

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
14. Mai 2010 (14.05.2010)

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2010/051970 A2

- (51) Internationale Patentklassifikation:
F25J 3/02 (2006.01)
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2009/007878
- (22) Internationales Anmeldedatum:
3. November 2009 (03.11.2009)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
10 2008 056 191.6
6. November 2008 (06.11.2008) DE
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): LINDE AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; Klosterhofstrasse 1, 80331 München (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): BAUER, Heinz [DE/DE]; Gartenstrasse 12, 82067 Ebenhausen (DE). SAPPER, Rainer [DE/DE]; Zugspitzstrasse 9, 82335 Berg (DE). GWINNER, Martin [DE/DE]; Bachstrasse 9a, 82398 Polling (DE). SCHOPFER, Georg [DE/DE]; Herzogstr. 112, 80796 München (DE).
- (74) Anwalt: LINDE AG; Legal Services Intellectual Property, Dr.-Carl-von-Linde-Str. 6-14, 82049 Pullach (DE).

- (81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts (Regel 48 Absatz 2 Buchstabe g)

(54) Title: METHOD FOR REMOVING NITROGEN

(54) Bezeichnung : VERFAHREN ZUM ABTRENNEN VON STICKSTOFF

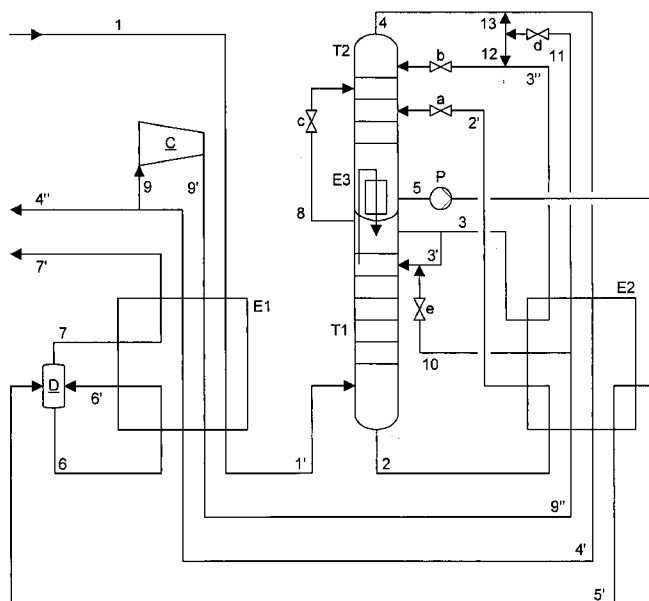


Fig. 3

(57) Abstract: The invention relates to a method for removing a nitrogen-rich fraction from a feed fraction which substantially contains nitrogen and hydrocarbons. According to said method, the feed fraction is subjected to separation into a nitrogen-rich and a methane-rich fraction by rectification, the methane-rich fraction being evaporated and then superheated at as high a pressure as possible relative to the feed fraction to be cooled for refrigeration. The still liquid or partially evaporated methane-rich fraction (5') is supplied to a circulation container (D), only the liquid portion of the methane-rich fraction (5') accumulated in the circulation container (D) is completely evaporated preferably in natural circulation and the top product (7) of the circulation container (D) is superheated (E1).

(57) Zusammenfassung: Es wird ein Verfahren zum Abtrennen einer Stickstoff-reichen Fraktion aus einer im Wesentlichen Stickstoff und Kohlenwasserstoffe enthaltenden Einsatzfraktion beschrieben, wobei die Einsatzfraktion rektifikatorisch in eine Stickstoff-reiche und eine Methan-reiche Fraktion aufgetrennt

wird und wobei die Methan-reiche Fraktion zum Zwecke der Kälteerzeugung bei einem möglichst hohen Druck gegen die abzukühlende Einsatzfraktion

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2010/051970 A2

verdampft und überhitzt wird. Erfindungsgemäß wird die noch flüssige oder partiell verdampfte Methan-reiche Fraktion (5') einem Umlaufbehälter (D) zugeführt, lediglich der in dem Umlaufbehälter (D) anfallende Flüssiganteil der Methan-reichen Fraktion (5') vorzugsweise im Natur- Umlauf vollständig verdampft und das Kopfprodukt (7) des Umlaufbehälters (D) überhitzt (E1).

Beschreibung

Verfahren zum Abtrennen von Stickstoff

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Abtrennen einer Stickstoff-reichen Fraktion aus einer im Wesentlichen Stickstoff und Kohlenwasserstoffe enthaltenden

5 Einsatzfraktion, wobei die Einsatzfraktion rektifikatorisch in eine Stickstoff-reiche und eine Methan-reiche Fraktion aufgetrennt wird und wobei die Methan-reiche Fraktion zum Zwecke der Kälteerzeugung bei einem möglichst hohen Druck gegen die abzukühlende Einsatzfraktion verdampft und überhitzt wird.

10 Ein gattungsgemäßes Verfahren zum Abtrennen einer Stickstoff-reichen Fraktion aus einer im Wesentlichen Stickstoff und Kohlenwasserstoffe enthaltenden Einsatzfraktion sei nachfolgend anhand des in der **Figur 1** dargestellten Prozesses erläutert.

