

(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
25. September 2014 (25.09.2014)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2014/146779 A2

- (51) Internationale Patentklassifikation: Nicht klassifiziert
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2014/000723
- (22) Internationales Anmeldedatum:
18. März 2014 (18.03.2014)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
13001416.0 19. März 2013 (19.03.2013) EP
- (71) Anmelder: **LINDE AKTIENGESELLSCHAFT**
[DE/DE]; Klosterhofstr. 1, 80331 München (DE).
- (72) Erfinder: **GOLOUBEV, Dimitri**; Rümmanstr. 17, 80804 München (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, 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, IR, IS, JP, KE, KG, 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, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, 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, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, 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, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

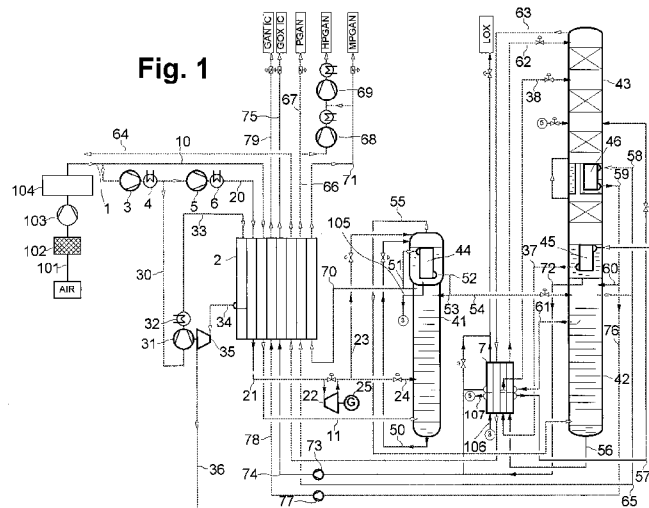
Veröffentlicht:

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

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR GENERATING GASEOUS COMPRESSED NITROGEN.

(54) Bezeichnung : VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR ERZEUGUNG VON GASFÖRMIGEM DRUCKSTICKSTOFF

Fig. 1



(57) **Abstract:** The invention relates to a method and device for generating gaseous compressed nitrogen by the low-temperature separation of air in a distillation column system, said distillation column system having a pre-column (41), a high-pressure column (42) and a low-pressure column (43). All the feed air is compressed in a main air compressor (103), purified in a purification apparatus (104) and cooled down in a main heat exchanger (2). A first sub-flow (11) of the cooled feed air is introduced in gaseous form into the pre-column (41). A second sub-flow (21) of the cooled feed air is introduced (23, 24) in a predominantly liquid state into the distillation column system. A gaseous fraction (51) from the upper region of the pre-column (41) is introduced into the liquefaction chamber of a pre-column head condenser (44). Liquid (52) formed in the liquefaction chamber is fed as reflux (53) into the pre-column (41). A first nitrogen product fraction (65) is drawn in gaseous form from the high-pressure column (42), heated in the main heat exchanger (2) and obtained as first gaseous compressed nitrogen product. At least a part (23) of the second sub-flow (21) is introduced into the evaporation chamber of the pre-column head condenser (44). A third sub-flow (34) of the cooled feed air is expanded to perform work (35) and subsequently (36) introduced into the liquefaction chamber

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]



WO 2014/146779 A2

of a bottom evaporator (45) of the low-pressure column and there at least partially liquefied. The liquefied third sub-flow (37, 38) is introduced into the low-pressure column (43). An intermediate liquid of the low-pressure column (43) is at least partially evaporated in the evaporation chamber of an intermediate evaporator (46) of the low-pressure column (43). A gaseous head fraction (59) from the high-pressure column (42) is at least partially liquefied in the liquefaction chamber of the intermediate evaporator (46), and liquid (59, 60) resulting therefrom is fed as reflux into the high-pressure column (42). More than 35 Mol % in the form of the first nitrogen product fraction (65), which is drawn in gaseous form from the high-pressure column (42), is heated in the main heat exchanger (2) and obtained as first gaseous compressed nitrogen product (66).

