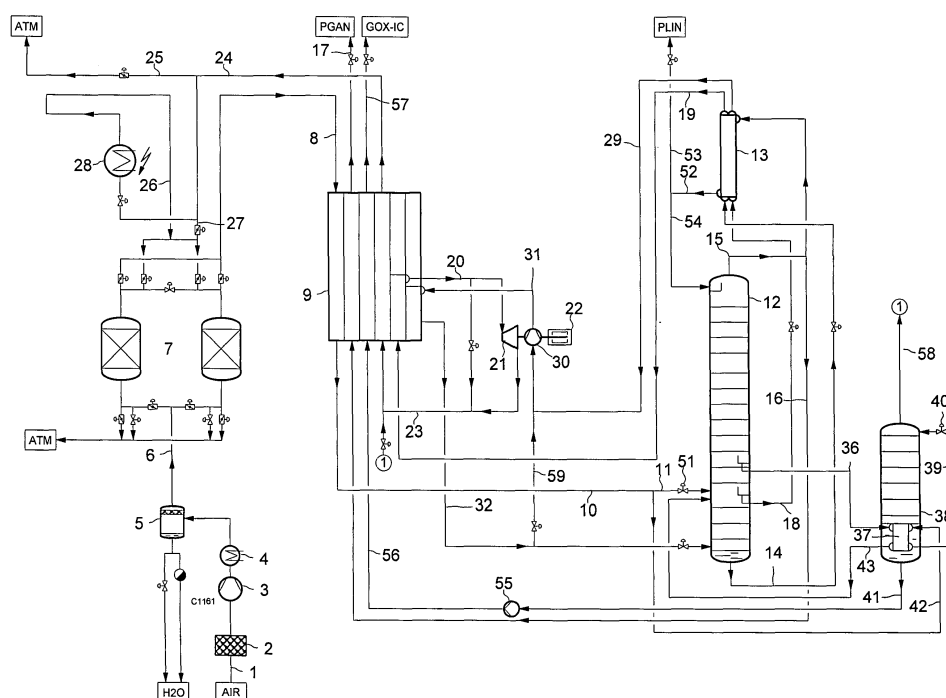
(74) Vertreter: **Imhof, Dietmar**

**Linde AG
Legal Services Intellectual Property
Dr.-Carl-von-Linde-Straße 6-14
82049 Pullach (DE)**

(54) Verfahren und Vorrichtung zur Tieftemperatur-Luftzerlegung

(57) Das Verfahren und die Vorrichtung dienen zur Tieftemperatur-Luftzerlegung. Einsatzluft (8) wird in einem Hauptwärmetauscher (9) abgekühlt und in eine Einzelsäule (12) zur Stickstoffgewinnung eingeleitet (11,43). Ein Stickstoff-Produktstrom (15,16,17) wird aus dem oberen Bereich der Einzelsäule (12) entnommen. Eine erste Restfraktion (18,29) wird aus dem unteren oder mittleren Bereich der Einzelsäule (12) entnommen, rückverdichtet (30) und anschließend wieder der Einzelsäule

(12) zugeleitet (32). Ein sauerstoffhaltiger Strom (36) wird der Einzelsäule (12) an einer Zwischenstelle entnommen und einer Reinsauerstoffsäule (38) zugeleitet (39). Ein Reinsauerstoff-Produktstrom (41) wird in flüssigem Zustand aus dem unteren Bereich der Reinsauerstoffsäule (38) entnommen. Der Reinsauerstoff-Produktstrom (41,56) wird in dem Hauptwärmetauscher (9) gegen Einsatzluft (8) verdampft und angewärmt und schließlich als gasförmiges Produkt (57) gewonnen.

**EP 1 995 537 A2**

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Tieftemperatur-Luftzerlegung gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

[0002] Derartige Verfahren, bei denen zusätzlich zu dem Stickstoffprodukt eines Einzelsäulenverfahrens auch reiner Sauerstoff als Produkt gewonnen werden kann, sind aus EP 807792 B1 und der US-Anmeldung 11/676,773 vom 20.02.2007 bekannt, bei denen das Sauerstoffprodukt in flüssigem Zustand aus der Reinsauerstoff-Produktstrom abgezogen und aus dem Verfahren entfernt wird. Dieses an sich sehr wirtschaftliche Verfahren erlaubt jedoch nur die Gewinnung relativ geringer Produktmengen an Sauerstoff, etwa 1 bis 2 % der Luftmenge. Solche Anlagen werden häufig für die Versorgung der Elektronikindustrie mit Stickstoff für die Halbleiterproduktion eingesetzt; dort werden häufig zusätzlich zum Stickstoff Reinsauerstoffmengen benötigt, die oberhalb der oben genannten Produktmenge liegt.

