

# (11) **EP 3 133 361 A1**

(12)

# **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:

22.02.2017 Patentblatt 2017/08

(51) Int Cl.:

F25J 3/04 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: 16001736.4

(22) Anmeldetag: 04.08.2016

(84) Benannte Vertragsstaaten:

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

Benannte Erstreckungsstaaten:

**BA ME** 

Benannte Validierungsstaaten:

MA MD

(30) Priorität: 20.08.2015 EP 15002477

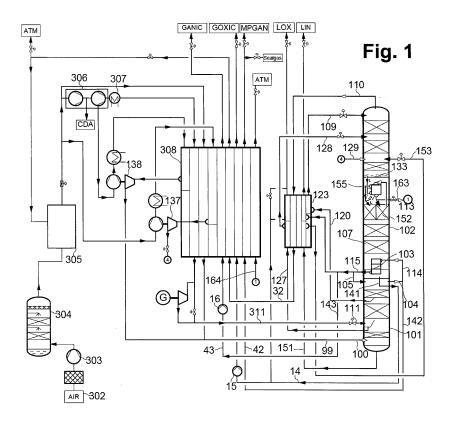
(71) Anmelder: Linde Aktiengesellschaft 80331 München (DE)

(72) Erfinder: Goloubev, Dimitri 82538 Geretsried (DE)

# (54) DESTILLATIONSSÄULEN-SYSTEM UND ANLAGE ZUR ERZEUGUNG VON SAUERSTOFF DURCH TIEFTEMPERATURZERLEGUNG VON LUFT

(57) Das Destillationssäulen-System und die Anlage dienen zur Erzeugung von Sauerstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft. Das Destillationssäulen-System weist eine Hochdrucksäule (101) und eine Niederdrucksäule (102), einen Hauptkondensator (103), und eine Argonsäule (152) mit Argonsäulen-Kopfkondensator (155) auf. Die Niederdrucksäule (102) enthält einen oberen

Stoffaustauschbereich (131), einen unteren Stoffaustauschbereich (132) und einen mittleren Stoffaustauschbereich (130). Der Argonsäulen-Kopfkondensator (155, 255) ist innerhalb der Niederdrucksäule (102) zwischen dem oberen und dem mittleren Stoffaustauschbereich angeordnet und als Forced-Flow-Verdampfer ausgebildet.



EP 3 133 361 A1

#### Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Destillationssäulen-System zur Erzeugung von Sauerstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

[0002] Die Grundlagen der Tieftemperaturzerlegung von Luft im Allgemeinen sowie der Aufbau von Zwei-Säulen-Anlagen im Speziellen 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. Die Wärmeaustauschbeziehung zwischen Hochdrucksäule und Niederdrucksäule einer Doppelsäule wird im Regelfall durch einen Hauptkondensator realisiert, in dem Kopfgas der Hochdrucksäule gegen verdampfende Sumpfflüssigkeit der Niederdrucksäule verflüssigt wird.

[0003] Das Destillationssäulen-System der Erfindung kann grundsätzlich als klassisches Zwei-Säulen-System mit Hochdrucksäule und Niederdrucksäule ausgebildet sein. Es kann zusätzlich zu den beiden Trennsäulen zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung weitere Vorrichtungen zur Gewinnung anderer Luftkomponenten, insbesondere von Edelgasen aufweisen, beispielsweise eine Krypton-Xenon-Gewinnung.

[0004] Der Hauptkondensator ist bei der Erfindung als Kondensator-Verdampfer ausgebildet. Als "Kondensator-Verdampfer" wird ein Wärmetauscher bezeichnet, in dem ein erster, kondensierender Fluidstrom in indirekten Wärmeaustausch mit einem zweiten, verdampfenden Fluidstrom tritt. Jeder Kondensator-Verdampfer weist einen Verflüssigungsraum und einen Verdampfungsraum auf, die aus Verflüssigungspassagen beziehungsweise Verdampfungspassagen bestehen. In dem Verflüssigungsraum wird die Kondensation (Verflüssigung) des ersten Fluidstroms durchgeführt, in dem Verdampfungsraum die Verdampfung des zweiten Fluidstroms. Verdampfungs- und Verflüssigungsraum werden durch Gruppen von Passagen gebildet, die untereinander in Wärmeaustauschbeziehung stehen.

[0005] Üblicherweise ist der Hauptkondensator als Badverdampfer, insbesondere als Kaskadenverdampfer (beispielsweise wie in EP 1287302 B1 = US 6748763 B2 beschrieben) ausgebildet. Er kann durch einen einzigen Wärmetauscherblock gebildet werden oder auch durch mehrere Wärmetauscherblöcke, die in einem gemeinsamen Druckbehälter angeordnet sind.

[0006] Unter einer "Argonausschleussäule" wird hier eine Trennsäule zur Argon-Sauerstoff-Trennung bezeichnet, die nicht zur Gewinnung eines reinen Argonprodukts, sondern zur Ausschleusung von Argon aus der Luft dient, die in Hochdrucksäule und Niederdrucksäule zerlegt wird. Ihre Schaltung unterscheidet sich nur wenig von der einer klassischen Rohargonsäule, die im Allgemeinen 70 bis 180 theoretische Böden aufweist; allerdings enthält sie deutlich weniger theoretische Böden, nämlich weniger als 40, insbesondere zwischen 15 und

35. Wie eine Rohargonsäule ist der Sumpfbereich einer Argonausschleussäule mit einer Zwischenstelle der Niederdrucksäule verbunden, und die Argonausschleussäule wird üblicherweise durch einen Kopfkondensator gekühlt, auf dessen Verdampfungsseite entspannte Sumpfflüssigkeit aus der Hochdrucksäule eingeleitet wird; eine Argonausschleussäule weist in der Regel keinen Sumpfverdampfer auf.

**[0007]** Das Wort "Argonsäule" wird hier als Oberbegriff für Argonausschleussäulen, vollwertige Rohargonsäulen und alle Übergänge dazwischen verwendet.

[0008] Das Destillationssäulen-System einer Luftzerlegungsanlage ist in einer oder mehreren Coldboxen angeordnet. Unter einer "Coldbox" wird hier eine isolierende Umhüllung verstanden, die einen wärmeisolierten Innenraum vollständig mit Außenwänden umfasst; in dem Innenraum sind zu isolierende Anlagenteile angeordnet, zum Beispiel ein oder mehrere Trennsäulen und/oder Wärmetauscher. Die isolierende Wirkung kann durch entsprechende Ausgestaltung der Außenwände und/oder durch die Füllung des Zwischenraums zwischen Anlagenteilen und Außenwänden mit einem Isoliermaterial bewirkt werden. Bei der letzteren Variante wird vorzugsweise ein pulverförmiges Material wie zum Beispiel Perlite verwendet. Sowohl das Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung einer Tieftemperatur-Luftzerlegungsanlage als auch der Hauptwärmetauscher und weitere kalte Anlagenteile müssen von einer oder mehreren Coldboxen umschlossen sein. Die Außenmaße der Coldbox bestimmen üblicherweise die Transportmaße des Pakets bei vorgefertigten Anla-

[0009] Ein "Hauptwärmetauscher" dient zur Abkühlung von Einsatzluft in indirektem Wärmeaustausch mit Rückströmen aus dem Destillationssäulen-System. Er kann aus einem einzelnen oder mehreren parallel und/oder seriell verbundenen Wärmetauscherabschnitten gebildet sein, zum Beispiel aus einem oder mehreren Plattenwärmetauscher-Blöcken. Separate Wärmetauscher, die speziell der Verdampfung oder Pseudo-Verdampfung eines einzigen flüssigen oder überkritischen Fluids dienen, ohne Anwärmung und/oder Verdampfung eines weiteren Fluids, gehören nicht zum Hauptwärmetauscher. Ein solcher separater Wärmetauscher kann beispielsweise durch einen Nebenkondensator oder durch einen separaten Wärmetauscher zur Verdampfung oder Pseudo-Verdampfung eines flüssigen Stroms unter erhöhtem Druck gebildet werden. Manche Luftzerlegungsanlagen enthalten beispielsweise zusätzlich zum Hauptwärmetauscher einen Nebenkondensator oder einen Hochdrucktauscher zu Verdampfung oder Pseudo-Verdampfung von flüssig auf Druck gebrachtem Produkt gegen einen Hochdruckluftstrom, der durch einen Teil der Einsatzluft gebildet wird.

[0010] Die relativen räumlichen Begriffe "oben", "unten", "über", "unter", "oberhalb", "unterhalb", "vertikal", "horizontal" etc. beziehen sich hier auf die räumliche Ausrichtung der Apparate im Normalbetrieb.

40

[0011] Ein Destillationssäulen-System der eingangs genannten Art ist aus US 5235816 bekannt. Solche Anlagen werden bei der Herstellung regelmäßig so weit wie möglich vorgefertigt, die vorfertigten Teile werden auf die Baustelle transportiert und schließlich dort miteinander verbunden. Je nach Größe der Anlage kann zum Beispiel die gesamte Doppelsäule mit ihrer Coldbox transportiert werden. Wenn die Größe der Anlage das nicht mehr erlaubt, wird die Doppelsäule - gegebenenfalls in zwei Teilen - ohne Coldbox und Verrohrung transportiert. Eine zusätzliche Säule wie die Argonsäule verursacht dabei zusätzlichen Aufwand mit einer eigenen Coldbox. Diese Säule wird separat auf die Baustelle gebracht und dort mit relativ großem Aufwand vor Ort mit dem Rest der Anlage verbunden. Um eine zusätzliche kryogene Pumpe zu vermeiden, wird diese Säule (in einer eigenen Coldbox) auf einem aufwändigen Gestell platziert. Dieses Gestell verursacht unter anderem erhöhten Platzbedarf für die ganze Anlage ("plant footprint").

**[0012]** In Figur 1 von EP 1108965 A1 ist eine Argonsäule offenbart, die in die Niederdrucksäule eingebaut ist und deren Kopfkondensator außerhalb der Niederdrucksäule angeordnet ist.

**[0013]** Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Destillationssäulen-System der eingangs genannten Art möglichst kompakt zu gestalten, seinen Aufbau zu vereinfachen und eine besonders betriebssichere Regelmethode zu finden.

[0014] Diese Aufgabe wird durch die Merkmale des Patentanspruchs 1 gelöst. Demnach wird der Argonsäulen-Kopfkondensator innerhalb der Niederdrucksäule angeordnet. Der Argonausschleussäulen-Kopfkondensator ist als Forced-Flow-(once-through)-Verdampfer ausgeführt; an seinem oberen Ende ist der Verdampfungsraum mit dem Innenraum der Niederdrucksäule verbunden, so dass das dort erzeugte Gas in den oberen Stoffaustauschbereich einströmen kann. Der Argonsäulen-Kopfkondensator braucht bei der Erfindung nicht mittig oberhalb der Argonsäule angeordnet zu sein (falls die Argonsäule ganz oder teilweise in die Niederdrucksäule eingebaut ist), sondern der gesamte Querschnitt der Niederdrucksäule kann genutzt werden.

[0015] In einem Forced-Flow-Verdampfer wird ein Flüssigkeitsstrom mittels seines eigenen Drucks durch den Verdampfungsraum gedrückt und dort partiell verdampft. Dieser Druck wird zum Beispiel durch eine Flüssigkeitssäule in der Zuleitung zum Verdampfungsraum erzeugt. Die Höhe dieser Flüssigsäule entspricht dabei dem Druckverlust im Verdampfungsraum. Das aus dem Verdampfungsraum austretende Gas-Flüssigkeitsgemisch wird nach Phasen getrennt direkt zum nächsten Verfahrensschritt weitergeleitet und insbesondere nicht in ein Flüssigkeitsbad des Kondensator-Verdampfers eingeleitet, von dem der flüssig verbliebene Anteil erneut angesaugt würde ("once through").

**[0016]** In dem Verdampfungsraum des Forced-Flow-Verdampfers wird eine Flüssigkeit teilverdampft. Das dem Austritt entströmende Zwei-Phasen-Gemisch wird

vorzugsweise in einen Flüssigkeitsverteiler am Kopf des mittleren Stoffaustauschbereichs eingeführt. Der verdampfte Anteil strömt nach oben in den oberen Stoffaustauschbereich, der flüssig verbliebende Anteil bildet mindestens einen Teil des Rücklaufs für mindestens einen Teil des mittleren Stoffaustauschbereichs, der insbesondere den Argonabschnitt der Niederdrucksäule bildet.

[0017] Grundsätzlich könnte der Forced-Flow-Verdampfer wie bei üblichen Argonverfahren ausschließlich mit dem Rohsauerstoff aus der Hochdrucksäule betrieben werden. Im Rahmen der Erfindung hat es sich jedoch als günstiger erweisen, den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators mit einer Flüssigkeit zu beaufschlagen, die aus dem oberen Stoffaustauschbereich der Niederdrucksäule stammt. Dazu ist der Flüssigkeitssammler unterhalb des oberen Stoffaustauschbereichs mit Mitteln zum Einleiten von Flüssigkeit aus dem Flüssigkeitssammler über den Eintritt in den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators verbunden. Aus dem oberen Stoffaustauschabschnitt ablaufende Flüssigkeit wird in dem Flüssigkeitssammler zusammengeführt und beispielsweise über eine Leitung in den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators eingeführt. Die Flüssigkeit dient damit zur Kühlung des Kopfs der Argonsäule. Sie ist sauerstoffreicher als der Rohsauerstoff aus der Hochdrucksäule und ermöglicht damit eine niedrigere Temperaturdifferenz und entsprechend niedrigere thermodynamische Verluste in dem Argonsäulen-Kopfkondensator.