(57) Zusammenfassung: Das Verfahren und die Vorrichtung dienen zur Erzeugung von gasförmigem Druckstickstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft in einem Destillationssäulen-System, das eine Vorsäule (41), eine Hochdrucksäule (42) und eine Niederdrucksäule (43) aufweist. Die gesamte Einsatzluft wird in einem Hauptluftverdichter (103) verdichtet, in einer Reinigungsvorrichtung (104) gereinigt und in einem Hauptwärmetauscher (2) abgekühlt. Ein erster Teilstrom (11) der abgekühlten Einsatzluft wird gasförmig in die Vorsäule (41) eingeleitet. Ein zweiter Teilstrom (21) der abgekühlten Einsatzluft wird in überwiegend flüssigem Zustand in das Destillationssäulen-System eingeleitet (23, 24). Eine gasförmige Fraktion (51) aus dem oberen Bereich der Vorsäule (41) wird in den Verflüssigungsraum eines Vorsäulen-Kopfcondensators (44) eingeleitet. Im Verflüssigungsraum gebildete Flüssigkeit (52) wird als Rücklauf (53) auf die Vorsäule (41) aufgegeben. Eine erste Stickstoffproduktfraktion (65) wird gasförmig aus der Hochdrucksäule (42) abgezogen, im Hauptwärmetauscher (2) angewärmt und als erstes gasförmiges Druckstickstoffprodukt gewonnen. Mindestens ein Teil (23) des zweiten Teilstroms (21) wird in den Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators (44) eingeleitet. Ein dritter Teilstrom (34) der abgekühlten Einsatzluft wird arbeitsleistend entspannt (35) und anschließend (36) in den Verflüssigungsraum eines Niederdrucksäulen-Sumpfverdampfers (45) eingeleitet und dort mindestens teilweise verflüssigt. Der verflüssigte dritte Teilstrom (37, 38) wird in die Niederdrucksäule (43) eingeleitet. In dem Verdampfungsraum eines Zwischenverdampfers (46) der Niederdrucksäule (43) wird eine Zwischenflüssigkeit der Niederdrucksäule (43) mindestens teilweise verdampft. In dem Verflüssigungsraum des Zwischenverdampfers (46) wird eine gasförmige Kopffraktion (58) aus der Hochdrucksäule (42) mindestens teilweise verflüssigt und dabei gewonnene Flüssigkeit (59, 60) wird als Rücklauf auf die Hochdrucksäule (42) aufgegeben. Mehr als 35 mol-% werden in Form der ersten Stickstoffproduktfraktion (65), die gasförmig aus der Hochdrucksäule (42) abgezogen wird, im Hauptwärmetauscher (2) angewärmt und als erstes gasförmiges Druckstickstoffprodukt (66) gewonnen.

Beschreibung

Verfahren und Vorrichtung zur Erzeugung von gasförmigem Druckstickstoff

Die Erfindung betrifft ein Verfahren gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

- 5 Verfahren und Vorrichtungen zur Tieftemperaturzerlegung von Luft sind zum Beispiel aus Hausen/Linde, Tieftemperaturtechnik, 2. Auflage 1985, Kapitel 4 (Seiten 281 bis 337) bekannt.

Das Destillationssäulen-System der Erfindung umfasst ein Dreisäulensystem mit einer
10 Vorsäule, einer Hochdrucksäule und einer Niederdrucksäule. Die beiden letzteren stehen üblicherweise über mindestens einen Kondensator-Verdampfer in Wärmeaustauschbeziehung. Die Vorsäule weist einen höheren Betriebsdruck als die Hochdrucksäule auf. Zusätzlich zu den Kolonnen zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung kann das Destillationssäulen-System weitere Vorrichtungen zum Beispiel zur
15 Gewinnung anderer Luftkomponenten, insbesondere von Edelgasen aufweisen, beispielsweise eine Argongewinnung, die mindestens eine Rohargonsäule umfasst, oder eine Krypton-Xenon-Gewinnung. Das Destillationssäulen-System umfasst neben den Destillationssäulen auch die diesen unmittelbar zugeordneten Wärmetauscher, die in der Regel als Kondensator-Verdampfer ausgebildet sind.

20 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
25 Plattenwärmetauscher-Blöcken.

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
30 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.

BESTÄTIGUNGSKOPIE

Verdampfungs- und Verflüssigungsraum werden durch Gruppen von Passagen gebildet, die untereinander in Wärmeaustauschbeziehung stehen.

- 5 Der Verdampfungsraum eines Kondensator-Verdampfers kann als Badverdampfer, Fallfilmverdampfer oder Forced-Flow-Verdampfer ausgebildet sein.

In "überwiegend flüssigem Zustand" befindet sich ein Strom, dessen Flüssigkeitsanteil mindestens 50 mol-%, insbesondere mindestens 70 mol-% beträgt.

- 10 Ein "Niederdrucksäulen-Sumpfverdampfer" kann unmittelbar im Sumpf der Niederdrucksäule oder alternativ in einem von der Niederdrucksäule getrennten Behälter angeordnet sein. Jedenfalls kommunizieren sein Verdampfungsraum und der Sumpfraum der Niederdrucksäule und weisen insbesondere im Wesentlichen den gleichen Druck auf.

15

Ein Verfahren der eingangs genannten Art und eine entsprechende Vorrichtung sind aus US 2011023540 A1 (= WO 2009095188 A2) bekannt. Dieses Verfahren ist hauptsächlich auf die Gewinnung großer Mengen von Sauerstoff unter sehr hohem Druck von deutlich über 6 bar durch Innenverdichtung gerichtet. Es wird zwar auch hier
20 Druckstickstoff direkt aus dem Destillationssäulen-System gewonnen, aber dies ist nur in vergleichsweise geringem Umfang möglich. Das Druckstickstoffprodukt wird hier zum überwiegenden Teil ebenfalls durch Innenverdichtung gewonnen, indem Stickstoff flüssig aus dem Destillationssäulen-System entnommen wird (nämlich aus dem Verflüssigungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators), in flüssigem Zustand
25 auf einen erhöhten Druck gebracht und im Hauptwärmetauscher verdampft oder - falls der Druck überkritisch ist - pseudo-verdampft wird. Hierdurch lassen sich zwar erhebliche Mengen an Druckstickstoff gewinnen, aber die energetische Effizienz ist nicht immer zufriedenstellend.