[0003] Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art und eine entsprechende Vorrichtung anzugeben, bei denen eine relativ große Menge an Reinsauerstoffprodukt erzeugt werden kann.

[0004] Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, dass der Reinsauerstoff-Produktstrom in dem Hauptwärmetauscher gegen Einsatzluft verdampft und angewärmt und schließlich als gasförmiges Produkt gewonnen wird.

[0005] Diese Verfahrensweise ist grundsätzlich bei Doppelsäulenverfahren als "Innenverdichtung" bekannt. Diese wird als Alternative zur gasförmigen Produktverdichtung (Außenverdichtung) angewendet, wenn das gasförmige Produkt unter Druck gewonnen werden soll.

[0006] Die Zielrichtung der Erfindung ist jedoch eine andere: Die Produktverdampfung dient hier in erster Linie der Rückgewinnung der Verflüssigungskälte, die in dem flüssig abgezogenen Reinsauerstoff-Produktstrom enthalten ist. Es hat sich nämlich herausgestellt, dass der limitierende Faktor bei der Sauerstoffproduktmenge durch die Kälteleistung der Anlage gebildet wird. Bei der Erfindung wird die Verflüssigungskälte, die bei den bekannten Verfahren mit dem Sauerstoffprodukt abgeführt wird, in dem Hauptwärmetauscher auf die Einsatzluft beziehungsweise auf einen Teilstrom der Einsatzluft übertragen und bleibt somit dem Prozess (bis auf die üblichen Austauschverluste) erhalten.

[0007] Der "Hauptwärmetauscher" wird vorzugsweise durch einen einzigen Wärmetauscherblock gebildet. Bei größeren Anlagen kann es sinnvoll sein, den Hauptwärmetauscher durch mehrere hinsichtlich des Temperaturverlaufs parallel geschaltete Stränge zu realisieren, die durch voneinander getrennte Bauelemente gebildet werden. Grundsätzlich ist es möglich, dass der Hauptwärmetauscher beziehungsweise jeder dieser Stränge durch zwei oder mehr seriell verbundene Blöcke gebildet wird.

[0008] Der Begriff "Verdampfen" schließt hier eine

Pseudo-Verdampfung unter überkritischem Druck ein. Der Druck, unter dem der Reinsauerstoff-Produktstrom in den Hauptwärmetauscher eingeleitet wird, kann also auch über dem kritischen Druck liegen, ebenso wie der Druck des Wärmeträgers, der gegen den Reinsauerstoff-Produktstrom (pseudo-)kondensiert wird.

[0009] Wenn der Sauerstoff vor Ort unter einem erhöhten Druck benötigt wird, der oberhalb des Betriebsdrucks der Reinsauerstoffsäule liegt, ist es günstig, wenn der Reinsauerstoff-Produktstrom in flüssigem Zustand auf einen erhöhten Druck gebracht wird. Dadurch kann im Rahmen der Erfindung ein warmer Sauerstoffverdichter entfallen oder zumindest relativ klein ausgeführt sein.

[0010] Es ist ferner günstig, wenn die Rückverdichtung der ersten Restfraktion mittels eines Kaltverdichters vorgenommen wird. Unter "Kaltverdichter" wird hier ein Verdichter verstanden, der bei einer Eintrittstemperatur von weniger als 200 K, vorzugsweise weniger als 150 K, insbesondere zwischen 90 und 120 K betrieben wird.

[0011] In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung wird eine zweite Restfraktion aus dem unteren Bereich der Einzelsäule entnommen und in einer Entspannungsmaschine arbeitsleistend entspannt, wobei die bei der arbeitsleistenden Entspannung erzeugte mechanische Energie mindestens teilweise zur Rückverdichtung der ersten Restfraktion genutzt wird. Die Übertragung der mechanischen Energie auf den Rückverdichter erfolgt unmittelbar mechanisch, beispielsweise über eine gemeinsame Welle von Entspannungsmaschine und Rückverdichter. Insbesondere dann, wenn der Rückverdichter als Kaltverdichter ausgebildet ist, wird vorzugsweise nur ein Teil der von der Entspannungsmaschine erzeugten mechanischen Energie auf den Rückverdichter übertragen; der Rest geht an eine warme Bremsvorrichtung, z. B. ein Bremsgebläse, ein Generator oder eine dissipative Bremse.