[0018] Gemäß der Erfindung ("Regelmethode 3") wird das Zwei-Phasen-Gemisch aus dem Verdampfungsraum des Argonkondensators in einen Behälter eingeleitet, der als Phasentrenneinrichtung und Flüssigkeitspuffer wirkt. Die in dem Behälter abgeschiedene Flüssigkeit wird in den darunterliegenden Flüssigkeitsverteiler geleitet. Die Flüssigkeitsmenge wird dabei mittels einer festen Blende beziehungsweise entsprechender Lochung im Boden des Behälters oder mittels eines Regelventils in der Flüssigkeitsleitung gesteuert. Über eine Gasleitung wird Gas aus dem Behälter abgezogen. Sie enthält ein Regelventil, über das der Druck im Verdampfungsraum eingestellt wird, damit die Temperaturdifferenz im Argonkondensator und somit seine Leistung.

[0019] Grundsätzlich könnte anstelle des Forced-Flow-Kondensators auch ein Fallfilmverdampfer eingesetzt werden, dessen Verdampfungsraum ebenfalls von der ganzen oder fast der ganzen in dem oberen Stoffaustauschabschnitt herabfließenden Flüssigkeit durchflossen wird.

50 [0020] Aus DE 1272322 B ist es bekannt, eine Rohargonsäule mittels einer zylindrischen Trennwand in die Niederdrucksäule einzubauen; der Kopfkondensator ist als konventioneller Badverdampfer ausgebildet und zu einem ersten Teil in der Niederdrucksäule angeordnet.
55 Außerdem wird hier ein weiterer Behälter für den zweiten.

Außerdem wird hier ein weiterer Behälter für den zweiten Teil des Kopfkondensators genutzt.

[0021] Vorzugsweise ist bei der Erfindung der Argonkondensator so ausgebildet, dass er den gesamten

40

Rücklauf für die Argonsäule erzeugt. Es gibt also keinen weiteren Argonkondensator, der außerhalb der Niederdrucksäule angeordnet wäre.

[0022] In der Regel ist die Argonsäule als Argonausschleussäule ausgestaltet. Wenn ein Argonprodukt benötigt wird, kann sie jedoch auch als Rohargonsäule ausgebildet sein, an deren Kopf ein sauerstoffabgereichertes oder sauerstofffreies Rohargonprodukt gewonnen wird. Das Rohargonprodukt wird entweder abgeführt oder der weiteren Aufarbeitung in einer Reinargonsäule zugeleitet.

[0023] Gemäß einer Weiterbildung der Erfindung wird auch die Argonsäule oder ein Teil von ihr innerhalb der Niederdrucksäule angeordnet, und zwar im mittleren Stoffaustauschbereich. Dazu ist dieser als Trennwandabschnitt ausgebildet, das heißt er enthält eine vertikale Trennwand, die den Argonabschnitt der Niederdrucksäule ("erster Stoffaustauschraum") von der Argonsäule ("zweiter Stoffaustauschraum") abtrennt. Der erste Stoffaustauschraum ist oben zum oberen Stoffaustauschbereich und unten zum unteren Stoffaustauschbereich hin offen". Dies bedeutet, dass aufsteigendes Gas ohne wesentliche Behinderung unten in den ersten Stoffaustauschraum einströmen und oben aus dem ersten Stoffaustauschraum ausströmen kann.

[0024] Der zweite Stoffaustauschraum ist nach oben hin zum oberen Stoffaustauschbereich gasdicht verschlossen. Das unten aus dem unteren Stoffaustauschbereich einströmende Gas wird also nach der Rektifikation in dem zweiten Stoffaustauschraum (in der Argonsäule) nicht wieder in die Niederdrucksäule eingeleitet, sondern über eine oder mehrere spezielle Gasleitungen weitergeführt und/oder in den Verflüssigungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators eingeleitet.

**[0025]** Falls nur ein Teil der Argonsäule innerhalb der Niederdrucksäule angeordnet ist, weist die Argonsäule außerdem eine separate Rohargonsäule auf, die sich außerhalb der Niederdrucksäule befindet.

**[0026]** In einer Ausführungsform der Erfindung ist der zweite Stoffaustauschraum unten zum unteren Stoffaustauschbereich hin offen. Das aufsteigende Gas aus dem unteren Stoffaustauschbereich strömt also in den zweiten Stoffaustausch ein und wird dort einer Argon-Sauerstoff-Trennung unterworfen.

[0027] Alternativ ist der zweite Stoffaustauschraum unten zum unteren Stoffaustauschbereich hin verschlossen, sodass im unteren Bereich des zweiten Stoffaustauschraums eine andere Konzentration herrschen kann als am oberen Ende des unteren Stoffaustauschbereichs. Damit kann der rektifikatorisch gesehen "obere" Teil einer Argonsäule in den Trennwandabschnitt eingebaut sein, während der Rest der Argonsäule, der am unteren Ende mit der Niederdrucksäule verbunden ist, separat realisiert wird.

**[0028]** Für eine vollwertige Argonproduktion kann eine separate Rohargonsäule ergänzt werden. Die Argonsäule besteht dann aus der Kombination aus Rohargonsäule und zweitem Stoffaustauschraum, wobei der zweite

Stoffaustauschraum rektifikatorisch gesehen mit dem oberen oder dem unteren Ende der Rohargonsäule verbunden sein kann. In jedem Fall steht der Kopf der Argonsäule in Strömungsverbindung mit dem Verflüssigungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators.

[0029] Enthält die Niederdrucksäule keinen Trennwandabschnitt, wird die Argonsäule ausschließlich durch eine separate Rohargonsäule gebildet. Diese ist dann auf übliche Weise verbunden, indem der Kopf der Argonsäule in Strömungsverbindung mit dem Verflüssigungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators steht und der Sumpf der Argonsäule mit einem Zwischenbereich der Niederdrucksäule in Strömungsverbindung steht, insbesondere mit dem Bereich zwischen mittlerem und unterem Stoffaustauschbereich.

[0030] Es ist ferner vorteilhaft, wenn die Mittel zum Einleiten von Flüssigkeit aus dem Flüssigkeitssammler in den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators zum Einleiten von mindestens 80 mol-%, vorzugsweise mindestens 90mol-% der im Normalbetrieb in den Flüssigkeitssammler strömenden Flüssigkeitsmenge in den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators ausgebildet sind.

**[0031]** Im Rahmen der Erfindung sollte im Normalbetrieb der Anlage möglichst 100 % der Flüssigkeit aus dem Flüssigkeitssammler in den Verdampfungsraum eingeleitet werden.

[0032] Vorzugsweise ist eine Rohsauerstoffleitung zur Einleitung von Rohsauerstoff aus dem Sumpf der Hochdrucksäule in den oberen Stoffaustauschbereich der Niederdrucksäule vorgesehen; alternativ kann der Rohsauerstoff direkt in den Flüssigkeitssammler vor dem Verdampfungsraum eingespeist werden. Bei der Einleitung in die Niederdrucksäule wird diese - an sich übliche - Einleitung von Sumpfflüssigkeit der Hochdrucksäule in die Niederdrucksäule nicht über den Argonsäulen-Kopfkondensator geführt, sondern direkt in den oberen Stoffaustauschbereich. Die Flüssigkeit, die in den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators eingeleitet wird, ist also sauerstoffreicher als beim konventionellen Verfahren, weil hier die unter dem oberen Abschnitt gesammelte Flüssigkeit verwendet wird.

[0033] In einer Ausführungsform weist das Destillationssäulen-System eine Umgehungsleitung auf zum Einleiten von Flüssigkeit aus dem Flüssigkeitssammler, der unterhalb des oberen Stoffaustauschabschnitts angeordnet ist, in den Flüssigkeitsverteiler am Kopf des unteren Stoffaustauschabschnitts) wobei eine Regelventil in der Umgehungsleitung angeordnet ist.

[0034] Über diese Umgehungsleitung kann außerhalb der Erfindung die Leistung des Argonsäulen-Kopfkondensators gesteuert werden. Gegebenenfalls wird das Regelventil geöffnet, eine geringe Menge stickstoffreichere Flüssigkeit strömt direkt in den Verteiler und umgeht damit den mittleren Stoffaustauschabschnitt. Dadurch erhöht sich der Stickstoffgehalt im Verflüssigungsraum des Argon-Kopfkondensators (beziehungsweise im Zweiphasen-Gemisch am Austritt), die mittlere Kon-

25

35

40

45

densationstemperatur sinkt und die Leistung des Kondensators wird vermindert durch Verringerung der treibenden Temperaturdifferenz (Regelmethode 1).

[0035] Alternativ zur erfindungsgemäßen Regelung könnte der Umsatz in der Rohargonsäule auch mithilfe eines Ventils im Gasstrom vor dem Roh-Argonkondensator geregelt werden. Hierbei wird eine Gaszuleitung zur Einleitung von Gas aus der Argonsäule in den Verflüssigungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators genutzt, die ein Regelventil enthält. (Regelmethode 2) [0036] Die Gaszuleitung unmittelbar stromabwärts des Regelventils kann mit einer Anfahrleitung verbunden sein, die zum kontrollierten Abführen von Gas aus der Niederdrucksäule ausgebildet ist.

[0037] Die Anfahrleitung ist mit der Gaszuleitung außerhalb der Behälterwand verbunden und wird nur beim Kaltfahren der Anlage verwendet. Sie einhält ein Regelventil, das im stationären Betrieb geschlossen ist. Hier muss beim Anfahren darauf geachtet werden, dass die Stoffaustauschräume beidseits der Trennwand gleichmäßig abgekühlt werden. Große Temperaturdifferenzen zwischen diesen beiden Abschnitten sind zu vermeiden, um damit die Belastung der Trennwand durch thermisch induzierte Spannungen möglichst niedrig zu halten. Die Anfahrleitung geht dabei entweder ins Freie oder wird vor dem Hauptwärmetauscher in eine Unreinstickstoffleitung eingebunden. Je nach Temperatur rechts und links der Trennwand wird das Regelventil beim Anfahren mehr oder weniger geöffnet. Vorteilhaft ist, dass hier für die Anfahrleitung kein separater Stutzen an der Säule vorgesehen werden muss, sondern die Anfahrleitung direkt in die Gaszuleitung nach dem Regelventil für den Argonsäulen-Kopfkondensator eingebunden wird - also außerhalb der Säule. Diese Anfahrtechnik kann nicht nur bei der Erfindung, sondern grundsätzlich bei Trennwandkolonnenabschnitt mit darüber liegendem Kondensator genutzt werden.

[0038] Die Erfindung betrifft außerdem eine Anlage zur Erzeugung von Sauerstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft gemäß Patentansprüchen 8 bis 12 mit einem Hauptluftverdichter, einer Luftvorkühlungseinheit, einer Luftreinigungseinheit und einem Hauptwärmetauscher und mit zwei der oben beschriebenen Destillationssäulen-Systeme, die beide Einsatzluft aus dem gemeinsamen Hauptwärmetauscher erhalten.

[0039] Dabei kann mindestens ein Teil der Einsatzluft für beide Destillationssäulen-Systeme gemeinsam im Hauptwärmetauscher abgekühlt und in einer Gesamtdruckluftleitung aus dem Hauptwärmetauscher abgezogen werden. Die Gesamtdruckluftleitung wird dann in die erste Druckluftteilstromleitung zum ersten Destillationssäulen-System und die zweite Druckluftteilstromleitung zum zweiten Destillationssäulen-System verzweigt. Alternativ sind die beiden Druckluftteilstromleitungen direkt mit dem hauptwärmetauscher verbunden.

[0040] Weist eine erfindungsgemäße Anlage neben dem Hauptwärmetauscher einen Hochdrucktauscher auf, dann wird dieser ebenfalls für beide Destillations-

säulen-Systeme genutzt, das heißt die kalte Hochdruckluft aus dem Hochdrucktauscher wird auf die beiden Destillationssäulen-Systeme verteilt und der für den Hochdrucktauscher bestimmte Produktstrom wird flüssig aus beiden Destillationssäulen-Systemen entnommen, zusammengeführt und zum Hochdrucktauscher geschickt. [0041] Aus fertigungstechnischen Gründen besteht der Hauptwärmetauscher in der Regel ohnehin aus mehreren parallel geschaltenen Blöcken. Dann empfiehlt es sich, die Blöcke in zwei symmetrische Gruppen aufzuteilen, um den Hauptwärmetauscher besser regeln zu können. Durch die erste Tauscher-Gruppe werden dabei die in dem ersten Destillationssäulen-System zu zerlegende Luft und der entsprechende Strom von unreinem Stickstoff aus dem gleichen Destillationssäulen-System geführt. Durch die zweite Gruppe fließen die entsprechenden Ströme für die beziehungsweise von dem zweiten Destillationssäulen-System. Die restlichen Ströme (Produktbeziehungsweise Turbinenströme) werden dabei gleichmäßig auf die Blöcke beider Gruppen verteilt. [0042] Aus US 612892 ist es zwar bekannt, zwei parallel geschaltete Doppelsäulen nebeneinander in einer gemeinsamen Coldbox zu betreiben; allerdings zielt diese Schrift darauf ab, die beiden Doppelsäulen verschieden auszubilden. Der Fachmann würde diese Veröffentlichung nicht konsultieren, wenn er auf der Suche nach einer Maximierung der Kapazität einer Anlage ist. Er entnimmt ihr jedenfalls keine Anregung, wie ein mehrsträngiges System im Sinne der oben beschriebenen Aufgabe verändert werden könnte.

**[0043]** Die Apparate stromaufwärts und stromabwärts der beiden Destillationssäulen-Systeme können insbesondere durch eine einzige Vorkühlung, eine einzige Luftreinigung und/oder einen einzigen Hauptwärmetauscher gebildet sein.