- 30 Im Rahmen der Erfindung wird nach einem Verfahren gesucht, das in der Lage ist, besonders große Mengen an Druckstickstoff zu erzeugen und bei einem moderaten apparativen Aufwand besonders effizient zu arbeiten.

Diese Aufgabe wird durch die Merkmale Patentanspruchs 1 gelöst.

35

Im Rahmen der Erfindung hat sich überraschenderweise herausgestellt, dass sich ein Verfahren mit Vorsäule nicht nur für die Flüssigproduktion und die Sauerstoff-Innenverdichtung eignet, sondern in Verbindung mit den übrigen Merkmalen des Anspruchs auch für die Gewinnung großer Mengen Druckstickstoffs direkt aus der Hochdrucksäule. Falls bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ein oder mehrere Druckstickstoffproduktströme gewonnen werden, beispielsweise durch Innenverdichtung oder durch gasförmige Entnahme aus der Vorsäule, so ist deren Gesamtmenge jedenfalls kleiner als bei der ersten Stickstoffproduktfraktion und beträgt beispielsweise weniger als 20 mol-% der Einsatzluftmenge, insbesondere weniger als 10 mol-% der Einsatzluftmenge.

Die Ausheizung der Niederdrucksäule mit einem Turbinen-Luftstrom (arbeitsleistend entspannter "dritter Teilstrom") ermöglicht einen vergleichsweise niedrigen Druck in der Hochdrucksäule und damit einen besonders effizienten Betrieb des Systems. Der Betriebsdruck der Hochdrucksäule muss lediglich so hoch sein, dass der Kopfstickstoff der Hochdrucksäule in dem Zwischenverdampfer der Niederdrucksäule kondensiert. Gleichzeitig wird apparativer Aufwand in Form einer komplizierten Zwischenentnahme an einem Luftverdichter vermieden, indem die Anpassung an den benötigten Druck mittels der arbeitsleistenden Entspannung durchgeführt wird.

Diese Kondensatorkonfiguration führt im Zusammenwirken mit der Vorsäule zu einer weiteren Energieeinsparung, die überraschend hoch ausfällt. Sie ist zwar für ein Zwei-Säulen-System aus FR 2973485 A1 an sich bekannt; allerdings wurde bisher keine Kombination mit einem Drei-Säulen-System gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1 vorgeschlagen, da hierin kein besonderer Vorteil zu erwarten war.

Der "Zwischenverdampfer" kann im Inneren der Niederdrucksäule oder alternativ in einem von der Niederdrucksäule getrennten Behälter angeordnet sein. In seinem Verdampfungsraum wird eine Zwischenflüssigkeit der Niederdrucksäule mindestens teilweise verdampft. Die dabei verdampfte Zwischenfraktion wird wieder in die Niederdrucksäule zurückgeleitet und dient dort als aufsteigendes Gas.

Im Rahmen einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird zusätzlich zu dem direkt aus der Hochdrucksäule entnommenen Druckstickstoff eine zweite gasförmige Stickstoffproduktfraktion gasförmig aus der Vorsäule abgezogen, im

Hauptwärmetauscher angewärmt und als zweites gasförmiges Druckstoffprodukt gewonnen.

- Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden vorzugsweise weniger als 30 mol-%
5 der Einsatzluftmenge in flüssigem Zustand in das Destillationssäulen-System
eingeleitet. Dennoch bewirkt die Vorsäule eine deutliche Verbesserung der
Energieeffizienz des Verfahrens; diese wäre nach US 2011023540 A1 nur bei einer
besonders hohen Vorverflüssigung der Luft zu erwarten gewesen.
- 10 Dabei ist es günstig, wenn die Gesamtmenge an sauerstoffangereicherten Strömen,
die aus der Vorsäule und dem Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators in
flüssigem Zustand in die Hochdrucksäule und die Niederdrucksäule geleitet werden,
weniger als 1 mol-% der Einsatzluftmenge beträgt.
- 15 Der zweite Teilstrom der Einsatzluft dient insbesondere der Gewinnung eines
gasförmigen Druckprodukts durch Innenverdichtung gemäß dem Patentanspruch 2.
Dabei kann beispielsweise flüssiger Sauerstoff aus der Niederdrucksäule oder eine
relative kleine Menge flüssigen Stickstoffs aus der Hochdrucksäule oder aus deren
Kopfcondensator entnommen und im Hauptwärmetauscher verdampft (wenn der Druck
20 unterkritisch ist) oder pseudo-verdampft (wenn der Druck überkritisch ist) werden. Auch
die Kombination mehrerer Innenverdichtungsprodukte verschiedener
Zusammensetzung und/oder verschiedenen Drucks ist möglich. Der auf hohen Druck
gebrachte zweite Teilstrom wird dabei verflüssigt (wenn sein Druck unterkritisch ist)
oder pseudo-verflüssigt (wenn sein Druck überkritisch ist). Anschließend wird
25 mindestens ein Teil des zweiten Teilstroms auf den Druck des Verdampfungsraums
des Vorsäulen-Kopfcondensators entspannt. Die Entspannung kann in einem
Drosselventil und/oder in einer Flüssigturbine durchgeführt werden.
- Gemäß einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens
30 wird eine gasförmige Fraktion aus dem Verdampfungsraum des Vorsäulen-
Kopfcondensators als gasförmiger Einsatzstrom in die Hochdrucksäule eingeleitet.
Diese Fraktion stellt insbesondere den einzigen gasförmigen Einsatzstrom der
Hochdrucksäule dar.