[0012] In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung weist die Einzelsäule einen Kopfkondensator auf, in dem Dampf aus dem oberen Bereich der Einzelsäule mindestens teilweise kondensiert wird, wobei in dem Kopfkondensator die erste Restfraktion vor ihrer Rückverdichtung und/oder die zweite Restfraktion vor ihrer arbeitsleistenden Entspannung mindestens teilweise verdampft werden.

[0013] Mindestens ein Teil des in dem Kopfkondensator gewonnenen Kondensats wird als Rücklauf auf die Einzelsäule aufgegeben. Falls die beiden Restfraktionen dieselbe Zusammensetzung aufweisen, können sie gemeinsam durch den Kopfkondensator geführt werden. Vorzugsweise werden sie jedoch in getrennten Passagen des Kopfkondensators, insbesondere wenn sie unterschiedliche Zusammensetzung aufweisen.

[0014] Es ist günstig, wenn die zweite Restfraktion am Sumpf der Einzelsäule abgezogen wird.

[0015] Die erste Restfraktion kann grundsätzlich gemeinsam mit der zweiten aus der Einzelsäule abgezogen werden, zum Beispiel am Sumpf (siehe EP 412793 B2). In vielen Fällen ist es jedoch günstiger, wenn die erste

Restfraktion einen höheren Stickstoffgehalt als die zweite Restfraktion aufweist. Dann wird die erste Restfraktion von einer Zwischenstelle der Einzelsäule abgezogen, die oberhalb des Sumpfs angeordnet ist, insbesondere oberhalb der Stelle, an der die zweite Restfraktion entnommen wird. Die beiden Restfraktionen werden dann getrennt im Kopfkondensator verdampft und der Rückverdichtung beziehungsweise der arbeitsleistenden Entspannung zugeführt.

[0016] Außerdem betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Tieftemperatur-Luftzerlegung gemäß Patentanspruch 8.

[0017] Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden im Folgenden anhand eines in der Zeichnung schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

[0018] Atmosphärische Luft 1 wird über ein Filter 2 von einem Luftverdichter angesaugt und dort auf einen Absolutdruck von 6 bis 20 bar, vorzugsweise etwa 9 bar verdichtet. Nach Durchströmen eines Nachkühlers 4 und eines Wasserabscheiders 5 wird die verdichtete Luft 6 in einer Reinigungsvorrichtung 7 gereinigt, die ein Paar von mit Adsorptionsmaterial, vorzugsweise Molekularsieb, gefüllten Behältern aufweist. Die gereinigte Luft 8 wird in einem Hauptwärmetauscher 9 auf etwa Taupunkt abgekühlt und teilweise verflüssigt. Ein erster Teil 11 der abgekühlten Luft 10 wird über ein Drosselventil 51 in eine Einzelsäule 12 eingeleitet. Die Einspeisung erfolgt vorzugsweise einige praktische oder theoretische Böden oberhalb des Sumpfs.

[0019] Der Betriebsdruck der Einzelsäule 12 (am Kopf) beträgt 6 bis 20 bar, vorzugsweise etwa 9 bar. Ihr Kopfkondensator wird mit einer ersten Restfraktion 18 und einer zweiten Restfraktion 14 gekühlt. Die zweite Restfraktion 14 wird vom Sumpf der Einzelsäule 12 abgezogen, die erste Restfraktion 14 von einer Zwischenstelle einige praktische oder theoretische Böden oberhalb der Luftzuspeisung oder auf gleicher Höhe wie diese.

[0020] Als Hauptprodukt der Einzelsäule 12 wird gasförmiger Stickstoff 15, 16 am Kopf abgezogen, im Hauptwärmetauscher 9 auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt und schließlich über Leitung 17 als gasförmiges Druckprodukt (PGAN) abgezogen. Ein Teil 53 des Kondensats 52 aus dem Kopfkondensator 13 kann als Flüssigstickstoffprodukt (PLIN) gewonnen werden; der Rest 54 wird als Rücklauf auf den Kopf der Einzelsäule gegeben.