[0044] Es ist günstig, wenn in der Anlage das erste Destillationssäulen-System und das zweite Destillationssäulen-System die gleiche Baugröße aufweisen und insbesondere Hochdrucksäule, Niederdrucksäule und Argonsäule gleich dimensioniert sind. Unter einer "gleichen Baugröße" wird hier verstanden, dass die entsprechenden Kolonnenhöhen und -durchmesser nicht mehr als 10 %, insbesondere nicht mehr als 5 % voneinander abweichen. Der Vergleich bezieht sich paarweise auf die einander entsprechenden Abschnitte der ersten und der zweiten Hochdrucksäulen, der ersten und der zweiten Niederdrucksäulen beziehungsweise der Argonsäulen. [0045] Die beiden Destillationssäulen-Systeme können jeweils in einer separaten Coldbox untergebracht sein. Alternativ werden das erste und das zweite Destillationssäulen-System in einer gemeinsamen Coldbox angeordnet.

[0046] In beiden Fällen werden die beiden Destillationssäulen-Systeme unabhängig voneinander betrieben. Die warmen Anlagenteile und der Hauptwärmetauscher und gegebenenfalls ein Hochdrucktauscher werden zum Beispiel gemeinsam genutzt. Dazu werden eine, mehrere oder alle Entnahmeleitungen für Produkte der beiden

Destillationssäulen-Systeme, sofern sie nicht zur direkten Flüssigproduktentnahme bestimmt sind, paarweise in eine Gesamtleitung zusammengeführt, die mit dem kalten Ende dese Hauptwärmetauschers verbunden ist. und anschließend in einer gemeinsamen Leitung zum Hauptwärmetauscher oder gegebenenfalls zum Hochdrucktauscher geleitet. Alternativ weist jedes der beiden Destillationssäulen-Systeme seinen eigenen Hauptwärmetauscher und gegebenenfalls seinen eigenen Hochdruckwärmetauscher auf.

[0047] Für den unabhängigen Betrieb besitzen beide Destillationssäulen-Systeme je einen separaten Unterkühlungs-Gegenströmer, der unabhängig vom Unterkühlungs-Gegenströmer des anderen Destillationssäulen-Systems betreibbar ist und insbesondere nicht mit Rohrleitungen von oder zu dem anderen Destillationssäulen-System verbunden ist.

[0048] Insbesondere damit sind die beiden Destillationssäulen-Systeme unabhängig voneinander betreibbar.

**[0049]** Die Erfindung betrifft außerdem ein Verfahren zur Gewinnung von Sauerstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft gemäß den Patentansprüchen 13 bis 15. Das erfindungsgemäße Verfahren kann durch Verfahrensmerkmale ergänzt werden, die den Merkmalen einzelner, mehrerer oder aller abhängigen Vorrichtungsansprüche entsprechen.

**[0050]** Die Vorteile der Erfindung kommen insbesondere bei besonders großen Anlagen zum Tragen, die mehrsträngig ausgebildet sind.

**[0051]** Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden im Folgenden anhand von in den Zeichnungen schematisch dargestellten Ausführungsbeispielen näher erläutert. Hierbei zeigen:

Figur 1	ein erstes Ausführungsbeispiel einer kompletten Anlage mit einem Destillationssäulen-System gemäß der Erfindung mit einem Zwei-Turbinen-System,
Figur 2	ein zweites Ausführungsbeispiel mit nur einer kälteerzeugenden Turbi-
	ne, einer Einblaseturbine,
Figur 3	ein drittes Ausführungsbeispiel mit
	Druckstickstoff-Turbine,
Figur 4	ein viertes Doppelsäulen-System
	mit Unrein-Stickstoff-Turbine,
Figur 5	ein fünftes Ausführungsbeispiel mit
· ·	zwei Destillationssäulen-Systemen
	gemäß der Erfindung ("Twin Co-
	lumn"),
Figur 6	eine Detailansicht der Niederdruck-
i igui o	säule mit einem ersten Regelkon-
	zept für den Argonsäulen-Konden-
F: 7	sator mit Flüssigkeits-Bypass,
Figur 7	ein weiteres Regelkonzept mit ei-

der Argonsäule,

nem Regelventil für den Umsatz in

Figur 8	eine Abwandlung von Figur 7 ohr		
	separaten Packungsabschnitt für		
	den Rohsauerstoff aus der Hoch-		
	drucksäule,		
Figuren 9 bis 11	drei Ausführungsformen mit kom-		
	pletter Argongewinnung und		
Figur 12	ein drittes Regelkonzept in Abwand-		
	lung der Figuren 6 und 7.		

[0052] In Figur 1 ist eine Anlage mit einem einzigen Destillationssäulen-System zu sehen. Der Aufbau der Niederdrucksäule dieses Destillationssäulen-Systems ist im Detail in Figur 6 dargestellt (manche der unten erwähnten Bezugszeichen sind nur dort angegeben). Das Destillationssäulen-System des Ausführungsbeispiels der Figur 1 weist eine Hochdrucksäule 101, eine Niederdrucksäule 102, einen Hauptkondensator 103 und eine Argonsäule 152 auf.

[0053] Der Hauptkondensator 103 wird in dem Beispiel durch einen dreistufigen Kaskadenverdampfer gebildet, also einen mehrstöckigen Taschenverdampfer. Das Säulenpaar 101/102 ist in Form einer Doppelsäule angeordnet. Die Argonsäule 152 ist in einem mittleren Stoffaustauschbereich 130 der Niederdrucksäule 102 angeordnet. Der Argonsäulen-Kopfkondensator 155 sitzt im Inneren der Niederdrucksäule 102 oberhalb des mittleren Stoffaustauschbereichs 130. Die Niederdrucksäule 102 weist außerdem einen oberen Stoffaustauschbereich 131 und einen unteren Stoffaustauschbereich 132 auf (siehe insbesondere Figur 6).

[0054] Die in Figur 1 dargestellte Anlage weist ein Eintrittsfilter 302 für atmosphärische Luft (AIR), einen Hauptluftverdichter 303, eine Luftvorkühlungseinheit 304, eine Luftreinigungseinheit 305 (üblicherweise gebildet durch ein Paar von Molekularsieb-Adsorbern), einen Luftnachverdichter 306 (Booster Air Compressor - BAC) mit Nachkühler 307 und einen Hauptwärmetauscher 308 auf. Der Hauptwärmetauscher 308 ist in einer eigenen Coldbox untergebracht, die von der Coldbox um das Destillationssäulen-System getrennt ist. Ein Gesamtdruckluftstrom 100 vom kalten Ende des Hauptwärmetauschers 308 wird in die Hochdrucksäule 101 eingeleitet.

**[0055]** Die in dem Nachverdichter 306 auf dessen Enddruck nachverdichtete Luft wird in dem Hauptwärmetauscher 308 verflüssigt (oder - falls ihr Druck überkritisch ist - pseudoverflüssigt) und über Leitungen 311/111 dem Destillationssäulen-System zugeleitet.

[0056] Ein Stickstoffgasstrom 104, 114 aus der Hochdrucksäule 101 wird in den Verflüssigungsraum des Hauptkondensators 103 eingeleitet. In dem Verflüssigungsraum des Hauptkondensators 103 wird daraus Flüssigstickstoff 115 erzeugt, der mindestens zu einem ersten Teil als ein erster Flüssigstickstoffstrom 105 zur ersten Hochdrucksäule 101 geleitet wird.

[0057] Ein Flüssigsauerstoffstrom 106 aus der Niederdrucksäule 102 fließt vom unteren Ende der untersten Stoffaustauschschicht 107 der Niederdrucksäule 102 ab und wird dadurch in den Verdampfungsraum des Haupt-

kondensators 103 eingeleitet. In dem Verdampfungs-

raum des Hauptkondensators 103 wird gasförmiger Sauerstoff gebildet. Er wird mindestens zu einem ersten Teil

in die erste Niederdrucksäule 102 eingeleitet, indem er von unten in die unterste Stoffaustauschschicht 107 der Niederdrucksäule 102 einströmt; ein zweiter Teil kann bei Bedarf direkt als gasförmiges Sauerstoffprodukt gewonnen und im Hauptwärmetauscher 308 angewärmt werden (in diesem Ausführungsbeispiel nicht realisiert). [0058] Die Rücklaufflüssigkeit 109 für die Niederdrucksäule 102 wird durch eine stickstoffangereicherte Flüssigkeit 120 gebildet, die an der Hochdrucksäule 101 von einer Zwischenstelle (oder alternativ direkt vom Kopf) abgezogen und in einem Unterkühlungs-Gegenströmer 123 abgekühlt wird. Vom Kopf der Niederdrucksäule 102 wird unreiner Stickstoff 110 abgezogen und als Restgas durch den Unterkühlungs-Gegenströmer 123 und über die Leitung 32 zum Hauptwärmetauscher 308 geführt. [0059] Von der Hochdrucksäule 101 wird ein sauerstoffangereicherter Sumpfflüssigkeitsstrom 151 abgezogen und im Unterkühlungs-Gegenströmer 123 abgekühlt. In dem Beispiel wird die gesamte abgekühlte Sumpfflüssigkeit 153 dem oberen Stoffaustauschbereich der Niederdrucksäule 102 zugeführt. Sie fließt zusammen mit der von oben kommenden Rücklaufflüssigkeit in den untersten Abschnitt des oberen Stoffaustauschbereichs. Die aus diesem Abschnitt ablaufende Flüssigkeit wird von einem Flüssigkeitssammler 133 aufgefangen und in den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators 155 eingeleitet. Der Argonsäulen-

**[0060]** Alternativ könnte die argonangereicherte Fraktion 163 mit dem unreinen Stickstoff vermischt und das Gemisch durch den Hauptwärmetauscher geführt werden

Kopfkondensator 155 ist hier erfindungsgemäß als

Forced-Flow-Verdampfer ausgebildet. Der im Kopfkon-

densator 155 verdampfte Anteil strömt in den oberen

Stoffaustauschbereich 131 zurück und der flüssig ver-

bliebene Anteil 157 wird in den mittleren Stoffaustausch-

bereich 130 der Niederdrucksäule 102 eingespeist. Das

argonangereicherte "Produkt" 163 der Argonsäule wird

gasförmig aus der Argonsäule 152 beziehungsweise de-

ren Kopfkondensator 155 entnommen und über Leitung

164 durch eine separate Passagengruppe durch den

Hauptwärmetauscher 308 geführt.

[0061] Die flüssige Luft 111 aus dem Hauptwärmetauscher wird über die Leitung 111 der Hochdrucksäule 101 an einer Zwischenstelle zugespeist. Mindestens ein Teil 127 wird gleich wieder entnommen und durch den Unterkühler 123 und über die Leitung 128 in den oberen Stoffaustauschbereich der Niederdrucksäule 102 eingeleitet, und zwar oberhalb der Einspeisung der Sumpffraktion 153. Über Leitung 129 wird ferner gasförmige Luft aus einer Einblaseturbine 137 in die Niederdrucksäule 102 eingeführt, und zwar auf der gleichen Höhe wie der Rohsauerstoff 153.

[0062] Als Hauptprodukt der Destillationssäulen-Systeme wird flüssiger Sauerstoff 141 vom Verdampfungs-

raum des Hauptkondensators 103 abgezogen und über Leitung 14 mindestens teilweise einer Innenverdichtung zugeführt. Dabei wird der flüssige Sauerstoff 14 mittels einer Pumpe 15 auf einen hohen Produktdruck gepumpt, unter diesem hohen Produktdruck in dem Hauptwärmetauscher 308 verdampft oder (falls sein Druck überkritisch ist) pseudo-verdampft, auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt und schließlich als gasförmiges Drucksauerstoffprodukt GOXIC abgezogen. Dieses stellt das Hauptprodukt der Anlage des Ausführungsbeispiels dar.

[0063] Als weiteres Produkt der Anlage wird Druckstickstoff direkt vom Kopf der Hochdrucksäule 101 abgezogen (Leitungen 104, 142), über Leitung 42 zum Hauptwärmetauscher 308 geführt, dort angewärmt und schließlich als gasförmiges Druckstickstoffprodukt MP-GAN gewonnen. Ein Teil davon kann als Dichtgas (Sealgas) eingesetzt werden. Zusätzlich wird ein Teil 143 des in dem Hauptkondensator 103 erzeugten Flüssigstickstoffs über Leitung 43 einer Innenverdichtung zugeführt (Pumpe 16) und als gasförmiges Hochdruck-Stickstoffprodukt GANIC gewonnen werden. Die Anlage kann auch Flüssigprodukte LOX, LIN liefern.

[0064] In einem konkreten Beispiel werden die Stoffaustauschelemente in der Niederdrucksäule 102 ausschließlich durch geordnete Packung gebildet. Der Sauerstoffabschnitt 107 der Niederdrucksäule 102 ist mit einer geordneten Packung mit einer spezifischen Oberfläche von 750 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> oder alternativ 1200 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> ausgestattet, in den übrigen Abschnitten weist die Packung eine spezifische Oberfläche von 750 oder 500 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> auf. Zusätzlich kann die Niederdrucksäule 102 einen Stickstoffabschnitt oberhalb der in der Zeichnung dargestellten Stoffaustauschbereiche aufweisen; dieser kann dann ebenfalls mit besonders dichter Packung (zum Beispiel mit einer spezifischen Oberfläche von 1200 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> zwecks Reduktion der Säulenhöhe) ausgestattet werden. Abweichend hiervon ist es möglich, innerhalb jedes der genannten Abschnitte geordnete Packung unterschiedlicher spezifischer Oberfläche zu kombinieren. Die Argonsäule 152 enthält in dem Ausführungsbeispiel ausschließlich Packung mit einer spezifischen Oberfläche von 1200 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> oder alternativ 750 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>.

[0065] In der Hochdrucksäule 101 werden die Stoffaustauschelemente ausschließlich durch geordnete Packung mit einer spezifischen Oberfläche von 1200 m²/m³ oder 750 m²/m³ gebildet. Alternativ könnte mindestens ein Teil der Stoffaustauschelemente in der Hochdrucksäule 101 durch konventionelle Destillationsböden gebildet werden, zum Beispiel durch Siebböden.