Es ist ferner günstig, wenn mindestens ein Teil der Sumpfflüssigkeit der Vorsäule in den Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators eingeleitet wird.

Vorzugsweise wird mit der gesamten Vorsäulen-Sumpfflüssigkeit so verfahren. Die Kombination von Sumpfflüssigkeit und zweitem Teilstrom der Einsatzluft bilden

5 insbesondere den gesamten Einsatz für den Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators.

Vorzugsweise wird der dritte Teilstrom nachverdichtet, bevor er in dem

Hauptwärmetauscher abgekühlt wird. Dazu können ein extern angetriebener

10 Nachverdichter und/oder ein turbinengetriebener Nachverdichter eingesetzt werden.

Es ist außerdem günstig, wenn der Druck des dritten Teilstroms am Austritt der arbeitsleistenden Entspannung niedriger als der Betriebsdruck der Hochdrucksäule ist.

Der Unterschied zwischen dem Druck am Eintritt im Verflüssigungsraum des

15 Niederdrucksäulen-Sumpfverdampfers und dem Druck am Turbinenaustritt kann dabei relativ klein sein.

Die Erfindung betrifft außerdem eine Vorrichtung gemäß den Patentansprüchen 10 bis 13. Die erfindungsgemäße Vorrichtung kann durch Vorrichtungsmerkmale ergänzt

20 werden, die den Merkmalen der abhängigen Verfahrensansprüche entsprechen.

Bei der "Regeleinrichtung" handelt es sich um komplexe Regel- und

Steuerungsvorrichtungen, die im Zusammenwirken ein mindestens teilweise

automatisches Erreichen der entsprechenden Prozessparameter ermöglichen,

25 beispielsweise um ein entsprechend programmiertes Betriebsleitsystem.

Die Betriebsdrücke in dem Destillationssäulen-System der Erfindung (jeweils am Kopf) betragen:

30 Vorsäule: beispielsweise 6 bis 9 bar, vorzugsweise 6 bis 7,5 bar

Hochdrucksäule : beispielsweise 3 bis 6 bar, vorzugsweise 3,5 bis 4,5 bar

Niederdrucksäule: beispielsweise 1,25 bis 1,7 bar, vorzugsweise 1,3 bis 1,5 bar

Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden im Folgenden anhand von in den Figuren 1 bis 5 schematisch dargestellten Ausführungsbeispielen näher erläutert.

- 5 Das in Figur 1 dargestellte System weist ein Destilliersäulen-System mit einer Vorsäule 41, einer Hochdrucksäule 42, einer Niederdrucksäule 43, einem Vorsäulen-Kopfcondensator 44, einem Niederdrucksäulen-Sumpfverdampfer 45 und einem Niederdrucksäulen-Zwischenverdampfer 46 auf. Die Betriebsdrücke betragen jeweils am Kopf:

10

Vorsäule: 7,3 bar

Hochdrucksäule : 4,1 bar

Niederdrucksäule: 1,37 bar

- 15 Verdichtete, vorgekühlte und gereinigte Einsatzluft 1 tritt unter einem Druck von 7,6 bar ein. Der Hauptluftverdichter 103, der atmosphärische Luft ("air") über Leitung 101 und ein Filter 102 ansaugt und auf den genannten Druck verdichtet, sowie die Vorkühlung und Reinigung der Luft (104) werden auf bekannte Weise durchgeführt und sind in der Zeichnung nur schematisch dargestellt.

20

Ein "erster Teilstrom" 10 der Einsatzluft wird in einem Hauptwärmetauscher 2 auf etwa Taupunkt abgekühlt und tritt über Leitung 11 in gasförmigem Zustand in die Vorsäule 41 ein.