[0021] Die erste Restfraktion 18 wird im Kopfkondensator 13 unter einem Druck von 2 bis 9 bar, vorzugsweise etwa 4 bar verdampft und strömt gasförmig über Leitung 29 zu einem Kaltverdichter 30, in dem sie auf etwa den Betriebsdruck der Einzelsäule rückverdichtet wird. Die rückverdichtete Restfraktion 31 wird im Hauptwärmetauscher 9 wieder auf Säulentemperatur abgekühlt und schließlich über Leitung 32 der Einzelsäule 12 am Sumpf wieder zugeführt.

[0022] Die zweite Restfraktion 14 wird im Kopfkondensator 13 unter einem Druck von 2 bis 9 bar, vorzugsweise

etwa 4 bar verdampft und strömt gasförmig über Leitung 19 zum kalten Ende des Hauptwärmetauschers 9. Aus diesem wird sie bei einer Zwischentemperatur wieder entnommen (Leitung 20) und in einer Entspannungsmaschine 21, die in dem Beispiel als Turboexpander ausgebildet ist, arbeitsleistend auf etwa 300 mbar über Atmosphärendruck entspannt. Die Entspannungsmaschine ist mechanisch gekoppelt mit dem Kaltverdichter 30 und einer Bremseinrichtung 22, die in dem Ausführungsbeispiel durch eine Ölbremse gebildet wird. Die entspannte zweite Restfraktion 23 wird im Hauptwärmetauscher 9 auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt. Die warme zweite Restfraktion 24 wird in die Atmosphäre abgelassen (Leitung 25) und/oder als Regeneriergas 26, 27 in der Reinigungsvorrichtung 7 eingesetzt, gegebenenfalls nach Erhitzung in der Heizeinrichtung 28.

[0023] Ein sauerstoffhaltiger Strom 36, der im Wesentlichen frei von schwererflüchtigen Verunreinigungen ist, wird von einer Zwischenstelle der Einzelsäule 12 in flüssigem Zustand abgezogen, die 5 bis 25 theoretische oder praktische Böden oberhalb der Luftzuspeisung angeordnet ist. Der sauerstoffhaltige Strom 36 wird gegebenenfalls in einem Sumpfverdampfer 37 einer Reinsauerstoffsäule 38 unterkühlt und über Leitung 39 und Drosselventil 40 auf den Kopf der Reinsauerstoffsäule 38 aufgegeben. Der Betriebsdruck der Reinsauerstoffsäule 38 (am Kopf) beträgt 1,3 bis 4 bar, vorzugsweise etwa 2,5 bar.

[0024] Der Sumpfverdampfer 37 der Reinsauerstoffsäule 38 wird außerdem mittels eines zweiten Teils 42 der abgekühlten Einsatzluft 10 gekühlt. Der Einsatzluftstrom 42 wird dabei mindestens teilweise, beispielsweise vollständig kondensiert und strömt über Leitung 43 zur Einzelsäule 12, wo er etwa auf Höhe der Zuspeisung der übrigen Einsatzluft 11 eingeleitet wird.