**[0066]** Das System von Figur 1 ist als Zwei-Turbinen-Verfahren mit einer Mitteldruckturbine 138 und einer Einblaseturbine 137 ausgebildet.

[0067] Das Ausführungsbeispiel der Figur 2 unterscheidet sich dadurch von Figur 1, dass es als Ein-Turbinen-System ausgebildet ist. Es weist nur eine Einblaseturbine, aber keine Mitteldruckturbine auf.

[0068] Figur 3 ist fast identisch mit Figur 2, weist aber

30

40

45

anstelle der Einblaseturbine eine Druckstickstoffturbine 337 auf. Sie wird mit einem Teil 342 des Druckstickstoffs 142 betrieben, der gasförmig vom Kopf der Hochdrucksäule 101 abgezogen wird.

**[0069]** In **Figur 4** wird der Turbinenstrom 442 stattdessen von einer Zwischenstelle der Hochdrucksäule 101 abgezogen und in einer Unreinstickstoffturbine 437 arbeitsleistend entspannt.

**[0070]** In **Figur 5** ist eine Anlage mit zwei Destillationssäulen-Systemen dargestellt, die erfindungsgemäß ausgebildet ist.

[0071] Das erste Destillationssäulen-System des Ausführungsbeispiels der Figur 5 weist eine erste Hochdrucksäule 101, eine erste Niederdrucksäule 102, einen ersten Hauptkondensator 103 und eine erste Argonsäule 152 auf. Eine zweite Hochdrucksäule 201, eine zweite Niederdrucksäule 202, ein zweiter Hauptkondensator 203 und eine zweite Argonsäule 252 gehören zu dem zweiten Destillationssäulen-System der in Figur 1 dargestellten Anlage.

[0072] Beide Hauptkondensatoren 103, 203 werden in dem Beispiel durch je einen dreistufigen Kaskadenverdampfer gebildet. Die Säulenpaare 101/102, 201/202 sind in Form zweier Doppelsäulen angeordnet. Die Argonsäulen 152/252 sind in einem mittleren Stoffaustauschbereich der Niederdrucksäulen 102, 202 angeordnet. Der Argonsäulen-Kopfkondensatoren 155, 255 sitzen im Inneren der jeweiligen Niederdrucksäule 102, 202 oberhalb des mittleren Stoffaustauschbereichs 113, 213 und sind erfindungsgemäß als Forced-Flow-Verdampfer ausgebildet. Die Niederdrucksäulen 102, 202 weisen außerdem je einen oberen Stoffaustauschbereich oberhalb des Argonsäulen-Kopfkondensators 155, 255 und einen unteren Stoffaustauschbereich unterhalb der Argonsäule 152/252 beziehungsweise des mittleren Stoffaustauschbereichs 113, 213 auf. Die Anordnung der Stoffaustauschbereiche in den Niederdrucksäulen ist insbesondere aus Figur 6 ersichtlich.

[0073] Jedes der beiden Destillationssäulen-Systeme wird unabhängig geregelt. Der Druck in den Niederdrucksäulen kann beispielsweise separat eingestellt und geregelt werden. Durch diese Entkopplung wird auch der Gesamt-Regelungsaufwand leichter gestaltet und eventuelle Fertigungstoleranzen bei beiden Doppelsäulen können besser ausgeglichen werden.

[0074] Die in Figur 5 dargestellte Anlage weist ein Eintrittsfilter 302 für atmosphärische Luft (AIR), einen Hauptluftverdichter 303, eine Luftvorkühlungseinheit 304, eine Luftreinigungseinheit 305 (üblicherweise gebildet durch ein Paar von Molekularsieb-Adsorbern), einen Luftnachverdichter 306 (Booster Air Compressor - BAC) mit Nachkühler 307 und einen Hauptwärmetauscher 308 auf. Der Hauptwärmetauscher 308 ist in einer eigenen Coldbox untergebracht, die von der oder den Coldboxen um die Destillationssäulen-Systeme getrennt ist. Ein Gesamtdruckluftstrom 99 vom kalten Ende des Hauptwärmetauschers 308 wird in einen ersten Druckluftteilstrom 100 und einen zweiten Druckluftteilstrom 200 verzweigt. Der

erste Druckluftteilstrom 100 wird in die erste Hochdrucksäule 101, der zweite Druckluftteilstrom 200 in die zweite Hochdrucksäule 201 eingeleitet.

[0075] Die in dem Nachverdichter 306 auf dessen Enddruck nachverdichtete Luft wird in dem Hauptwärmetauscher 308 verflüssigt (oder - falls ihr Druck überkritisch ist - pseudo- verflüssigt) und über Leitung 311 den Destillationssäulen-Systemen zugeleitet und dort in die Ströme 111 und 112 verzweigt.

[0076] Ein erster Stickstoffgasstrom 104, 114 aus der ersten Hochdrucksäule 101 wird in den Verflüssigungsraum des ersten Hauptkondensators 103 eingeleitet. In dem Verflüssigungsraum des ersten Hauptkondensators 103 wird Flüssigstickstoff 115 erzeugt, der mindestens zu einem ersten Teil als ein erster Flüssigstickstoffstrom 105 zur ersten Hochdrucksäule 101 geleitet wird.

[0077] Ein zweiter Stickstoffgasstrom 204, 214 aus der zweiten Hochdrucksäule 201 wird in den Verflüssigungsraum des zweiten Hauptkondensators 203 eingeleitet. In dem Verflüssigungsraum des zweiten Hauptkondensators 203 wird Flüssigstickstoff 215 erzeugt, der mindestens zu einem ersten Teil als ein zweiter Flüssigstickstoffstrom 205 zur zweiten Hochdrucksäule 201 geleitet wird.

[0078] Ein erster Flüssigsauerstoffstrom aus der ersten Niederdrucksäule 102 fließt vom unteren Ende der untersten Stoffaustauschschicht 107 der ersten Niederdrucksäule 102 ab und wird dadurch in den Verdampfungsraum des ersten Hauptkondensators 103 eingeleitet. In dem Verdampfungsraum des ersten Hauptkondensators 103 wird gasförmiger Sauerstoff gebildet. Er wird mindestens zu einem ersten Teil als erster Sauerstoffgasstrom in die erste Niederdrucksäule 102 eingeleitet, indem er von unten in die unterste Stoffaustauschschicht 107 der ersten Niederdrucksäule 102 einströmt; ein zweiter Teil kann bei Bedarf direkt als gasförmiges Sauerstoffprodukt gewonnen und im Hauptwärmetauscher 308 angewärmt werden.

[0079] Ein zweiter Flüssigsauerstoffstrom aus der zweiten Niederdrucksäule 202 fließt vom unteren Ende der untersten Stoffaustauschschicht 207 der zweiten Niederdrucksäule 202 ab und wird dadurch in den Verdampfungsraum des zweiten Hauptkondensators 203 eingeleitet. In dem Verdampfungsraum des zweiten Hauptkondensators 203 wird gasförmiger Sauerstoff gebildet. Er wird mindestens zu einem ersten Teil als zweiter Sauerstoffgasstrom in die zweite Niederdrucksäule 202 eingeleitet, indem er von unten in die unterste Stoffaustauschschicht 207 der zweiten Niederdrucksäule 202 einströmt; ein zweiter Teil kann bei Bedarf direkt als gasförmiges Sauerstoffprodukt gewonnen und im Hauptwärmetauscher 308 angewärmt werden (nicht dargestellt). [0080] Die Rücklaufflüssigkeiten 109, 209 für die beiden Niederdrucksäulen 102, 202 werden jeweils durch eine stickstoffangereicherte Flüssigkeit 120, 220 gebildet, die an beiden Hochdrucksäulen 101, 201 von einer Zwischenstelle (oder alternativ direkt vom Kopf) abgezogen und in Unterkühlungs-Gegenströmern 123, 223 ab-

30

45

gekühlt wird. Vom Kopf beider Niederdrucksäulen 102, 202 wird unreiner Stickstoff 110, 210 abgezogen und als Restgas durch je einen Unterkühlungs-Gegenströmer 123, 223 und über die gemeinsame Leitung 32 zum Hauptwärmetauscher 308 geführt.

[0081] Von beiden Hochdrucksäulen 101, 201 wird je ein sauerstoffangereicherter Sumpfflüssigkeitsstrom 151, 251 abgezogen und im jeweiligen Unterkühlungs-Gegenströmer 123, 223 abgekühlt. In dem Beispiel wird die gesamte abgekühlte Sumpfflüssigkeit 153, 253 dem oberen Stoffaustauschbereich der Niederdrucksäulen 102, 202 zugeführt. Sie fließt zusammen mit der von oben kommenden Rücklaufflüssigkeit in den untersten Abschnitt des oberen Stoffaustauschbereichs. Die aus diesem Abschnitt ablaufende Flüssigkeit wird von einem Flüssigkeitssammler 133, 233 aufgefangen und in den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators 155, 255 eingeleitet. Der Argonsäulen-Kopfkondensator 155, 255 ist hier erfindungsgemäß als Forced-Flow-Verdampfer ausgebildet. Der im Kopfkondensator 155, 255 verdampfte Anteil strömt in den oberen Stoffaustauschbereich 131, 231 zurück und der flüssig verbliebene 157, 257 wird in den mittleren Stoffaustauschbereich 130 der Niederdrucksäule 102, 202 eingespeist. Das argonangereicherte "Produkt" 163, 263 der Argonsäule wird gasförmig aus der Argonsäule 152, 252 beziehungsweise deren Kopfkondensator 155, 255 entnommen und über Leitung 164 durch eine separate Passagengruppe durch den Hauptwärmetauscher 308 geführt.

**[0082]** Alternativ könnten die argonangereicherten Fraktionen 163, 263 mit dem unreinen Stickstoff 110, 210 vermischt und das Gemisch durch den Hauptwärmetauscher geführt werden.

[0083] Die flüssige oder überkritische Luft 311 aus dem Hauptwärmetauscher wird über die Leitungen 111, 211 den Hochdrucksäulen 101, 201 an einer Zwischenstelle zugespeist. Mindestens ein Teil 127, 227 wird gleich wieder entnommen und durch die Unterkühler 123, 323 und über die Leitung 128, 228 in den oberen Stoffaustauschbereich der Niederdrucksäulen 102, 202 eingeleitet, und zwar oberhalb der Einspeisung der Sumpffraktion 153, 253. Über Leitung 129, 229 wird ferner gasförmige Luft aus einer Einblaseturbine 137 in die Niederdrucksäulen 102, 202 eingeführt, und zwar auf der gleichen Höhe wie der Rohsauerstoff 153, 253.

[0084] Als Hauptprodukt der Destillationssäulen-Systeme wird flüssiger Sauerstoff 141, 241 von den Verdampfungsräumen der Hauptkondensatoren 103, 203 abgezogen, zusammengeführt und über Leitung 14 mindestens teilweise einer Innenverdichtung zugeführt. Dabei wird der flüssige Sauerstoff 14 mittels einer Pumpe 15 auf einen hohen Produktdruck gepumpt, unter diesem hohen Produktdruck in dem Hauptwärmetauscher 308 verdampft oder (falls sein Druck überkritisch ist) pseudoverdampft, auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt und schließlich als gasförmiges Drucksauerstoffprodukt GOXIC abgezogen. Dieses stellt das Hauptprodukt der

Anlage des Ausführungsbeispiels dar.

[0085] Als weiteres Produkt der Anlage wird Druckstickstoff direkt vom Kopf der Hochdrucksäulen 101, 201 abgezogen (Leitungen 104, 142 und 204, 242), gemeinsam über Leitung 42 zum Hauptwärmetauscher 308 geführt, dort angewärmt und schließlich als gasförmiges Druckstickstoffprodukt MPGAN gewonnen. Ein Teil davon kann als Dichtgas (Sealgas) eingesetzt werden. Zusätzlich wird jeweils ein Teil 143, 243 des in den Hauptkondensatoren 103, 203 erzeugten Flüssigstickstoffs über Leitung 43 einer Innenverdichtung zugeführt (Pumpe 16) und als gasförmiges Hochdruck-Stickstoffprodukt GANIC gewonnen werden.

**[0086]** Die Anlage kann auch Flüssigprodukte LOX, LIN liefern. Diese können, wie dargestellt von jedem Destillationssäulen-System getrennt abgeführt werden.

[0087] In einem konkreten Beispiel werden die Stoffaustauschelemente in den beiden Niederdrucksäulen 102, 202 ausschließlich durch geordnete Packung gebildet. Die Sauerstoffabschnitte 107, 207 der beiden Niederdrucksäulen 102, 202 sind mit einer geordneten Packung mit einer spezifischen Oberfläche von 750 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> oder alternativ 1200 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> ausgestattet, in den übrigen Abschnitten weist die Packung eine spezifische Oberfläche von 750 oder 500 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> auf. Zusätzlich können die beiden Niederdrucksäulen 102, 202 einen Stickstoffabschnitt oberhalb der in der Zeichnung dargestellten Stoffaustauschbereiche aufweisen; dieser kann dann ebenfalls mit besonders dichter Packung (zum Beispiel mit einer spezifischen Oberfläche von 1200 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> zwecks Reduktion der Säulenhöhe) ausgestattet werden. Abweichend hiervon ist es möglich, innerhalb jedes der genannten Abschnitte geordnete Packung unterschiedlicher spezifischer Oberfläche zu kombinieren. Die Argonsäulen 152, 252 enthalten in dem Ausführungsbeispiel ausschließlich Packung mit einer spezifischen Oberfläche von 1200 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> oder alternativ 750 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>.