Über Leitung 1 wird die im Wesentlichen Stickstoff und Kohlenwasserstoffe
15 enthaltende Einsatzfraktion, die ggf. einer Vorbehandlung, wie Schwefelentfernung, Kohlendioxid-Entfernung, Trocknung, etc., unterworfen wurde, einem Wärmetauscher E1 zugeführt und in diesem gegen Verfahrensströme, auf die im Folgenden noch näher eingegangen werden wird, abgekühlt und partiell kondensiert. Über Leitung 1' wird die partiell kondensierte Einsatzfraktion einer Vortrennkolonne T1 zugeführt.

20

Diese Vortrennkolonne T1 bildet zusammen mit der Niederdruckkolonne T2 eine Doppelkolonne T1/T2. Die thermische Kopplung der Trennkolonnen T1 und T2 erfolgt über den Kondensator/Aufkocher E3.

25 Aus dem Sumpf der Vortrennkolonne T1 wird über Leitung 2 eine Kohlenwasserstoff-reiche Flüssigfraktion abgezogen, im Wärmetauscher E2 gegen Verfahrensströme, auf die im Folgenden noch näher eingegangen werden wird, unterkühlt und anschließend über Leitung 2' und Entspannungsventil a der Niederdruckkolonne T2 im oberen Bereich zugeführt.

30

Über Leitung 3 wird aus dem oberen Bereich der Vortrennkolonne T1 eine flüssige Stickstoff-reiche Fraktion abgezogen. Ein Teilstrom dieser Fraktion wird über Leitung 3' als Rücklauf auf die Vortrennkolonne T1 gegeben. Die über Leitung 3 abgezogene

Stickstoff-reiche Fraktion wird im Wärmetauscher E2 unterkühlt und über die Leitung 3" und Entspannungsventil b der Niederdruckkolonne T2 oberhalb des Einspeisepunktes der vorbeschriebenen Methan-reichen Fraktion zugeführt.

5 Über Leitung 4 wird am Kopf der Niederdruckkolonne T2 eine Stickstoff-reiche Gasfraktion abgezogen. Deren Methan-Gehalt beträgt typischerweise weniger als 1 Vol-%. In den Wärmetauschern E2 und E1 wird die Stickstoff-reiche Fraktion anschließend angewärmt und ggf. überhitzt, bevor sie über Leitung 4" abgezogen und in die Atmosphäre entlassen oder ggf. einer anderen Verwendung zugeführt wird.

10

Über Leitung 5 wird aus dem Sumpf der Niederdruckkolonne T2 eine Methan-reiche Flüssigfraktion, die neben Methan die in der Einsatzfraktion enthaltenen höheren Kohlenwasserstoffe beinhaltet, abgezogen. Deren Stickstoff-Gehalt beträgt typischerweise weniger als 5 Vol-%. Die Methan-reiche Fraktion wird mittels der

15 Pumpe P auf einen möglichst hohen Druck – dieser liegt üblicherweise zwischen 5 und 15 bar – gepumpt. Im Wärmetauscher E2 wird die Methan-reiche Flüssigfraktion angewärmt und ggf. teilverdampft. Über Leitung 5' wird sie anschließend dem Wärmetauscher E1 zugeführt und in diesem gegen die abzukühlende Einsatzfraktion vollständig verdampft und überhitzt, bevor sie über Leitung 5" aus dem Prozess
20 abgezogen wird.

Gattungsgemäße Verfahren zum Abtrennen einer Stickstoff-reichen Fraktion aus einer im Wesentlichen Stickstoff und Kohlenwasserstoffe enthaltenden Einsatzfraktion werden in sog. NRUs (Nitrogen Rejection Unit) realisiert. Eine Stickstoff-Abtrennung
25 aus Stickstoff/Kohlenwasserstoff-Gemischen wird immer dann durchgeführt, wenn ein erhöhter Stickstoff-Gehalt die bestimmungsgemäße Verwendung des Stickstoff/Kohlenwasserstoff-Gemisches verhindert. So überschreitet bspw. ein Stickstoff-Gehalt von mehr als 5 Mol-% typische Spezifikationen von Erdgaspipelines, in denen das Stickstoff/Kohlenwasserstoff-Gemisch transportiert wird. Auch
30 Gasturbinen können nur bis zu einem bestimmten Stickstoff-Gehalt im Brenngas betrieben werden.

Derartige NRUs werden in der Regel ähnlich einem Luftzerleger mit einer Doppelkolonne, wie bspw. anhand der Figur 1 beschrieben, als zentraler
35 Prozesseinheit gebaut.

Gattungsgemäße Verfahren kommen üblicherweise ohne Verwendung von Fremdkälte oder kälteleistender Turbinen aus. Daher ist eine aufwändige Wärmeintegration nötig. Hervorzuheben ist hier der Kondensator/Aufkocher E3, der T1 thermisch mit T2

5 koppelt. Das über Leitung 5 aus der Niederdruckkolonne T2 abgezogene Sumpfprodukt wird des Weiteren bei einem möglichst hohen Druck – üblicherweise 5 bis 15 bar, der mittels der Pumpe P erzeugt wird – nach Anwärmung im Wärmetauscher E2 im Wärmetauscher E1 verdampft und überhitzt. Ein möglichst hoher Abgabedruck der verdampften und überhitzten Methan-reiche Fraktion (Leitung

10 5") an der Anlagengrenze ist ein Qualitätsmerkmal des Verfahrenskonzeptes.