- 25 Ein "zweiter Teilstrom" 20 wird in zwei Nachverdichter-Stufen 3, 5 mit Nachkühlern 4, 6 auf etwa einen hohen Druck von etwa 70 bar unter Einsatz externer Energie nachverdichtet. (Dieser Druck hängt sehr stark vom gewünschten Sauerstoff-Produktdruck ab, der in dem Beispiel ca. 50 bar beträgt.) Der zweite Teilstrom tritt unter diesem hohen Druck in den Hauptwärmetauscher 2 ein und wird dort abgekühlt
- 30 und pseudo-verflüssigt. Der aus dem Hauptwärmetauscher 2 austretende zweite Teilstrom 21 wird in einer Flüssigturbine 22 arbeitsleistend auf etwa den Betriebsdruck der Vorsäule 41 entspannt und zu einem ersten Teil 23 in den Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators 44 eingeleitet. Der Rest 24 strömt in die Vorsäule 31. Die Flüssigturbine 22 wird mit einem Generator 25 gebremst.

35

Ein "dritter Teilstrom" 30 wird vor der zweiten Nachverdichter-Stufe 5 abgezweigt und in einem turbinengetriebenen Nachverdichter 31 mit Nachkühler 32 auf einen Druck von ca. 16 bar gebracht. Über Leitung 33 tritt er am warmen Ende in den Hauptwärmetauscher 2 ein. Er wird über Leitung 34 bei einer Zwischentemperatur
5 wieder entnommen und in einer Luftturbine 35 arbeitsleistend entspannt. Der arbeitsleistend entspannte dritte Teilstrom 36 wird im Verflüssigungsraum des Niederdrucksäulen-Sumpfverdampfers 45 mindestens teilweise, vorzugsweise vollständig oder im Wesentlichen vollständig verflüssigt. Der verflüssigte dritte
10 Teilstrom 37 wird in einem Unterkühlungs-Gegenströmer 7 weiter abgekühlt und über Leitung 38 der Niederdrucksäule an einer Zwischenstelle zugeführt.

Die Sumpfflüssigkeit 50 der Vorsäule wird vollständig in den Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators 44 eingeleitet. In dessen Verflüssigungsraum wird ein
15 erster Teil 51 des gasförmigen Kopfstickstoffs der Vorsäule kondensiert. Dabei erzeugter flüssiger Stickstoff 52 wird zu einem ersten Teil 53 als Rücklauf auf die Vorsäule 41 aufgegeben, zu einem zweiten Teil 54 auf die Hochdrucksäule 42. Die in dem Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators gebildete gasförmige
Fraktion 55 wird als gasförmiger Einsatzstrom in die Hochdrucksäule 42 eingeleitet
20 wird. In dem Ausführungsbeispiel bildet sie insbesondere den einzigen gasförmigen Einsatzstrom der Hochdrucksäule 42. Eine kleiner flüssiger Spülstrom 105/106 wird kontinuierlich oder von Zeit zu Zeit aus dem Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators 44 abgezogen, im Unterkühlungs-Gegenströmer 7 angewärmt und
über Leitung 107 in die Niederdrucksäule geleitet.

25 Diese Spülmenge beträgt im zeitlichen Mittel weniger als 14 mol-%, insbesondere weniger als 1 mol-% der Einsatzluftmenge.

Die Sumpfflüssigkeit 56/57 der Hochdrucksäule wird nach Abkühlung im
Unterkühlungs-Gegenströmer 7 in die Niederdrucksäule 43 eingeleitet. Ein erster Teil
30 58 des gasförmigen Kopfstickstoffs der Hochdrucksäule wird in dem Zwischenverdampfer 46 der Niederdrucksäule 42 mindestens teilweise, vorzugsweise vollständig oder im Wesentlichen vollständig verflüssigt. Dabei erzeugter flüssiger
Stickstoff 59 wird zu einem ersten Teil 60 als Rücklauf auf die Hochdrucksäule 42
aufgegeben. Eine stickstoffreiche Flüssigkeit 61/62 von einer Zwischenstelle der
35 Hochdrucksäule 42 wird nach Abkühlung im Unterkühlungs-Gegenströmer 7 als

Rücklauf auf den Kopf der Niederdrucksäule 43 aufgegeben. Gasförmiger Unrein-Stickstoff 63 vom Kopf der Niederdrucksäule 43 wird in dem Unterkühlungs-Gegenströmer 7 und weiter im Hauptwärmetauscher 2 auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt. Der warme, drucklose Unrein-Stickstoff 64 kann
5 als Regeneriergas in der Reinigungseinrichtung (104) für die Einsatzluft verwendet oder in die Atmosphäre abgeblasen werden.

Ein zweiter Teil des gasförmigen Kopfstickstoffs der Hochdrucksäule 42 bildet die "erste Stickstoffproduktfraktion" 65 und wird im Hauptwärmetauscher 2 auf etwa
10 Umgebungstemperatur angewärmt. Der warme Hochdrucksäulen-Stickstoff 66 wird entweder direkt (über Leitung 67) oder nach weiterer Verdichtung in den Produktverdichtern 68, 69 als gasförmiges Druckstickstoffprodukt (PGAN beziehungsweise HPGAN) gewonnen. In dem Ausführungsbeispiel beträgt die Menge der ersten Stickstoffstickstofffraktion etwa 49 mol-% der Einsatzluftmenge.