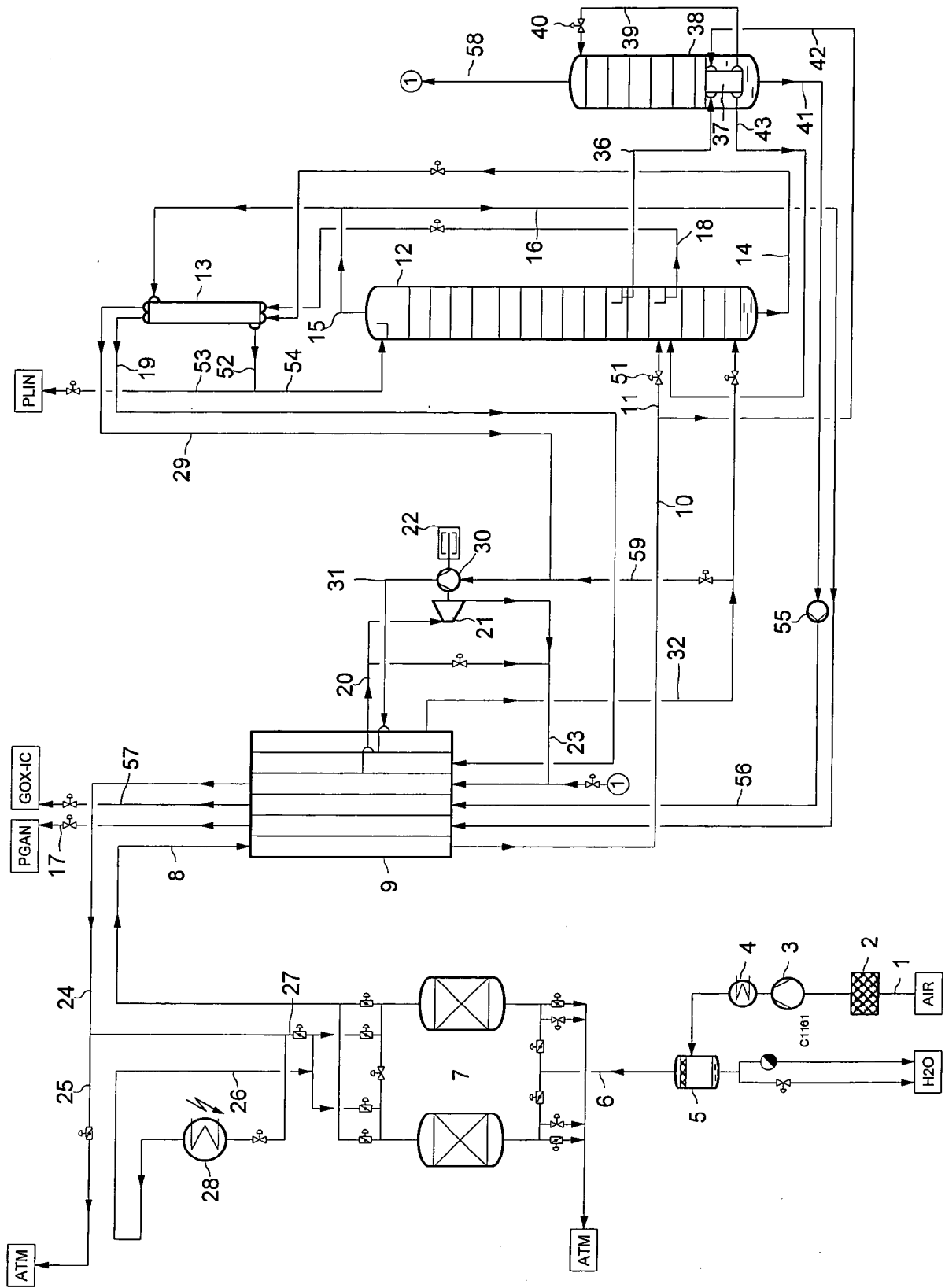
[0025] Vom Sumpf der Reinsauerstoffsäule 38 wird ein Reinsauerstoff-Produktstrom 41 in flüssigem Zustand entnommen, mittels einer Pumpe 55 auf einen erhöhten Druck von 2 bis 100 bar, vorzugsweise etwa 12 bar gebracht, über Leitung 56 zum kalten Ende des Hauptwärmetauschers 9 geführt, dort unter dem erhöhten Druck verdampft und auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt und schließlich über Leitung 57 als gasförmiges Produkt (GOX-IC) gewonnen.

[0026] Das Kopfgas 58 der Reinsauerstoffsäule 38 wird der entspannten zweiten Restfraktion 23 zugemischt. Über eine Bypassleitung 59 wird gegebenenfalls ein Teil der Einsatzluft zur Pumpverhütung des Kaltverdichters 30 zu dessen Eintritt geleitet (anti-surge control).

[0027] Bei Bedarf kann der Anlage stromaufwärts und/oder stromabwärts der Pumpe 55 ein flüssiger Sauerstoffs als Flüssigprodukt entnommen werden (in der Zeichnung nicht dargestellt). Zusätzlich kann eine externe Flüssigkeit, zum Beispiel flüssiges Argon, flüssiger Stickstoff oder flüssiger Sauerstoff aus einem Flüssigtank, in dem Hauptwärmetauscher 9 in indirektem Wärmeaustausch mit der Einsatzluft verdampft werden (in der Zeichnung nicht dargestellt).