Die Verdampfung der vorgenannten, aus der Niederdruckkolonne T2 abgezogenen Methan-reichen Flüssigfraktion gestaltet sich dann schwierig, wenn sich die Prozessbedingungen nennenswert ändern. Normalerweise findet die Verdampfung und

15 anschließende Überhitzung der Methan-reichen Fraktion in einem durchgehenden Wärmetauscher E1 statt. Die genaue Lokalisierung des Taupunktes dieser Fraktion ist für die erfolgreiche Wärmeintegration notwendig.

Ändert sich nun die Menge der zu verdampfenden Methan-reichen Fraktion – entweder

20 durch Verschiebung der Zusammensetzung der Einsatzfraktion (typischer Langzeiteffekt) oder bspw. aufgrund von Schwankungen der Fördermenge der Pumpe P (typischer Kurzeiteffekt) –, wird der Wärmehaushalt im Wärmetauscher E1 gestört. Der Ort, an dem der Taupunkt der Methan-reichen Fraktion im Wärmetauscher E1 erreicht wird, verschiebt sich dadurch. Erfolgen die vorbeschriebenen Änderungen zu

25 schnell, so kann zum einen die Reinheit der Stickstoff-reichen und/oder Methan-reichen (Produkt)Fraktion(en) in den Leitungen 4" und 5" nicht mehr gehalten werden und zum anderen wird der Wärmetauscher E1 aufgrund von schnellen Temperaturänderungen unzulässig hohen mechanischen Spannungen, die zu einer Beschädigung des Wärmetauschers E1 führen können, ausgesetzt.

30 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein gattungsgemäßes Verfahren zum Abtrennen einer Stickstoff-reichen Fraktion aus einer im Wesentlichen Stickstoff und Kohlenwasserstoffe enthaltenden Einsatzfraktion anzugeben, das die vorbeschriebenen Nachteile vermeidet.

35

- Zur Lösung dieser Aufgabe wird ein gattungsgemäßes Verfahren zum Abtrennen einer Stickstoff-reichen Fraktion aus einer im Wesentlichen Stickstoff und Kohlenwasserstoffe enthaltenden Einsatzfraktion vorgeschlagen, das dadurch gekennzeichnet ist, dass die noch flüssige oder partiell verdampfte Methan-reiche
- 5 Fraktion einem Umlaufbehälter zugeführt, lediglich der in dem Umlaufbehälter anfallende Flüssiganteil der Methan-reichen Fraktion zumindest partiell verdampft, erneut dem Umlaufbehälter zugeführt und das vollständig verdampfte Kopfprodukt des Umlaufbehälters überhitzt wird.
- 10 Durch diese Art der Verdampfung wird das Temperaturprofil des Wärmetauschers E1 geometrisch fixiert. Die Verdampfung der Methan-reichen Fraktion vollzieht sich kontrolliert im unteren Teil des Wärmetauschers E1, während im oberen Teil des Wärmetauschers E1 die Überhitzung des nun reinen Gasstromes sichergestellt ist.
- 15 Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Verfahrens zum Abtrennen einer Stickstoff-reichen Fraktion aus einer im Wesentlichen Stickstoff und Kohlenwasserstoffe enthaltenden Einsatzfraktion, die Gegenstände der abhängigen Patentansprüche darstellen, sind dadurch gekennzeichnet, dass
- 20 - die Verdampfung des im Umlaufbehälter anfallenden Flüssiganteils der Methan-reichen Fraktion im Natur-Umlauf erfolgt,
- sofern die rektifikatorische Auftrennung der Einsatzfraktion in einer Doppelkolonne, bestehend aus einer Vortrennkolonne und einer
- 25 Niederdruckkolonne, erfolgt, im oberen Bereich der Vortrennkolonne, vorzugsweise unterhalb des obersten Bodens der Vortrennkolonne, eine Helium-reiche Fraktion abgezogen und in die Niederdruckkolonne, vorzugsweise in den Kopfbereich der Niederdruckkolonne, entspannt wird,
- 30 - zumindest zeitweilig ein Teilstrom der Stickstoff-reichen Fraktion zumindest auf den Druck der Vortrennkolonne und/oder der Niederdruckkolonne verdichtet und der Vortrennkolonne und/oder der Niederdruckkolonne als Rücklaufstrom zugeführt wird,

- ein Teilstrom der aus dem Kopfbereich der Vortrennkolonne abgezogenen, der Niederdruckkolonne zuzuführenden, Stickstoff-reichen Fraktion unter Druck verdampf wird,
- 5 - der Methan-Gehalt der rektifikatorisch gewonnenen Stickstoff-reichen Fraktion weniger als 1 Vol-% beträgt und
- der Stickstoff-Gehalt der rektifikatorisch gewonnenen Methan-reichen Fraktion weniger als 5 Vol-% beträgt.