15 Ein zweiter Teil des gasförmigen Kopfstickstoffs der Vorsäule 41 bildet die "zweite Stickstoffproduktfraktion" 70 und wird im Hauptwärmetauscher 2 auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt. Der warme Vorsäulen-Stickstoff 71 wird entweder direkt (MPGAN) oder nach weiterer Verdichtung in dem Produktverdichter 69 (HPGAN)
20 als gasförmiges Druckstickstoffprodukt gewonnen.

Außerdem werden in dem Ausführungsbeispiel zwei Druckproduktfraktionen (GOX IC und GAN IC) durch Innenverdichtung gewonnen.

25 Die Mengen der zweiten Stickstoffproduktfraktion und der innenverdichteten Druckproduktfraktion betragen bei dem Ausführungsbeispiel jeweils weniger als 20 mol-% der Einsatzluftmenge, insbesondere weniger als 10 mol-% der Einsatzluftmenge.

30 Flüssiger Sauerstoff 72 wird der Niederdrucksäule 43 entnommen (genauer: dem Verdampfungsraum des Niederdrucksäulen-Sumpfverdampfers 45), in flüssigem Zustand mittels einer Sauerstoffpumpe 73 auf einen erhöhten Druck von 50 bar gebracht, über Leitung 74 zum Hauptwärmetauscher 2 geführt, pseudo-verdampft und schließlich als gasförmiges Druckprodukt 75 gewonnen.

Ein zweiter Teil 76 des flüssigen Stickstoffs 59 aus dem Niederdrucksäulen-Zwischenverdampfer 46 wird in flüssigem Zustand mittels einer Stickstoffpumpe 77 auf einen erhöhten Druck gebracht, über Leitung 78 zum Hauptwärmetauscher 2 geführt, verdampft oder pseudo-verdampft und schließlich als gasförmiges Druckprodukt 79 gewonnen.

In dem Ausführungsbeispiel der Figur 1 werden die Stoffaustauschelemente in der Vorsäule 41 und in der Hochdrucksäule 42 durch Siebböden, in der Niederdrucksäule 4 durch geordnete Packung gebildet. Alle drei Kondensator-Verdampfer 44, 45, 46 sind als Badverdampfer ausgebildet.

Alternativ dazu können auch die Stoffaustauschelemente in der Vorsäule 41 und/oder in der Hochdrucksäule 42 durch geordnete Packung gebildet werden. Ebenso ist es möglich eine dieser Säulen oder beide Säulen 41, 42 teilweise mit Böden, insbesondere Siebböden, und teilweise mit geordneter Packung auszustatten.

Das Ausführungsbeispiel der Figur 2 entspricht weitgehend der Variante von Figur 1 mit ausschließlicher Verwendung von geordneter Packung in den Säulen. Als weitere Abweichung sind die drei Kondensator-Verdampfer 44, 45, 46 als Forced-Flow-Verdampfer ausgebildet.

Figur 3 unterscheidet sich dadurch von Figur 2, dass der Niederdrucksäulen-Zwischenverdampfer 46 als Fallfilmverdampfer ausgebildet ist.

In Figur 4 weist die Niederdrucksäule zusätzlich zu Figur 3 einen Reinstickstoff-Abschnitt 400 auf. Dadurch können zusätzlich flüssiger Stickstoff 401 (LIN) und reiner Niederdruckstickstoff 402/403/LPGAN als Produkte gewonnen werden.

In Figur 5 ist ein Ausführungsbeispiel dargestellt, bei dem die Stoffaustauschelemente in der Vorsäule 41 und in der Hochdrucksäule 42 durch Siebböden gebildet werden. Im Unterschied zu Figur 1 handelt es sich hier um eine Hochdruckverfahren (HAP - high air pressure); die Gesamtluft wird also auf einen Druck verdichtet, der mindestens 1 bar höher als der höchste Betriebsdruck im Destilliersäulen-System ist, in dem Ausführungsbeispiel sind dies etwa 17 bar. Dafür kann hier auf den Einsatz mit externer Energie angetriebener Nachverdichter verzichtet werden,

Das Ausführungsbeispiel gemäß Figur 5 unterscheidet sich ferner von Figur 1 durch die Verwendung zweier Gasexpansionsturbinen, einer ersten Luftturbine 35a und einer zweiten Luftturbine 35b. In der ersten Luftturbine 35a wird wie gehabt der dritte

- 5 Teilstrom 34 arbeitsleistend entspannt, der dann über Leitung 36 zum Verflüssigungsraum des Niederdrucksäulen-Sumpfverdampfers 45 geführt wird. Durch die zweite Luftturbine 35b wird der erste Teilstrom 11a geschickt und nach arbeitsleistender Entspannung über Leitung 11b vollständig oder im Wesentlichen gasförmig in die Vorsäule 41 eingeleitet. In dem Ausführungsbeispiel haben die beiden
- 10 Luftturbinen 35a, 35b denselben Eintrittsdruck (etwa 17 bar) und dieselbe Eintrittstemperatur, deshalb werden der erste und der dritte Teilstrom über Leitung 10a gemeinsam dem Hauptwärmetauscher zugeführt und über Leitung 10b wieder entnommen. Alternativ können die beiden Turbinen 35a, 35b verschiedene Eintrittstemperaturen und gegebenenfalls verschiedene Eintrittsdrücke aufweisen.