Patentansprüche

1. Verfahren zur Tieftemperatur-Luftzerlegung, bei dem
 - Einsatzluft (8) in einem Hauptwärmetauscher (9) abgekühlt und in eine Einzelsäule (12) zur Stickstoffgewinnung eingeleitet (11, 43) wird,
 - ein Stickstoff-Produktstrom (15, 16, 17) aus dem oberen Bereich der Einzelsäule (12) entnommen wird,
 - eine erste Restfraktion (18, 29) aus dem unteren oder mittleren Bereich der Einzelsäule (12) entnommen, rückverdichtet (30) und anschließend wieder der Einzelsäule (12) zugeleitet (32) wird,
 - ein sauerstoffhaltiger Strom (36) der Einzelsäule (12) an einer Zwischenstelle entnommen und einer Reinsauerstoffsäule (38) zugeleitet (39) wird und
 - ein Reinsauerstoff-Produktstrom (41) in flüssigem Zustand aus dem unteren Bereich der Reinsauerstoffsäule (38) entnommen wird,**dadurch gekennzeichnet, dass**
 - der Reinsauerstoff-Produktstrom (41, 56) in dem Hauptwärmetauscher (9) gegen Einsatzluft (8) verdampft und angewärmt
 - und schließlich als gasförmiges Produkt (57) gewonnen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Reinsauerstoff-Produktstrom (41) in flüssigem Zustand auf einen erhöhten Druck gebracht (55) wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Rückverdichtung (30) der ersten Restfraktion (18, 29) mittels eines Kaltverdichters vorgenommen wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine zweite Restfraktion (14, 19) aus dem unteren Bereich der Einzelsäule (12) entnommen und in einer Entspannungsmaschine (21) arbeitsleistend entspannt wird, wobei die bei der arbeitsleistenden Entspannung erzeugte mechanische Energie mindestens teilweise zur Rückverdichtung der ersten Restfraktion genutzt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Einzelsäule (12) einen Kopfkondensator (13) aufweist, in dem Dampf aus dem oberen Bereich der Einzelsäule mindestens teilweise kondensiert wird, wobei in dem Kopfkondensator die erste Restfraktion (18) vor ihrer Rückverdichtung (30) und/oder die zweite Restfraktion (14) vor ihrer arbeitsleistenden Entspannung
- (21) mindestens teilweise verdampft werden.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** die zweite Restfraktion (14) am Sumpf der Einzelsäule (12) abgezogen wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** die erste Restfraktion (18) von einer Zwischenstelle der Einzelsäule (12) abgezogen, die oberhalb des Sumpfs angeordnet ist, insbesondere oberhalb der Stelle, an der die zweite Restfraktion (14) entnommen wird.
8. Vorrichtung zur Tieftemperatur-Luftzerlegung, mit - einem Hauptwärmetauscher (9) zur Abkühlung von Einsatzluft (8),
 - Mitteln (11, 43) zur Einführung der abgekühlten Einsatzluft in eine Einzelsäule (12) zur Stickstoffgewinnung,
 - einer Stickstoff-Produktleitung (15, 16, 17), die mit dem oberen Bereich der Einzelsäule (12) verbunden ist,
 - einer ersten Restfraktionsleitung (18, 29, 31, 32) zur Entnahme einer ersten Restfraktion aus dem unteren oder mittleren Bereich der Einzelsäule (12), die durch einen Rückverdichter (30) und anschließend wieder mit der Einzelsäule (12) verbunden ist,
 - Mitteln zur Entnahme eines sauerstoffhaltigen Stroms (36, 39) von einer Zwischenstelle der Einzelsäule (12) und zu dessen Einleitung in eine Reinsauerstoffsäule (38) und mit
 - einer Reinsauerstoff-Produktleitung (41, 56) zur Entnahme eines Reinsauerstoff-Produktstroms in flüssigem Zustand aus dem unteren Bereich der Reinsauerstoffsäule (38),**dadurch gekennzeichnet, dass**
 - der Reinsauerstoff-Produktleitung (41, 56) mit dem Hauptwärmetauscher (9) verbunden ist und
 - die Vorrichtung eine Gasproduktleitung (57) zur Entnahme von gasförmigem Reinsauerstoff-Produkt aus dem Hauptwärmetauscher (9) aufweist.
9. Vorrichtung nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** in der Reinsauerstoff-Produktleitung (41, 56) Mittel (55) zur Druckerhöhung in flüssigem Zustand angeordnet sind.
10. Vorrichtung nach Anspruch 8 oder 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Rückverdichter (30) als Kaltverdichter ausgebildet ist.



IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- EP 807792 B1 [0002]
- US 11676773 B [0002]
- EP 412793 B2 [0015]