10

Das erfindungsgemäße Verfahren zum Abtrennen einer Stickstoff-reichen Fraktion aus einer im Wesentlichen Stickstoff und Kohlenwasserstoffe enthaltenden Einsatzfraktion sowie weitere vorteilhafte Ausgestaltungen desselben, die Gegenstände der anhängigen Patentansprüche darstellen, seien im Folgenden anhand der in den
15 Figuren 2 bis 4 dargestellten Ausführungsbeispiele näher erläutert.

Bei der Beschreibung bzw. Erläuterung der in den Figuren 2 bis 4 dargestellten Ausführungsbeispiele wird auf diejenigen Verfahrensabschnitte, die bereits anhand der Figur 1 erläutert werden, nicht nochmals im Detail eingegangen.

20

Im Unterschied zu der in der Figur 1 dargestellten Verfahrensweise wird bei der in der **Figur 2** dargestellten Verfahrensweise nunmehr die noch flüssige oder nicht vollständig verdampfte Methan-reiche Fraktion, die über Leitung 5' aus dem Wärmetauscher E2 abgezogen wird, nicht unmittelbar dem Wärmetauscher E1
25 zugeführt, sondern einem Umlaufbehälter D. Erfindungsgemäß wird lediglich der in dem Umlaufbehälter D anfallende Flüssiganteil der Methan-reichen Fraktion, der über Leitung 6 dem Wärmetauscher E1 zugeführt wird, im Wärmetauscher E1 partiell verdampft und anschließend über Leitung 6' erneut dem Umlaufbehälter D zugeführt. Das über Leitung 7 am Kopf des Umlaufbehälters D abgezogene, vollständig
30 verdampfte Methan-reiche Kopfprodukt wird anschließend im Wärmetauscher E1 überhitzt, bevor es über Leitung 7' aus dem Prozess abgezogen wird.

35

Die Prozessführung der Methan-reichen Fraktion innerhalb des Wärmetauschers E1 wird erfindungsgemäß dadurch örtlich definiert, dass der Weg in einen Verdampfungsabschnitt und einen Überhitzungsabschnitt aufgeteilt wird. Die

Verdampfung der Methan-reichen Fraktion erfolgt nunmehr ausschließlich in dem Abschnitt des Wärmetauschers E1, der über Leitung 6 mit dem Sumpf des Umlaufbehälters D verbunden ist.

- 5 Die beschriebene Prozessführung ermöglicht eine sichere und stabile Verdampfung der Methan-reichen (Produkt)Fraktion auch unter veränderlichen Betriebsbedingungen, wie bspw. Änderung der Rohgasmenge, der Rohgaszusammensetzung, des Rohgasdrucks sowie im Falle von Reglerschwankungen. Diese Umstände ergeben sich bspw. sehr ausgeprägt in der Ölförderung mit Druckhaltung durch Stickstoff (EOR = Enhanced Oil Recovery), bei der das Erdölbegleitgas im Laufe von Jahren immer
10 reicher an Stickstoff wird.

- Es hat sich gezeigt, dass die vorbeschriebene erfindungsgemäße Verfahrensweise lediglich ein geringes Maß an Mehrenergieverbrauch erfordert. Dies ist darauf
15 zurückzuführen, dass die Methan-reichen (Produkt)Fraktion nicht mehr in einem Durchgang verdampft, sondern nach einer Teilverdampfung im Wärmetauscher E1 erneut dem Umlaufbehälter D zugeführt wird. Auf diese Weise reduziert sich der Gehalt leicht flüchtiger Komponenten, insbesondere des Stickstoffes, im siedenden Gemisch. Bei gegebenem Druck verschiebt sich damit der Siedebereich der Methan-reichen
20 (Produkt)Fraktion hin zu höheren Temperaturen. Da gewisse Mindesttemperaturdifferenzen im Wärmetauscher E1 nicht unterschritten werden können, müssen entweder die Teilkondensation der Einsatzfraktion bei höherem Druck und/oder die Verdampfung der Methan-reichen (Produkt)Fraktion bei niedrigerem Druck erfolgen. Beides führt zu einer gewissen Erhöhung des Energieverbrauches.

- 25 Die erhöhte betriebliche Flexibilität und die verbesserte mechanische Robustheit überwiegen die erhöhten Betriebskosten jedoch; dies gilt insbesondere bei absehbar großen Schwankungen in der Betriebsweise.

- 30 Die in der **Figur 3** dargestellte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens unterscheidet sich von der in der Figur 2 dargestellten Ausführungsform dadurch, dass im oberen Bereich der Vortrennkolonne T1, vorzugsweise unterhalb des Kondensators E3 der Vortrennkolonne T1, eine Helium-reiche Fraktion 8 abgezogen und mittels des Ventils c in die Niederdruckkolonne T2, vorzugsweise in den Kopfbereich der
35 Niederdruckkolonne T2, entspannt wird. Diese Ausgestaltung des erfindungsgemäßen

Verfahrens hat bei Helium-enthaltenden Einsatzfraktionen den Vorteil, dass das Inertgas Helium ausgeschleust werden kann und die Auswirkungen betrieblicher Schwankungen oder Änderungen des Helium-Anteils in der Einsatzfraktion durch die Rückwäsche in der Niederdruckkolonne T2 gedämpft werden und nicht unmittelbar zu Verunreinigungen der Stickstoff-reichen (Produkt)Fraktion mit einem erhöhten Methan-Gehalt führen.