15

- Das Verfahren nach Figur 5 ist insbesondere für einen überkritischen Sauerstoffproduktdruck (GOX IC) (im dargestellten Beispiel etwa 50 bar) geeignet, insbesondere bei geringer Druckstickstoffproduktion (GAN IC) und geringer Flüssigproduktion (LOX, ggf. LIN, wenn gemäß Figur 4 ein Reinstickstoffabschnitt
- 20 eingesetzt wird), Unter "gering" wird ein molarer Anteil der jeweiligen Produkte an der gesamten Einsatzluftmenge von weniger als 2 mol-%, insbesondere weniger als 1 mol-% verstanden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Erzeugung von gasförmigem Druckstickstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft in einem Destillationssäulen-System, das eine Vorsäule (41), eine Hochdrucksäule (42) und eine Niederdrucksäule (43) aufweist, und bei dem
- die gesamte Einsatzluft im Umfang einer Einsatzluftmenge in einem Hauptluftverdichter (103) verdichtet wird,
 - die verdichtete Einsatzluft in einer Reinigungsvorrichtung (104) gereinigt wird,
 - die gereinigte Einsatzluft (1) in einem Hauptwärmetauscher (2) abgekühlt wird,
 - ein erster Teilstrom (11) der abgekühlten Einsatzluft gasförmig in die Vorsäule (41) eingeleitet wird,
 - ein zweiter Teilstrom (21) der abgekühlten Einsatzluft in überwiegend flüssigem Zustand in das Destillationssäulen-System eingeleitet (23, 24) wird,
 - die Vorsäule (41) einen Vorsäulen-Kopfcondensator (44) aufweist, der als Kondensator-Verdampfer mit Verflüssigungsraum und Verdampfungsraum ausgebildet ist,
 - eine gasförmige Fraktion (51) aus dem oberen Bereich der Vorsäule (41) in den Verflüssigungsraum des Kopfcondensators (44) eingeleitet wird und dass
 - im Verflüssigungsraum gebildete Flüssigkeit (52) mindestens teilweise (53) als Rücklauf auf die Vorsäule (41) aufgegeben wird,
 - die Niederdrucksäule (43) einen Niederdrucksäulen-Sumpfverdampfer (45) aufweist, der als Kondensator-Verdampfer mit Verflüssigungsraum und Verdampfungsraum ausgebildet ist,
 - eine erste Stickstoffproduktfraktion (65) gasförmig aus der Hochdrucksäule (42) abgezogen, im Hauptwärmetauscher (2) angewärmt und als erstes gasförmiges Druckstickstoffprodukt (66) gewonnen wird,
 - mindestens ein erster Teil (23) des zweiten Teilstroms (21) in den Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators (44) eingeleitet wird,
 - ein dritter Teilstrom (34) der abgekühlten Einsatzluft arbeitsleistend entspannt (35) wird,
 - der Druck des dritten Teilstroms (36) am Austritt der arbeitsleistenden Entspannung (35) höher als der Betriebsdruck der Niederdrucksäule (43) ist, **dadurch gekennzeichnet, dass**

- der arbeitsleistend entspannte dritte Teilstrom (36) in den Verflüssigungsraum des Niederdrucksäulen-Sumpfverdampfers (45) eingeleitet und dort mindestens teilweise verflüssigt wird,
 - der verflüssigte dritte Teilstrom (37, 38) mindestens teilweise in die
5 Niederdrucksäule (43) eingeleitet wird,
 - die Niederdrucksäule (43) außerdem einen Zwischenverdampfer (46) aufweist, der als Kondensator-Verdampfer mit Verflüssigungsraum und Verdampfungsraum ausgebildet ist,
 - in dem Verdampfungsraum des Zwischenverdampfers (46) eine
10 Zwischenflüssigkeit der Niederdrucksäule (43) mindestens teilweise verdampft wird,
 - in dem Verflüssigungsraum des Zwischenverdampfers (46) eine gasförmige Kopffraktion (58) aus der Hochdrucksäule (42) mindestens teilweise verflüssigt wird und die dabei gewonnene Flüssigkeit (59) mindestens teilweise (60) als
15 Rücklauf auf die Hochdrucksäule (42) aufgegeben wird und
 - mehr als 35 mol-% - insbesondere mehr als 45 mol-% der Einsatzluftmenge - in Form der ersten Stickstoffproduktfraktion (65), die gasförmig aus der Hochdrucksäule (42) abgezogen wird, im Hauptwärmetauscher (2) angewärmt
20 und als erstes gasförmiges Druckstickstoffprodukt (66) gewonnen werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine zweite gasförmige Stickstoffproduktfraktion (70) gasförmig aus der Vorsäule (41) abgezogen, im Hauptwärmetauscher (2) angewärmt und als zweites gasförmiges
25 Druckstoffprodukt gewonnen wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass weniger als 30 mol-% der Einsatzluftmenge in flüssigem Zustand in das Destillationssäulen-System eingeleitet werden.
30
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Gesamtmenge an sauerstoffangereicherten Strömen (105), die aus der Vorsäule (41) und dem Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators (44) in flüssigem Zustand in die Hochdrucksäule (42) und die Niederdrucksäule (43)