[0088] In den Hochdrucksäulen 101, 201 werden die Stoffaustauschelemente ausschließlich durch geordnete Packung mit einer spezifischen Oberfläche von 1200 m²/m³ oder 750 m²/m³ gebildet. Alternativ könnte mindestens ein Teil der Stoffaustauschelemente in einer oder beiden Hochdrucksäulen 101, 201 durch konventionelle Destillationsböden gebildet werden, zum Beispiel durch Siebböden.

[0089] Das System von Figur 5 ist analog zur Figur 1 als Zwei-Turbinen-Verfahren mit einer Mitteldruckturbine 138 und einer Einblaseturbine 137 ausgebildet. Alternativ könnten bei dem System von Figur 5, das zwei Destillationssäulen-Systeme aufweist, auch die Turbinenkonfigurationen der Figuren 2, 3 oder 4 eingesetzt werden

[0090] Jedes der beiden Destillationssäulen-Systeme wird unabhängig geregelt. Der Druck in den Niederdrucksäulen kann beispielsweise separat eingestellt und geregelt werden. Durch diese Entkopplung wird auch der Gesamt-Regelungsaufwand leichter gestaltet und eventuelle Fertigungstoleranzen bei beiden Doppelsäulen

35

40

45

50

55

können besser ausgeglichen werden.

**[0091]** Anhand der Detailzeichnung von **Figur 6** wird nun die genaue Funktion von Argonsäule und Argonsäulen-Kopfkondensator und deren Regelung erläutert. Dieses Detail kann auf jedes der vorangegangenen Ausführungsbeispiele angewandt werden.

17

[0092] In Figur 6 ist nur ein Ausschnitt der Doppelsäule 101, 102 dargestellt, der vom oberen Ende der Hochdrucksäule 101 bis zur zweiten Packungsschicht des oberen Stoffaustauschbereichs 131 der Niederdrucksäule reicht und insbesondere die Argonsäule 152 und den Argonsäulen-Kopfkondensator 155 enthält. Selbstverständlich kann das Ausführungsbeispiel der Figur 6 auch in anderen Zweisäulenanlagen eingesetzt werden, zum Beispiel solchen mit Anordnung der Niederdrucksäule neben der Hochdrucksäule und/oder mit Anordnung des Hauptkondensators außerhalb der Niederdrucksäule.

[0093] In dem Hauptkondensator 103 wird flüssiger Sauerstoff verdampft, der aus dem unteren Stoffaustauschbereich 132 abläuft beziehungsweise aus dem Bad 65 im Sumpf der Niederdrucksäule angesaugt wird; im Gegenstrom dazu wird gasförmiger Stickstoff vom Kopf der Hochdrucksäule 101 verdampft. (Die Stickstoffleitungen sind in Figur 6 nicht eingezeichnet.)

[0094] Die Flüssigkeitssammler und -verteiler sind in Figur 6 nicht dargestellt bis auf den Sammler 133 zwischen dem oberen Stoffaustauschbereich 131 und dem Argonsäulen-Kopfkondensator 155, die beiden Flüssigkeitsverteiler 44, 420 am Kopf des ersten und zweiten Stoffaustauschraums 134, 135 und den Flüssigkeitsverteiler 45 am Kopf des unteren Stoffaustauschabschnitts 132. Auch im Übrigen ist Figur 6 sehr schematisch und in der Regel nicht maßstabsgetreu zu verstehen.

[0095] Der mittlere Stoffaustauschbereich 130 der Niederdrucksäule ist durch eine vertikale ebene Trennwand 136 gasdicht in ersten Stoffaustauschraum 134 und einen zweiten Stoffaustauschraum 135 unterteilt. Der erste Stoffaustauschraum 134 ist oben zum oberen Stoffaustauschbereich 131 und unten zum unteren Stoffaustauschbereich 132 hin offen, das heißt Gas aus dem unteren Stoffaustauschbereich 132 kann in den ersten Stoffaustauschraum 134 des mittleren Stoffaustauschbereichs 131 einströmen, und Gas aus dem ersten Stoffaustauschraum 134 kann nach oben in den oberen Stoffaustauschbereich der Niederdrucksäule abfließen. Der erste Stoffaustauschraum 134 erfüllt die Funktion des Argonabschnitts der Niederdrucksäule, also desjenigen Stoffaustauschbereichs, der sich bei einer konventionellen Anlage unmittelbar oberhalb des Argonübergangs befindet, über den eine argonhaltige Fraktion zu einer externen Rohargonsäule oder Argonsäule geleitet wür-

[0096] Der zweite Stoffaustauschraum 135, der die Argonsäule 152 bildet, ist ebenfalls unten zum unteren Stoffaustauschbereich 132 hin offen; aufsteigendes Gas strömt so aus dem unteren Stoffaustauschbereich 132 der Niederdrucksäule in den zweiten Stoffaustausch-

raum 135 ein. An seiner Oberseite ist der zweite Stoffaustauschraum 135 aber zum oberen Stoffaustauschbereich 131 gasdicht verschlossen. Der Abschluss nach oben wird durch eine horizontale Platte 36 bewirkt, die bis auf die durchgeführten Leitungen 37, 37, 41 - gasdicht ist. Zwischen dem oberen 131 und dem mittleren Stoffaustauschbereich 130 sitzt der Argonsäulen-Kopfkondensator 155, der als Kondensator-Verdampfer ausgebildet ist, hier erfindungsgemäß als Forced-Flow-Verdampfer. Er besteht in diesem Ausführungsbeispiel aus einem einzigen Plattenwärmetauscherblock. Alternativ könnte er auch durch zwei oder mehr parallel angeordnete Plattenwärmetauscherblöcke gebildet sein. Der Verflüssigungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators 155 steht mit dem Kopf der Argonsäule 152 über die Gasleitung 37 und die Flüssigkeitsleitungen 62, 41 in Strömungsverbindung. Dabei strömt über die Gasleitung 37 Kopfgas der Argonsäule 152 vom oberen Ende des zweiten Stoffaustauschraums 135 in den Verflüssigungsraum und wird dort mindestens teilweise verflüssigt. Die dabei erzeugte Flüssigkeit wird über Leitung 62 abgezogen, über die Leitung 41 in den zweiten Stoffaustauschraum 135 zurückgeführt und mittels eines Flüssigkeitsverteilers 420 als Rücklaufflüssigkeit der Argonsäule über den Querschnitt des zweiten Stoffaustauschraums 135 verteilt. Der gasförmig verbliebene Anteil 163 wird aus dem Behälter der Niederdrucksäule 102 abgezogen und weiter wie in den Figuren 1 bis 5 gezeigt behandelt.

[0097] Die aus den beiden Stoffaustauschräumen 134, 135 des mittleren Stoffaustauschbereichs 130 abfließende Flüssigkeit wird in einem nicht dargestellten Flüssigkeitssammler aufgefangen. Die Flüssigkeit fließt weiter zum Flüssigkeitsverteiler 45, der sie auf den gesamten Kolonnenquerschnitt verteilt und auf den unteren Stoffaustauschbereich 132 aufgibt.

[0098] Der Rohsauerstoff 153 aus dem Sumpf der Hochdrucksäule 101 wird - ähnlich wie in Figur 1 - zwischen zwei Packungsabschnitten des oberen Stoffaustauschbereichs 131 eingeleitet. An derselben Stelle wird ein Luftstrom 129 eingeleitet, der zuvor auf etwa Niederdrucksäulendruck arbeitsleistend entspannt wurde (siehe Einblaseturbinen 137 in den Figuren 1, 2 und 5).

[0099] Außerdem wird flüssige Luft 128 in den oberen Stoffaustauschbereich 131 eingeleitet. Praktisch die gesamte Flüssigkeit aus dem oberen Stoffaustauschbereich 131 wird im Flüssigkeitssammler 133 aufgefangen und über die Leitung 71 in den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators 155 eingeleitet. Dies hat zwei Vorteile:

- Die Flüssigkeitsmenge, die über Leitung 71 durch den Verdampfungsraum strömt, ist besonders groß.
   In dem Argonsäulen-Kopfkondensator werden vorzugsweise 35 bis 55 %, beispielsweise etwa 45% dieser Flüssigkeitsmenge verdampft.
- Diese Flüssigkeit hat einen relativ hohen Sauerstoffgehalt und damit eine vergleichsweise hohe Ver-

40

45

dampfungstemperatur. Damit kann eine besonders kleine Temperaturdifferenz erreicht werden; diese beträgt in drei konkreten Beispielen 0,8 K, 1,0 K oder 1,5 K. Dadurch werden die thermodynamischen Verluste im Kondensator besonders klein gehalten.

**[0100]** Der hohe Flüssigkeitsüberschuss ist für die Effizienz des Forced-Flow-Verdampfers also von erheblicher Bedeutung.

**[0101]** Aus dem Verdampfungsraum des Kondensators 155 tritt über Leitung 73 ein Zweiphasengemisch aus. Der Flüssiganteil L fließt in den Flüssigkeitsverteiler 44 am Kopf des ersten Stoffaustauschraums 134. Der verdampfte Anteil V strömt zurück nach oben in den oberen Stoffaustauschabschnitt 131.

**[0102]** Die Regelung des Argonsäulen-Kopfkondensators 155 erfolgt bei dem Ausführungsbeispiel von Figur 6 mit einer Regelmethode 1, für die eine Umgehungsleitung 49/50 und ein Regelventil 48 benötigt werden. Dadurch wird die Leistung des Argonsäulen-Kopfkondensators 155 geregelt.

[0103] Eine geringe Menge relativ stickstoffreicher Flüssigkeit strömt in den Verteiler 45 ein und erhöht den Stickstoffgehalt in dem aus dem unteren Abschnitt 132 aufsteigenden Dampf und damit auch in der gesamten Argonsäule 152 und weiter im Verflüssigungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators 155. Damit ermöglichen diese Steuerleitung und das darin angeordnete Ventil eine gesteuerte Verminderung der Leistung des Kondensators. Die relativ stickstoffreiche Flüssigkeit stammt in dem Ausführungsbeispiel aus dem Sammler 133 am unteren Ende des oberen Stoffaustauschbereichs 131.

**[0104]** Das Regelventil 48 ist im stationären Betrieb geschlossen, oder es strömt nur eine sehr geringe Menge Flüssigkeit hindurch. Bei Abweichungen vom stationären Betrieb, beispielsweise bei einem Lastwechsel, strömen über die Umgehungsleitung in der Regel weniger als 5 % der gesamten Flüssigkeit 71/49 aus dem Flüssigkeitssammler 133, auf jeden Fall weniger als 15 %

**[0105]** Alternativ können andere Regelmethoden angewendet werden, von denen eine im Folgenden näher beschrieben werden.

[0106] Figur 7 zeigt eine alternative Regelmethode 2 mit einem Regelventil 700 in der Gaszuleitung 37 zum Verflüssigungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators 155. An diesem Ventil kann der Kondensationsdruck mit entsprechender Kondensationstemperatur eingestellt werden. Dadurch beeinflusst man direkt die treibende Temperaturdifferenz im Kondensator 155 und entsprechend auch die Kondensatorleistung beziehungsweise den Umsatz in der Argonsäule 152. Das Ventil kann dabei über die Druckdifferenz in der Argonsäule (PDIC = pressure difference indication and control, nicht dargestellt) geregelt werden.

**[0107]** Einziger Unterschied in **Figur 8** gegenüber Figur 7 ist das Fehlen eine Stoffaustauschbereichs zwischen der Einleitung des flüssigen Rohsauerstoffs 153

aus dem Sumpf der Hochdrucksäule und dem Flüssigkeitssammler 133 am unteren Ende des oberen Stoffaustauschbereichs 131. Anders ausgedrückt wird der flüssige Rohsauerstoff direkt in den Flüssigkeitssammler 133 und damit in den Verdampfungsraum des Kondensators 155 eingeleitet.

[0108] Eine Regelmethode 3 ist in Figur 12 dargestellt. Hier wird das Zwei-Phasen-Gemisch aus dem Verdampfungsraum des Argonkondensators 155 in einen zusätzlichen Behälter 1250 eingeleitet. Über Leitung 1251 wird der gasförmige Anteil V in die Niederdrucksäule zurückgeleitet, sodass er als aufsteigender Dampf in dem oberen Stoffaustauschabschnitt 131 zur Verfügung steht. Der flüssige Anteil L wird über Leitung 1254 in den Flüssigkeitsverteiler 44 am Kopf des ersten Stoffaustauschraums 134 (des Argonabschnitts) eingeleitet. Mittels eines Regelventils 1252 kann der Druck im Verdampfungsraum des Argonkondensators 155 und damit dessen Leistung eingestellt werden.

[0109] Die Flüssigkeitsleitung 1254 kann ebenfalls ein Regelventil aufweisen. Alternativ wird der Flüssigkeitsfluss durch eine feste Blende gesteuert, beispielsweise in Form einer Öffnung im Boden des Behälters 1250. Diese muss so dimensioniert sein, dass der Flüssigstand im Behälter sich je nach Druck im Behälter innerhalb der oberen und unteren Behältergrenzen bewegen wird.