Des Weiteren zeigt die Figur 3 eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens, die dadurch gekennzeichnet ist, dass zumindest zeitweilig ein Teilstrom der Stickstoff-reichen Fraktion, der über Leitung 9 einem ein- oder mehrstufigen Verdichter C zugeführt wird, zumindest auf den Druck der Vortrennkolonne T1 und/oder der Niederdruckkolonne T2 verdichtet wird. Der verdichtete Teilstrom der Stickstoff-reichen Fraktion wird über die Leitungen 9' und 9'' durch die Wärmetauscher E1 und E2 geführt und in diesen abgekühlt und ggf. partiell oder vollständig kondensiert.

Über Leitung 10 und Entspannungsventil e und/oder Leitungen 11/12 und Entspannungsventil d kann der verdichtete Teilstrom der Stickstoff-reichen Fraktion der Vortrennkolonne T1 und/oder der Niederdruckkolonne T2 als Rücklaufstrom oder über Leitung 13 direkt der über Leitung 4 am Kopf der Niederdruckkolonne T2 abgezogenen Stickstoff-reichen Fraktion zugeführt werden. Mittels dieser Verfahrensweise kann der Betriebsbereich der Doppelkolonne T1/T2 in Bezug auf den Stickstoff-Gehalt in der Einsatzfraktion wesentlich in Richtung eines niedrigen Stickstoff-Gehalts erweitert werden. Über Leitung 13 kann der verdichtete Teilstrom der Stickstoff-reichen Fraktion somit teilweise oder vollständig zur Kälteversorgung im Wärmetauscher E2 verwendet werden, ohne dass die Rektifikation in den Kolonnen T1 und/oder T2 direkt beeinflusst wird.

Die in der Figur 4 dargestellte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass über Leitung 14 ein Teilstrom der über Leitung 3 aus dem Kopfbereich der Vortrennkolonne T1 abgezogenen, der Niederdruckkolonne T2 zuzuführenden, Stickstoff-reichen Flüssigfraktion dem Wärmetauscher E2 zugeführt und in diesem angewärmt sowie ggf. teilverdampft wird. Über Leitung 14' wird dieser Teilstrom anschließend dem Wärmetauscher E1 zugeführt und in diesem

vorzugsweise vollständig verdampft, bevor dieser Teilstrom über Leitung 14" aus dem Prozess als weitere Stickstoff-reiche (Produkt)Fraktion abgezogen wird.

- 5 Diese Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist insbesondere dann von Vorteil, wenn über Leitung 14" eine Teilmenge der abgetrennten Stickstoff-reichen (Produkt)Fraktion unter erhöhtem Druck benötigt wird, bspw. zur Inertgas-Versorgung der Anlage bzw. des Prozesses.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Abtrennen einer Stickstoff-reichen Fraktion aus einer im Wesentlichen Stickstoff und Kohlenwasserstoffe enthaltenden Einsatzfraktion, wobei die Einsatzfraktion rektifikatorisch in eine Stickstoff-reiche und eine Methan-reiche Fraktion aufgetrennt wird und wobei die Methan-reiche Fraktion zum Zwecke der Kälteerzeugung bei einem möglichst hohen Druck gegen die abzukühlende Einsatzfraktion verdampft und überhitzt wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass die noch flüssige oder partiell verdampfte Methan-reiche Fraktion (5') einem Umlaufbehälter (D) zugeführt, lediglich der in dem Umlaufbehälter (D) anfallende Flüssiganteil der Methan-reichen Fraktion (6) zumindest partiell verdampft (E1), erneut dem Umlaufbehälter (D) zugeführt und das vollständig verdampfte Kopfprodukt (7) des Umlaufbehälters (D) überhitzt wird (E1).
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Verdampfung des im Umlaufbehälter (D) anfallenden Flüssiganteils der Methan-reichen Fraktion (6) im Natur-Umlauf erfolgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei die rektifikatorische Auftrennung der Einsatzfraktion in einer Doppelkolonne, bestehend aus einer Vortrennkolonne und einer Niederdruckkolonne, erfolgt, dadurch gekennzeichnet, dass im oberen Bereich der Vortrennkolonne (T1), vorzugsweise unterhalb des obersten Bodens der Vortrennkolonne (T1), eine Helium-reiche Fraktion (8) abgezogen und in die Niederdruckkolonne (T2), vorzugsweise in den Kopfbereich der Niederdruckkolonne (T2), entspannt wird (c).
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 3, wobei die rektifikatorische Auftrennung der Einsatzfraktion in einer Doppelkolonne, bestehend aus einer Vortrennkolonne und einer Niederdruckkolonne, erfolgt, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest zeitweilig ein Teilstrom der Stickstoff-reichen Fraktion (9) zumindest auf den Druck der Vortrennkolonne (T1) und/oder der Niederdruckkolonne (T2) verdichtet (C) und der Vortrennkolonne (T1) und/oder der Niederdruckkolonne (T2) als Rücklaufstrom (10, 11, 12) zugeführt wird.