[0110] Figur 9 basiert auf Figur 2, weist aber eine vollständige Argongewinnung auf, bei welcher der Sauerstoffgehalt im Kopfprodukt 963 der Argonsäule auf beispielsweise 0,1 bis 100 ppm reduziert wird. Das weitgehend sauerstofffreie Argongas 963 wird anschließend einer Reinargonsäule zugeleitet, in der eine Argon-Stickstofftrennung vorgenommen wird. Für den dazu notwendigen niedrigen Sauerstoffgehalt reichen die wenigen theoretischen Böden im Trennwandabschnitt 135 nicht aus. Es wird deshalb eine Rohargonsäule 900 fast üblicher Länge eingesetzt, wobei der zweite Stoffaustauschraum 135 im Trennwandabschnitt der Niederdrucksäule 102 als der oberste Stoffaustauschbereich der Rohargonrektifikation genutzt wird. Dazu muss der zweite Stoffaustauschraum 135 an seiner Unterseite gasdicht abgeschlossen sein, beispielsweise durch eine halbkreisförmige Platte Unterhalb dieser Platte wird argonhaltiges Gas 901 aus der Niederdrucksäule 102 abgezogen und dem Sumpf der Rohargonsäule 900 zugeleitet. Die Sumpfflüssigkeit 902 der Rohargonsäule 900 wird in Gegenrichtung an dieselbe Stelle der Niederdrucksäule 102 zurückgeführt. Der Kopf der Rohargonsäule steht über die Leitungen 903 (für Gas) und 904 (für Flüssigkeit) in Strömungsverbindung mit dem unteren Ende des zweiten Stoffaustauschraums 135. Dessen oberes Ende ist wie aus den Figuren 1 bis 7 bekannt mit Argonsäulen-Kopfkondensator 155 verbunden.

[0111] In dem Ausführungsbeispiel der Figur 10 ist der zweite Stoffaustauschraum 135 unten offen und wird insofern analog den Figuren 1 bis 5 betrieben. Sein Kopf ist allerdings nicht direkt mit dem Argon-Kopfkondensator 155 verbunden, sondern über die Leitungen 905 und

20

25

906 mit dem Sumpf der Rohargonsäule 900. Der Kopf der Rohargonsäule steht über die Leitungen 907 und 908 mit dem Verflüssigungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators in Strömungsverbindung.

**[0112]** Figur 11 zeigt ein Ausführungsbeispiel ohne Trennwandabschnitt in der Niederdrucksäule. Die Argonsäule besteht hier ausschließlich aus der separaten Rohargonsäule 900, deren Kopf analog zu Figur 10 mit dem Argonsäulen-Kopfkondensator 155 verbunden ist (907, 908). Der Sumpf der Rohargonsäule 900 von Figur 11 ist analog zu Figur 9 mit einer entsprechenden Zwischenstelle der Niederdrucksäule 102 verbunden (901, 902).

#### Patentansprüche

- Destillationssäulen-System zur Gewinnung von Sauerstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft mit
  - einer Hochdrucksäule (101; 201) und einer Niederdrucksäule (102; 202),
  - einem Hauptkondensator (103; 203), der als Kondensator-Verdampfer ausgebildet ist, wobei der Verflüssigungsraum des Hauptkondensators mit dem Kopf der Hochdrucksäule in Strömungsverbindung (104, 105, 114, 115; 204, 205, 214, 215) steht,
  - und mit einer Argonsäule (152; 252), die
    - in Strömungsverbindung mit einer Zwischenstelle der Niederdrucksäule (102) steht, und
    - Mittel (37, 163) zum Abziehen eines argonangereicherten Stroms sowie
    - einen Argonsäulen-Kopfkondensator (155, 255) aufweist, der als Kondensator-Verdampfer ausgebildet ist und mit dem Kopf der Argonsäule (152, 252) in Strömungsverbindung (37, 62, 41) steht,
  - die Niederdrucksäule einen oberen Stoffaustauschbereich (131), einen unteren Stoffaustauschbereich (132) und einen mittleren Stoffaustauschbereich (130) aufweist,
  - der mittlere Stoffaustauschbereich (130) mindestens einen ersten Stoffaustauschraum (134) aufweist, der oben zum oberen Stoffaustauschbereich (131) hin und unten zum unteren Stoffaustauschbereich (132) hin offen ist,

#### dadurch gekennzeichnet, dass

- der obere Stoffaustauschbereich (131) an seiner Unterseite einen Flüssigkeitssammler (133) aufweist,
- der erste Stoffaustauschraum (134) an seinem

Kopf einen Flüssigkeitsverteiler (44) aufweist, - der Argonsäulen-Kopfkondensator (155, 255) innerhalb der Niederdrucksäule (102) zwischen

dem oberen und dem mittleren Stoffaustauschbereich angeordnet ist und dass

- der Argonsäulen-Kopfkondensator (155) als Forced-Flow-Verdampfer ausgebildet ist, wobei er einen Verdampfungsraum aufweist, der an seiner Unterseite einen Eintritt und an seiner Oberseite einen Austritt aufweist und der Austritt mit dem Flüssigkeitsverteiler (44) des ersten Stoffaustauschraums (134) verbunden ist, wobei das System ferner

- Mittel (71) zum Einleiten von Flüssigkeit aus dem Flüssigkeitssammler (133) unterhalb des oberen Stoffaustauschbereichs (131) in den Eintritt des Verdampfungsraums des Argonsäulen-Kopfkondensators (155) aufweist, sowie
- einen Behälter (1250), eine Zwei-Phasen-Leitung (73), die mit dem Austritt des Verdampfungsraums des Argonkondensators (155) und mit dem Eintritt des Behälters (1250) verbunden ist, eine Gasleitung (1251) zum Abziehen von Gas aus dem Behälter (1250), die ein Regelventil (1252) enthält, und eine Flüssigkeitsleitung (1254) zum Einleiten von Flüssigkeit aus dem Behälter (1250) in den Flüssigkeitsverteiler (44) am Kopf des mittleren Stoffaustauschabschnitts (152).
- Destillationssäulen-System nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Argonkondensator (155) so ausgebildet ist, dass er den gesamten Rücklauf für die Argonsäule erzeugt.
- Destillationssäulen-System nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Argonsäule als Rohargonsäule ausgebildet ist und 70 bis 180 theoretische Böden aufweist.
- Destillationssäulen-System nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass
  - der mittlere Stoffaustauschbereich (130) durch eine vertikale, insbesondere ebene Trennwand (136) gasdicht in den ersten Stoffaustauschraum (134) und in einen zweiten Stoffaustauschraum (135) unterteilt ist,
  - der erste Stoffaustauschraum (134) oben zum oberen Stoffaustauschbereich (131) hin und unten zum unteren Stoffaustauschbereich (132) hin offen ist und an seinem Kopf einen Flüssigkeitsverteiler (44) aufweist,
  - wobei der zweite Stoffaustauschraum (135) oben zum oberen Stoffaustauschbereich (131) hin gasdicht verschlossen (36) ist und mindestens einen Teil der Argonsäule (152) bildet,
  - wobei insbesondere der zweite Stoffaus-

15

20

25

30

35

45

50

55

tauschraum (135) unten zum unteren Stoffaustauschbereich (132) hin offen ist.

- 5. Destillationssäulen-System nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Argonsäule aus einer Kombination des zweiten Stoffaustauschraums (135) und einer separaten Rohargonsäule (900) oder alleine durch eine separate Rohargonsäule (900) gebildet wird und entweder
  - der Kopf der separaten Rohargonsäule (900) in Strömungsverbindung (907, 908) mit dem Verflüssigungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators (155) steht und
  - insbesondere der Sumpf der separaten Rohargonsäule (900) in Strömungsverbindung (905, 906) mit dem Kopf des zweiten Stoffaustauschraums (135) steht,

oder

- der Kopf der separaten Rohargonsäule (900) in Strömungsverbindung (903, 904) mit dem unteren Ende des zweiten Stoffaustauschraums (135) steht und insbesondere der zweite Stoffaustauschraum (135) unten zum unteren Stoffaustauschbereich (132) hin verschlossen (901) ist.

oder

- die Argonsäule durch eine separate Rohargonsäule (900) gebildet wird, der Kopf der Argonsäule in Strömungsverbindung (907, 908) mit dem Verflüssigungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators (155) steht und der Sumpf der Argonsäule mit einem Zwischenbereich der Niederdrucksäule (102) in Strömungsverbindung (901, 902) steht, insbesondere mit dem Bereich zwischen mittlerem und unterem Stoffaustauschbereich (130, 132).
- 6. Destillationssäulen-System nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Mittel (71) zum Einleiten von Flüssigkeit aus dem Flüssigkeitssammler (133) in den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators zum Einleiten von mindestens 80 mol-%, insbesondere mehr als 90 mol-% der im Normalbetrieb in den Flüssigkeitssammler strömenden Flüssigkeitsmenge in den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators ausgebildet sind.
- 7. Destillationssäulen-System nach einem der Ansprüche 1 bis 6, gekennzeichnet durch eine Rohsauerstoffleitung (153) zur Einleitung von Rohsauerstoff aus dem Sumpf der Hochdrucksäule (101) in den oberen Stoffaustauschbereich (131) der Nieder-

drucksäule (102).

- **8.** Anlage zur Erzeugung von Sauerstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft mit
  - einem Hauptluftverdichter (303) zum Verdichten von Einsatzluft
  - einer Luftvorkühlungseinheit (304) zum Vorkühlen der im Hauptluftverdichter verdichteten Einsatzluft.
  - einer Luftreinigungseinheit (305) zum Reinigen der vorgekühlten Einsatzluft,
  - einem Hauptwärmetauscher (308) zum Abkühlen von gereinigter Einsatzluft,
  - einem ersten Destillationssäulen-System, das nach einem der Ansprüche 1 bis 14 ausgebildet ist
  - einem zweiten Destillationssäulen-System, das nach einem der Ansprüche 1 bis 14 ausgebildet ist.
  - einer ersten Druckluftteilstromleitung (100) zum Einleiten abgekühlter Einsatzluft aus dem Hauptwärmetauscher (308) in die Hochdrucksäule (101) des ersten Destillationssäulen-Systems und mit
  - einer zweiten Druckluftteilstromleitung (200) zum Einleiten abgekühlter Einsatzluft aus dem Hauptwärmetauscher (308) in die Hochdrucksäule (201) des zweiten Destillationssäulen-Systems.
- 9. Anlage nach Anspruch 8, bei welcher der Hauptwärmetauscher (308) in eine erste Gruppe von Wärmetauscherblöcken und eine zweite Gruppe von Wärmetauscherblöcken aufgeteilt ist, die parallel geschaltet sind, wobei der Hauptwärmetauscher so ausgelegt ist, dass im Betrieb der Anlage
  - die Einsatzluft für das erste Destillationssäulen-System ausschließlich durch die erste Gruppe geleitet wird,
  - die Einsatzluft für das zweite Destillationssäulen-System ausschließlich durch die zweite Gruppe geleitet wird,
  - ein erster Unreinstickstoffstrom (110) aus der ersten Niederdrucksäule (102) abgezogen und vollständig in die erste Gruppe eingeleitet wird und
  - ein zweiter Unreinstickstoffstrom (210) aus der ersten Niederdrucksäule (202) abgezogen und vollständig in die erste Gruppe eingeleitet wird und

wobei die Anlage eine erste Gesamtproduktleitung (14, 42, 43) zur Zusammenführung eines ersten Produktstroms (114, 142, 143) aus dem ersten Destillationssäulen-System und eines zweiten Produktstroms (214, 242, 243) aus dem zweiten Destillati-

15

30

35

40

45

50

55

onssäulen-System aufweist, sowie Mittel zur Aufteilung des Gesamtproduktstroms aus der Gesamtproduktleitung auf die erste Gruppe und die zweite Gruppe des Hauptwärmetauschers.

- 10. Anlage nach einem der Ansprüche 8 oder 9, bei der das erste Destillationssäulen-System und das zweite Destillationssäulen-System die gleiche Baugröße aufweisen.
- 11. Anlage nach einem der Ansprüche 8 bis 10, gekennzeichnet durch je einen separaten Unterkühlungs-Gegenströmer (123; 223) für jedes der beiden Destillationssäulen-Systeme, der unabhängig vom Unterkühlungs-Gegenströmer des anderen Destillationssäulen-Systems betreibbar ist und insbesondere nicht mit Rohrleitungen von oder zu dem anderen Destillationssäulen-System verbunden ist.
- **12.** Anlage nach einem der Ansprüche 8 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, das die beiden Destillationssäulen-Systeme unabhängig voneinander betreibbar sind.
- Verfahren zur Gewinnung von Sauerstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft mit einem Destillationssäulen-System, das
  - eine Hochdrucksäule (101; 201) und eine Niederdrucksäule (102; 202),
  - einen Hauptkondensator (103; 203), der als Kondensator-Verdampfer ausgebildet ist, wobei der Verflüssigungsraum des Hauptkondensators mit dem Kopf der Hochdrucksäule in Strömungsverbindung (104, 105, 114, 115; 204, 205, 214, 215) steht,
  - und eine Argonsäule (152; 252), die
    - in Strömungsverbindung mit einer Zwischenstelle der Niederdrucksäule (102) steht, und
    - Mittel (37, 163) zum Abziehen eines argonangereicherten Stroms sowie
  - einen Argonsäulen-Kopfkondensator (155, 255) aufweist, der als Kondensator-Verdampfer ausgebildet ist und mit dem Kopf der Argonsäule (152, 252) in Strömungsverbindung (37, 62, 41) steht,

#### aufweist, wobei

- Einsatzluft (100; 200) in die Hochdrucksäule (101; 201) eingeleitet wird und
- ein Sauerstoffproduktstrom (14, GOXIC) aus der Niederdrucksäule (102; 202) abgezogen wird
- die Niederdrucksäule einen oberen Stoffaus-

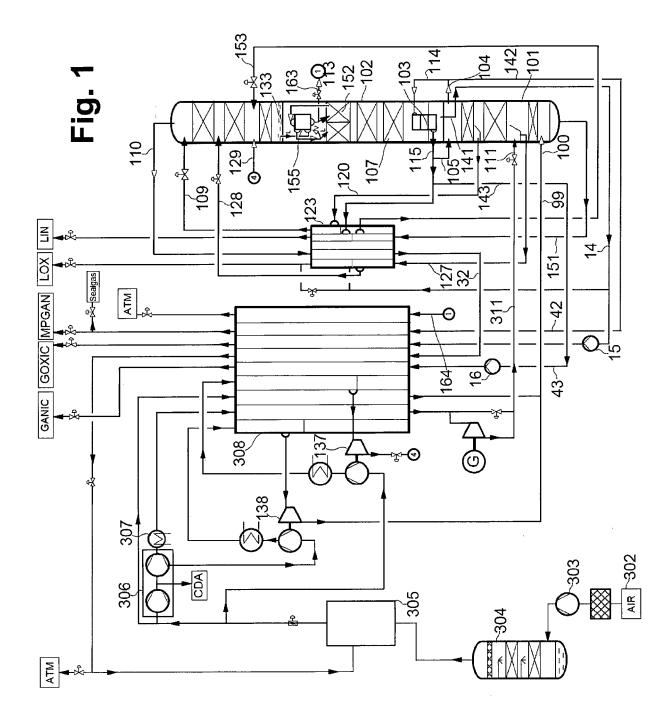
tauschbereich (131), einen unteren Stoffaustauschbereich (132) und einen mittleren Stoffaustauschbereich (130) aufweist,

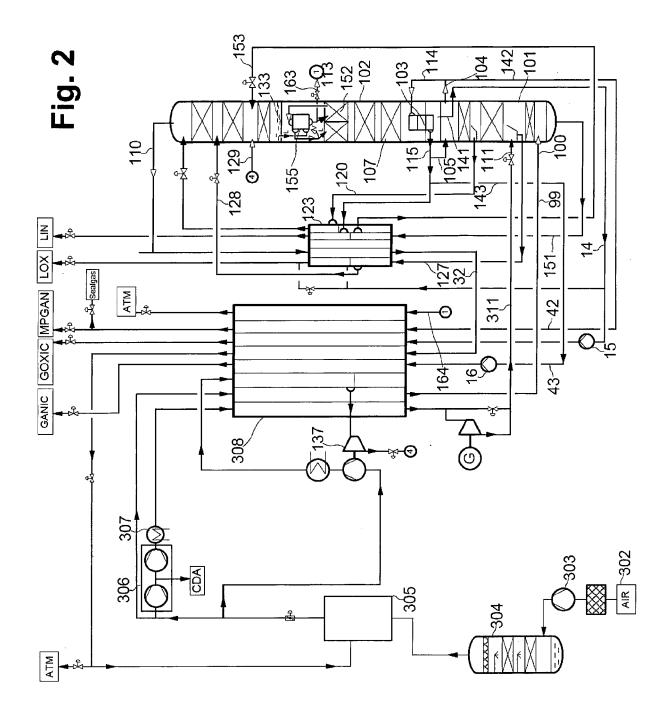
- der mittlere Stoffaustauschbereich (130) mindestens einen ersten Stoffaustauschraum (134) aufweist, der oben zum oberen Stoffaustauschbereich (131) hin und unten zum unteren Stoffaustauschbereich (132) hin offen ist,

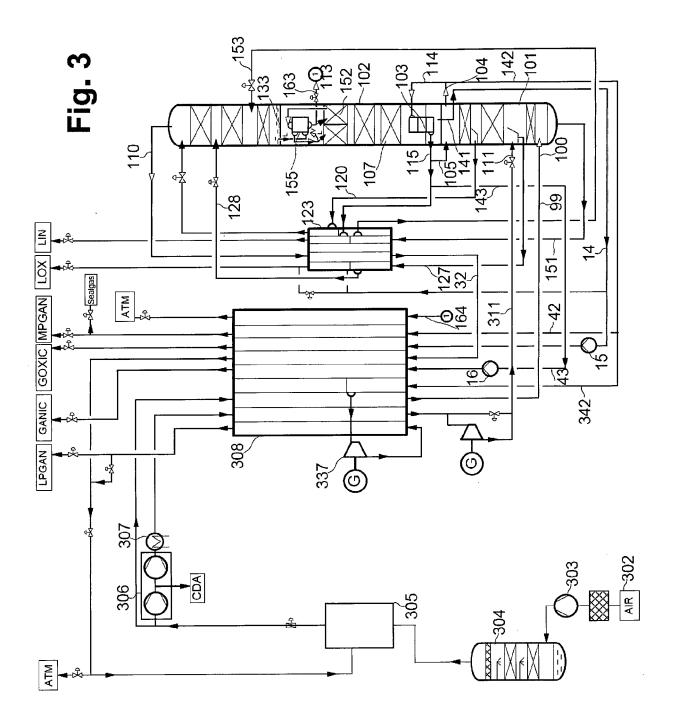
#### dadurch gekennzeichnet, dass

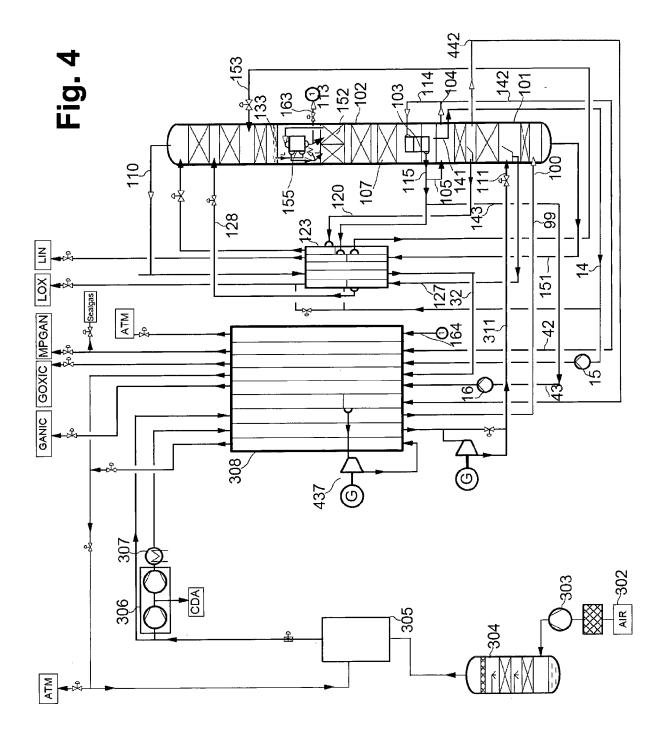
- der obere Stoffaustauschbereich (131) an seiner Unterseite einen Flüssigkeitssammler (133) aufweist.
- der erste Stoffaustauschraum (134) an seinem Kopf einen Flüssigkeitsverteiler (420) aufweist,
   der Argonsäulen-Kopfkondensator (155; 255) innerhalb der Niederdrucksäule (102) zwischen dem oberen und dem mittleren Stoffaustauschbereich angeordnet ist,
- der Argonsäulen-Kopfkondensator (155; 255) als Forced-Flow-Verdampfer ausgebildet ist, wobei er einen Verdampfungsraum aufweist, der an seiner Unterseite einen Eintritt und an seiner Oberseite einen Austritt aufweist, wobei der Austritt mit dem Flüssigkeitsverteiler des ersten Stoffaustauschraums verbunden ist,
- aus dem Verflüssigungsraum des Argon-Kopfkondensators (155; 255) eine argonangereicherte Fraktion (163; 263) abgezogen wird,
- Flüssigkeit aus dem Flüssigkeitssammler (133), der unterhalb des oberen Stoffaustauschbereichs (131) angeordnet ist in den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensators (155) eingeleitet wird, und dass
- zur Regelung des Argonsäulen-Kopfkondensators (155) ein Zwei-Phasen-Gemisch (73) aus dem Verdampfungsraum des Argonkondensators (155) entnommen und in einen Behälter (1250) eingeleitet wird, ein Gasstrom (1251) aus dem Behälter (1250) über ein Regelventil (1252) abgezogen wird und ein Flüssigstrom (1254) aus dem Behälter (1250) abgezogen und in den Flüssigkeitsverteiler (44) am Kopf des mittleren Stoffaustauschabschnitts (152) eingeleitet wird.
- 14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens 80 mol-%, insbesondere mehr als 90 mol-% der in den Flüssigkeitssammler (133) strömenden Flüssigkeitsmenge in den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkondensator eingeleitet werden.
- 15. Verfahren nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, dass die gesamte von dem Flüssigkeitssammler (133) aufgefangene Rücklaufflüssigkeit aus dem oberen Stoffaustauschbereich (131) in den Verdampfungsraum des Argonsäulen-Kopfkon-

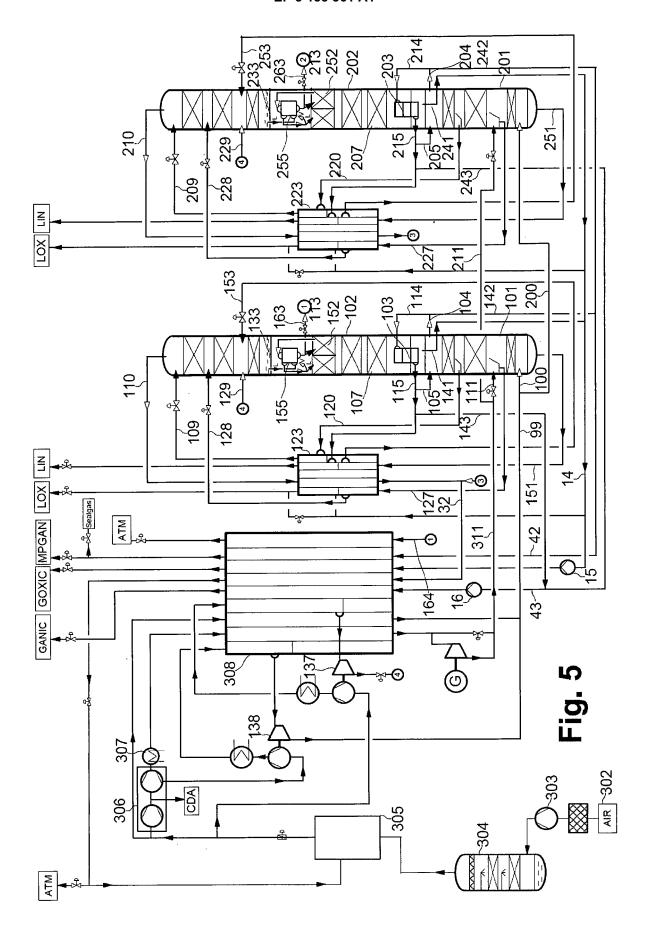
densators (155) eingeleitet wird.