5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 4, wobei die rektifikatorische Auftrennung der Einsatzfraktion in einer Doppelkolonne, bestehend aus einer Vortrennkolonne und einer Niederdruckkolonne, erfolgt, dadurch gekennzeichnet, dass ein Teilstrom (14, 14') der aus dem Kopfbereich der Vortrennkolonne (T1) abgezogenen, der Niederdruckkolonne (T2) zuzuführenden, Stickstoff-reichen Fraktion (3) unter Druck verdampf wird (E1).
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Methan-Gehalt der rektifikatorisch (T1/T2) gewonnenen Stickstoff-reichen Fraktion (4 – 4'') weniger als 1 Vol-% beträgt.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Stickstoff-Gehalt der rektifikatorisch (T1/T2) gewonnenen Methan-reichen Fraktion (5) weniger als 5 Vol-% beträgt.

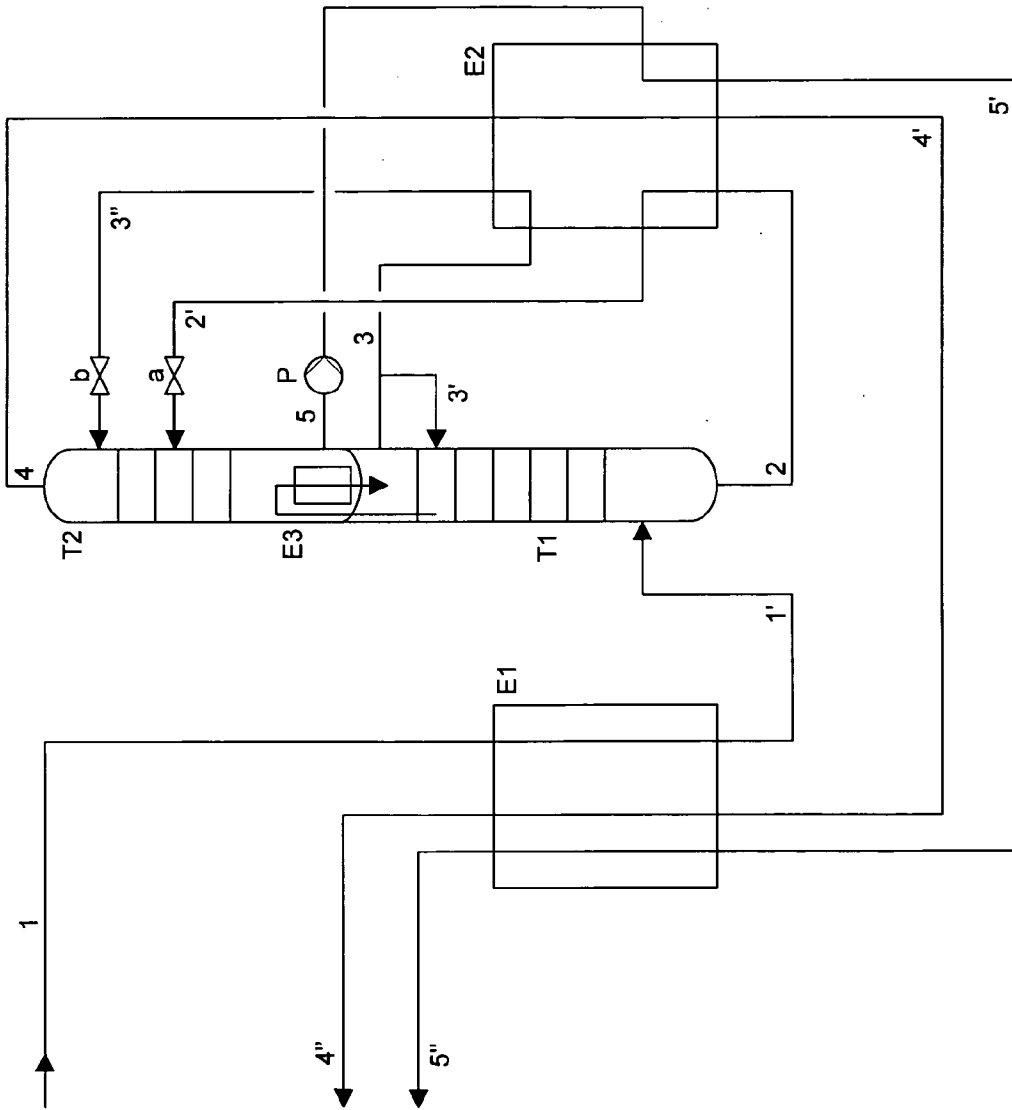


Fig. 1

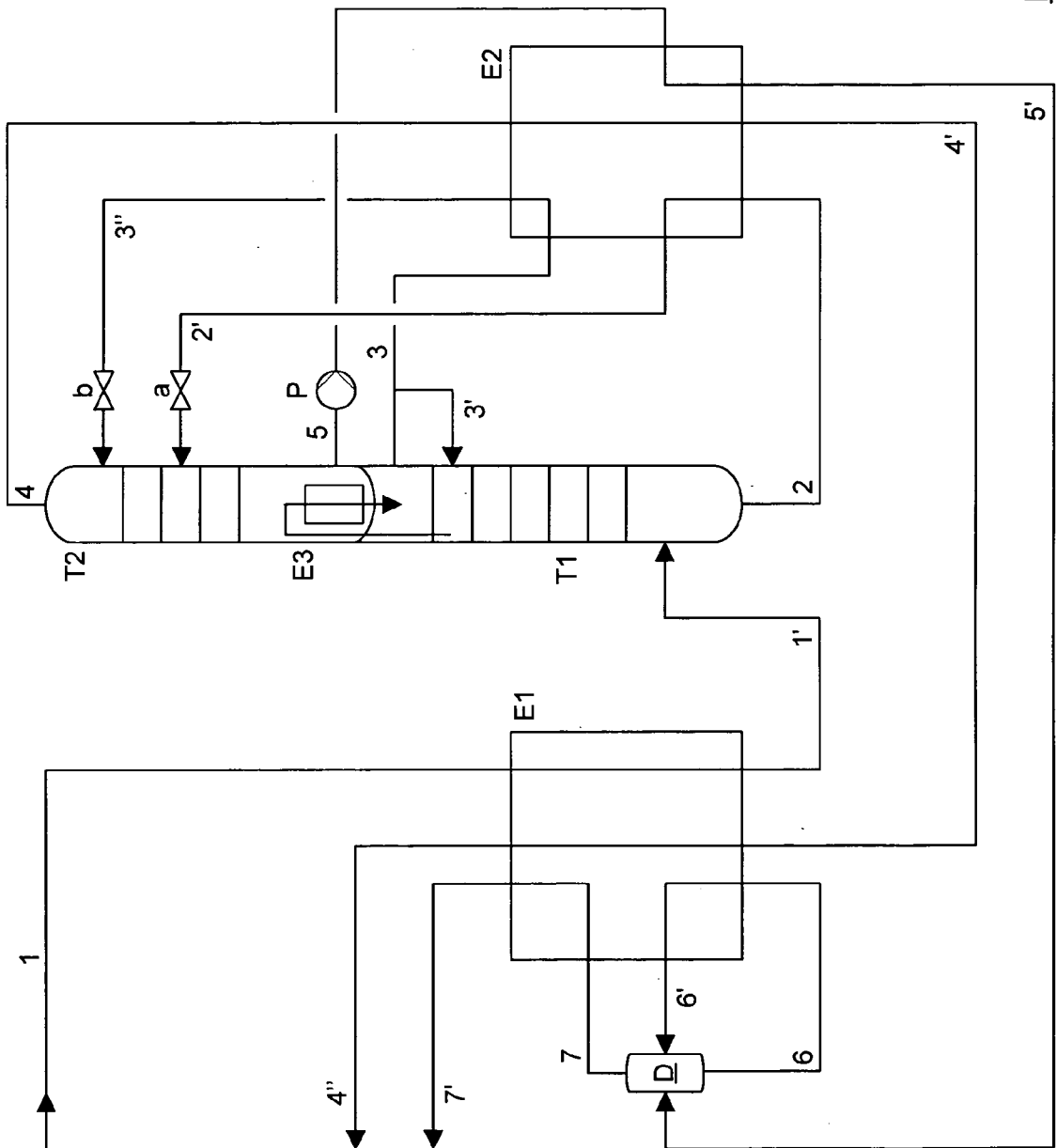


Fig. 2

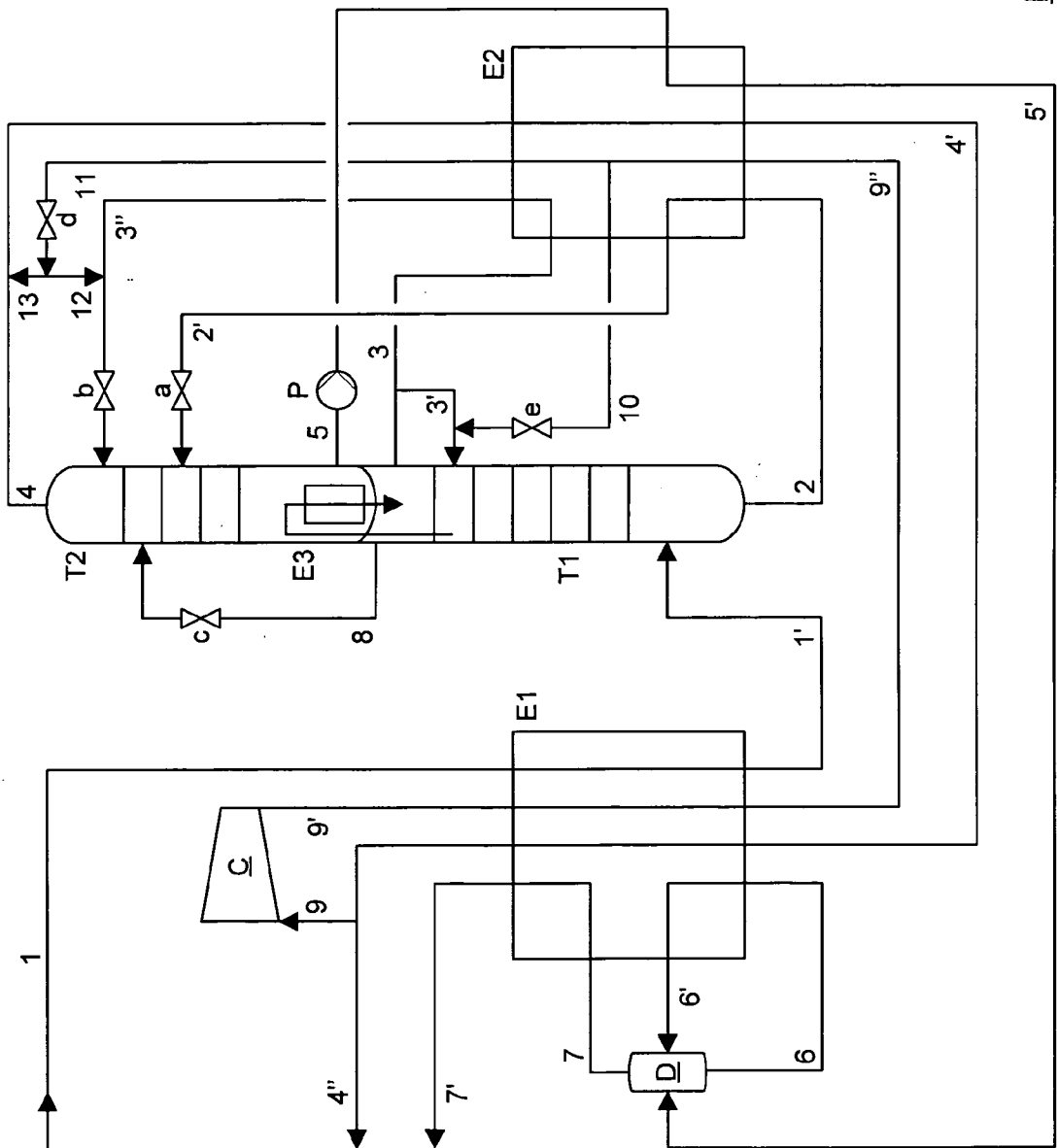


Fig. 3

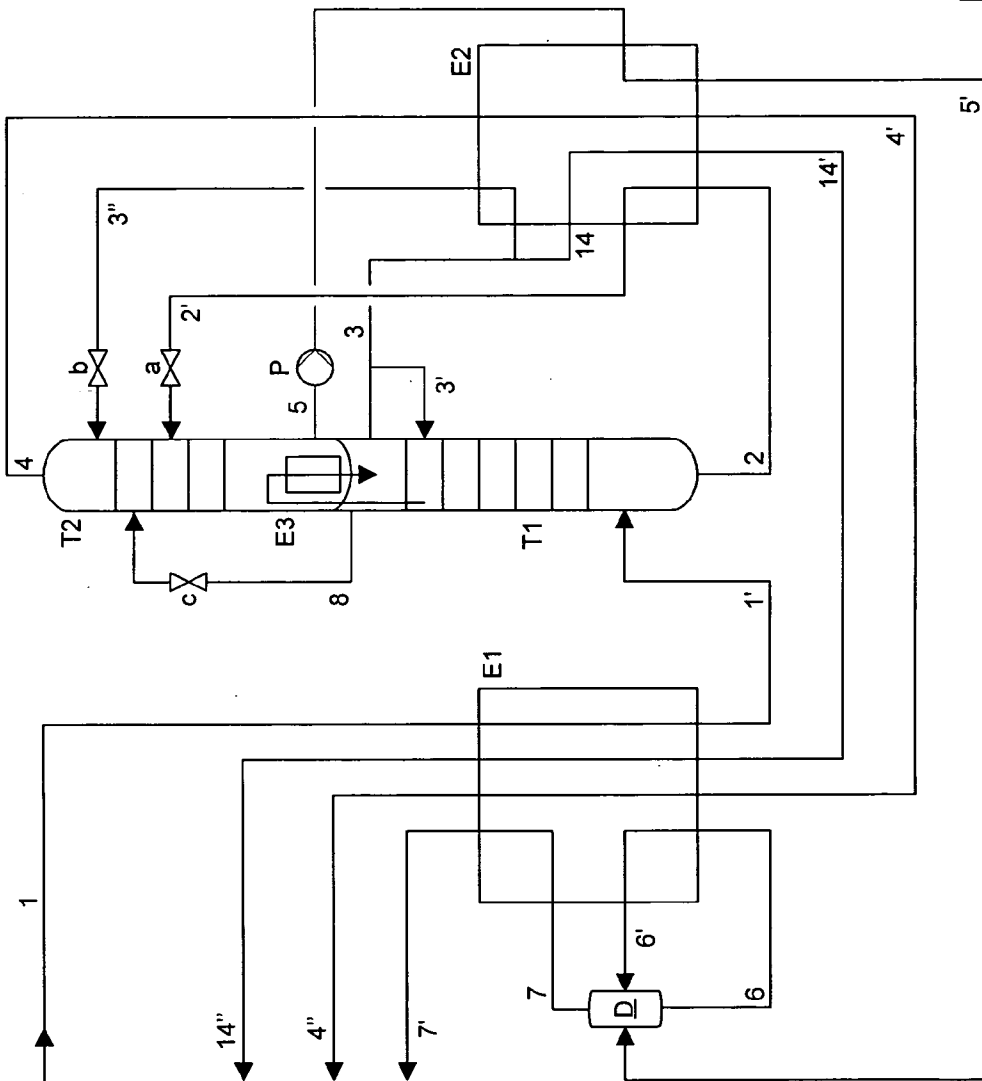


Fig. 4