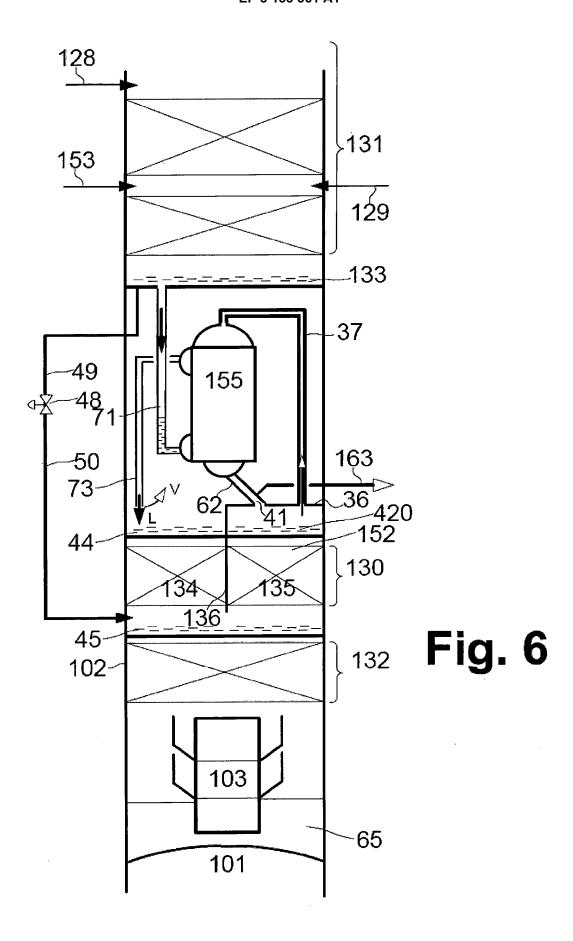


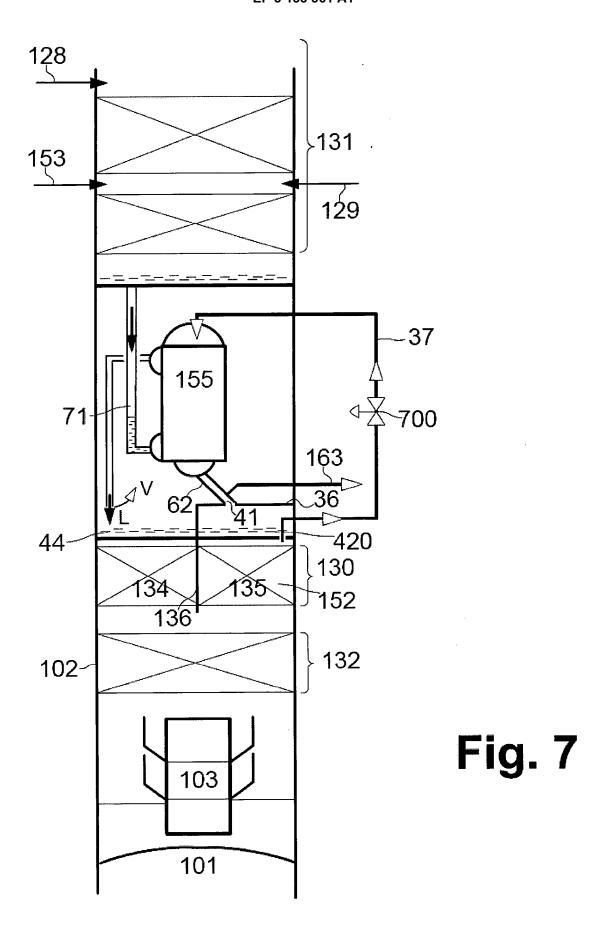


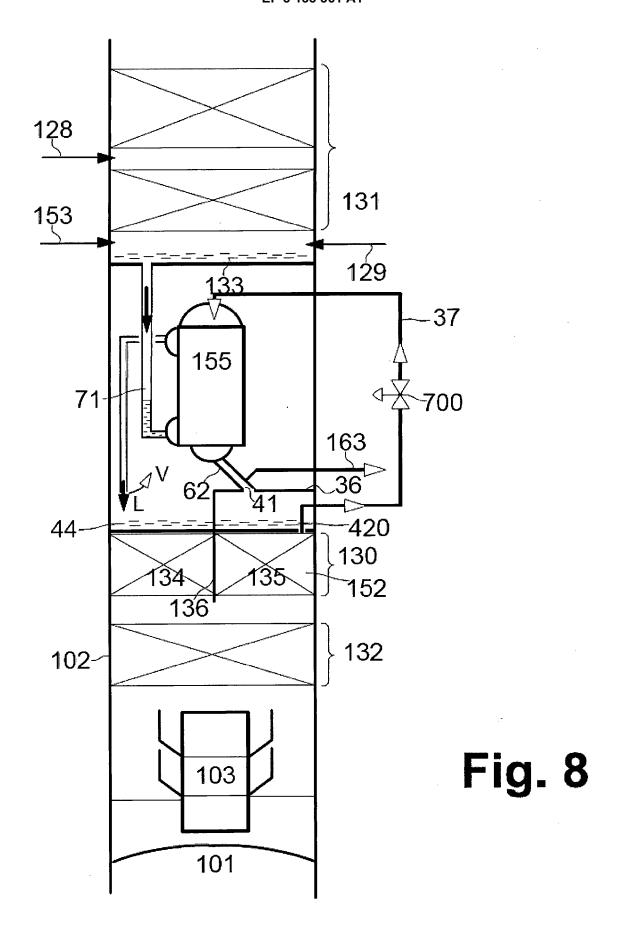


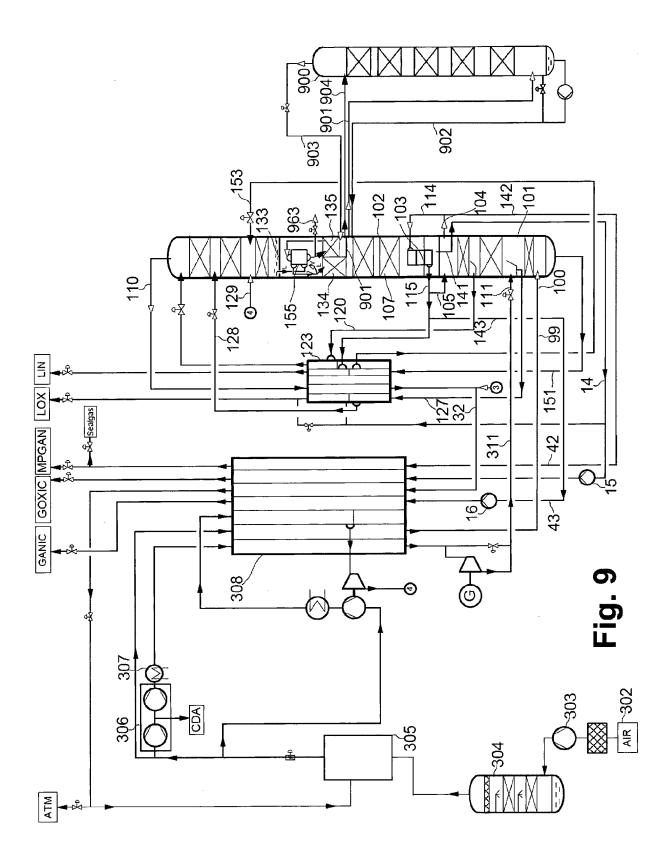


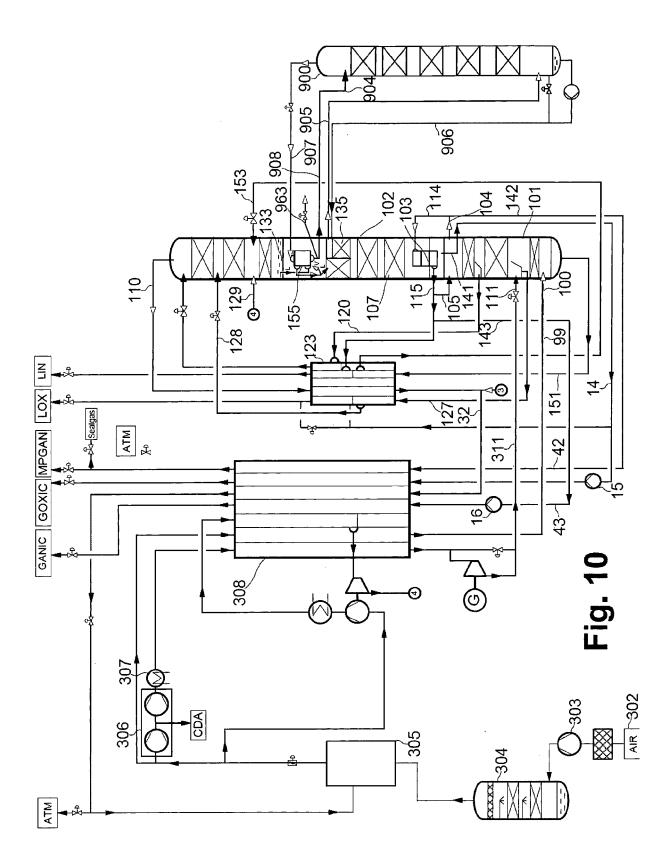


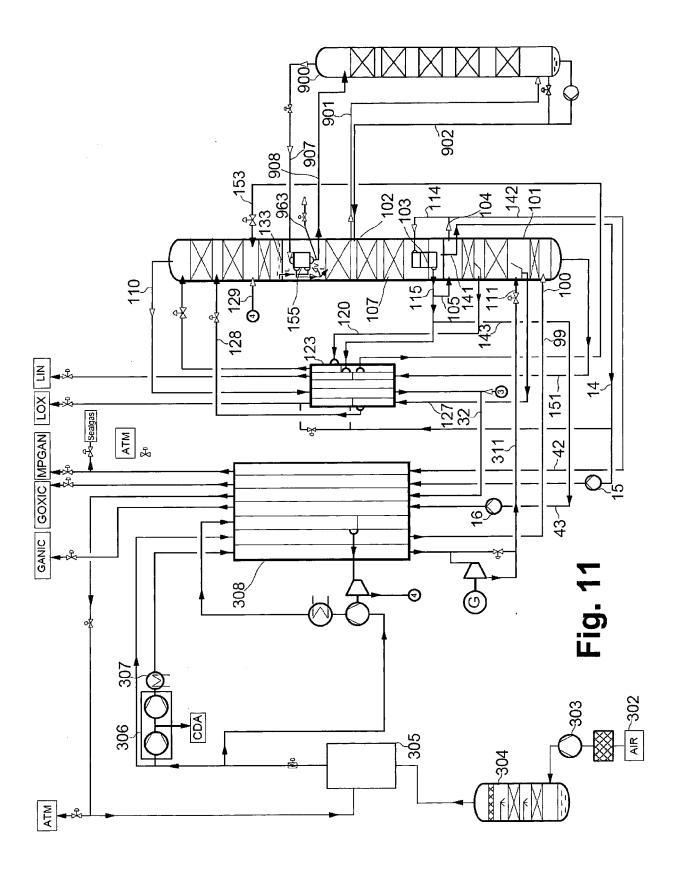


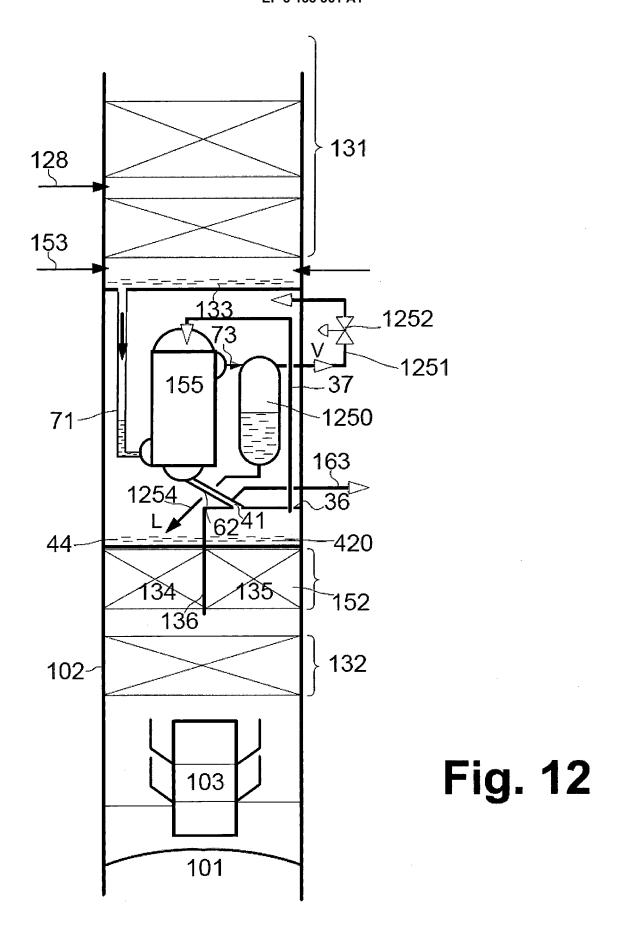














### **EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT**

**EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE** 

Nummer der Anmeldung EP 16 00 1736

0		

Kategorie	Kennzeichnung des Dokum der maßgebliche	nents mit Angabe, soweit erforderlich, en Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
A	[US] ET AL) 4. Nove	AQUIST DANTE PATRICK mber 1997 (1997-11-04) 44-54; Abbildung 3 *	1-15	INV. F25J3/04
	EP 1 108 965 A1 (AI 20. Juni 2001 (2001 * Absatz [0053]; Ab		1-15	
A	EP 0 473 078 A1 (AI 4. März 1992 (1992– * Abbildung 2 *	R PROD & CHEM [US]) 03-04)	1,13	
A,P	WO 2015/167699 A2 ( [US]) 5. November 2 * Abbildungen 1-3 *		1,13	
	JP S57 134596 U (NI 21. August 1982 (19 * Abbildung 3 *	PPON SANSO CORPORATION) 82-08-21)	1,13	
	WO 2014/146779 A2 ( 25. September 2014 * Abbildung 2 *		1,13	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC)
	EP 2 865 978 A1 (LI 29. April 2015 (201 * Abbildungen *		8-12	
Der vor	liegende Recherchenbericht wu	rde für alle Patentansprüche erstellt		
	Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche		Prüfer
	München	12. Januar 2017	Gör	itz, Dirk
X : von k Y : von k ande A : techi	TEGORIE DER GENANNTEN DOKU Desonderer Bedeutung allein betracht Desonderer Bedeutung in Verbindung ren Veröffentlichung derselben Kateg nologischer Hintergrund	E: älteres Patentdok et nach dem Anmelc mit einer D: in der Anmeldung orie L: aus anderen Grür	ument, das jedoo edatum veröffen angeführtes Dol den angeführtes	tlicht worden ist kument Dokument
	tschriftliche Offenbarung chenliteratur	& : Mitglied der gleich Dokument	nen Patentfamilie	, übereinstimmendes

# ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EP 16 00 1736

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

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.

12-01-2017

	Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokume	nt	Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
	US 5682766	A	04-11-1997	BR CA CN DE EP ES ID US	9704293 A 2212773 A1 1184925 A 69717402 D1 0848218 A2 2184943 T3 19815 A 5682766 A	16-03-1999 12-06-1998 17-06-1998 09-01-2003 17-06-1998 16-04-2003 06-08-1998 04-11-1997
	EP 1108965	A1	20-06-2001	AT CA CN DE EP ES JP US	317965 T 2327751 A1 1300930 A 60026000 T2 1108965 A1 2254110 T3 3495329 B2 2001224901 A 6240744 B1	15-03-2006 13-06-2001 27-06-2001 26-10-2006 20-06-2001 16-06-2006 09-02-2004 21-08-2001 05-06-2001
	EP 0473078	A1	04-03-1992	CA DE DE EP ES JP US	2049646 A1 69104933 D1 69104933 T2 0473078 A1 2066296 T3 H04332376 A 5114449 A	01-03-1992 08-12-1994 20-04-1995 04-03-1992 01-03-1995 19-11-1992 19-05-1992
	WO 2015167699	A2	05-11-2015	CN US US WO	105934642 A 2015316318 A1 2016131425 A1 2015167699 A2	07-09-2016 05-11-2015 12-05-2016 05-11-2015
	JP S57134596	U	21-08-1982	JP JP	S6142072 Y2 S57134596 U	29-11-1986 21-08-1982
	WO 2014146779	A2	25-09-2014	AU CN US WO	2014234685 A1 105452790 A 2016003531 A1 2014146779 A2	27-08-2015 30-03-2016 07-01-2016 25-09-2014
	EP 2865978	A1	29-04-2015	KEI	NE	
EPO FORM P0461						

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

#### EP 3 133 361 A1

#### 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 1287302 B1 [0005]
- US 6748763 B2 [0005]
- US 5235816 A [0011]

- EP 1108965 A1 [0012]
- DE 1272322 B [0020]
- US 612892 A [0042]

## In der Beschreibung aufgeführte Nicht-Patentliteratur

- Tieftemperaturtechnik. VON HAUSEN/LINDE.
   Zwei-Säulen-Anlagen im Speziellen sind in der Monografie. 1985 [0002]
- LATIMER. Chemical Engineering Progress, 1967, vol. 63 (2), 35 [0002]