geleitet werden, weniger als 14%, insbesondere weniger als 1 mol-% der Einsatzluftmenge beträgt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass
 - 5 - der zweite Teilstrom (20) vor seiner Abkühlung in dem Hauptwärmetauscher (2) auf einen hohen Druck verdichtet (5) wird, der höher als der Betriebsdruck der Vorsäule (41) ist, und in dem Hauptwärmetauscher (2) verflüssigt oder pseudo-verflüssigt wird und dass
 - 10 - ein flüssiger Strom (72, 76), insbesondere ein flüssiger Sauerstoffstrom (72), aus dem Destillationssäulen-System entnommen, in flüssigem Zustand auf einen erhöhten Druck gebracht (73, 77), in dem Hauptwärmetauscher (2) verdampft oder pseudo-verdampft und schließlich als gasförmiges Druckprodukt (75, 79) gewonnen wird.
- 15 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass eine gasförmige Fraktion (55) aus dem Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators (44) als gasförmiger Einsatzstrom in die Hochdrucksäule (42) eingeleitet wird, insbesondere als einziger gasförmiger Einsatzstrom der Hochdrucksäule.
- 20 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass mindestens ein Teil der Sumpfflüssigkeit (50) der Vorsäule in den Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators (44) eingeleitet wird.
- 25 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass der dritte Teilstrom (33) vor seiner Abkühlung in dem Hauptwärmetauscher (2) nachverdichtet (3, 31) wird.
- 30 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck des dritten Teilstroms (36) am Austritt der arbeitsleistenden Entspannung (35) niedriger als der Betriebsdruck der Hochdrucksäule (42) ist.
10. Vorrichtung zur Erzeugung von gasförmigem Druckstickstoff durch Tieftemperaturzerlegung von Luft mit einem Destillationssäulen-System, das eine

Vorsäule (41), eine Hochdrucksäule (42) und eine Niederdrucksäule (43) aufweist, und mit

- einem Hauptluftverdichter (103) zum Verdichten der gesamten Einsatzluft im Umfang einer Einsatzluftmenge,
- 5 - einer Reinigungsvorrichtung (104) zum Reinigen der verdichteten Einsatzluft,
- einem Hauptwärmetauscher (2) zum Abkühlen der gereinigten Einsatzluft,
- Mitteln zum Einleiten eines ersten Teilstroms (11) der abgekühlten Einsatzluft in gasförmigem Zustand in die Vorsäule (41) und mit
- 10 - Mitteln zum Einleiten (23, 24) eines zweiten Teilstroms (21) der abgekühlten Einsatzluft in überwiegend flüssigem Zustand in das Destillationssäulen-System,
- wobei die Vorsäule (41) einen Vorsäulen-Kopfcondensator (44) aufweist, der als Kondensator-Verdampfer mit Verflüssigungsraum und Verdampfungsraum ausgebildet ist, mit
- 15 - Mitteln zum Einleiten einer gasförmigen Fraktion (51) aus dem oberen Bereich der Vorsäule (41) in den Verflüssigungsraum des Kopfcondensators (44),
- Mitteln zum Einleiten im Verflüssigungsraum gebildeter Flüssigkeit (52) als Rücklauf (53) in die Vorsäule (41),
- wobei die Niederdrucksäule (43) einen Niederdrucksäulen-Sumpfverdampfer (45) aufweist, der als Kondensator-Verdampfer mit Verflüssigungsraum und Verdampfungsraum ausgebildet ist,
- 20 - Mitteln zum Abziehen einer ersten Stickstoffproduktfraktion (65) aus der Hochdrucksäule (42), zum Anwärmen der ersten Stickstoffproduktfraktion im Hauptwärmetauscher (2) und zum gewinnen der angewärmten ersten Stickstoffproduktfraktion als erstes gasförmiges Druckstickstoffprodukt (66),
- 25 - wobei die Mittel zum Abziehen einer ersten Stickstoffproduktfraktion (65) aus der Hochdrucksäule (42) für die gasförmige Entnahme der ersten Stickstoffproduktfraktion (65) aus der Hochdrucksäule (42) ausgebildet sind,
- Mitteln zum Einleiten mindestens eines ersten Teils (23) des zweiten Teilstroms (21) in den Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators (44),
- 30 - einer Entspannungsmaschine zum arbeitsleistenden Entspannen (35) eines dritten Teilstroms (34) der abgekühlten Einsatzluft und mit
- Mitteln zum Einleiten des arbeitsleistend entspannten dritten Teilstroms (36) in den Verflüssigungsraum des Niederdrucksäulen-Sumpfverdampfers (45),

35 **gekennzeichnet durch**

- Mittel zum Einleiten des verflüssigten dritten Teilstroms (37, 38) aus dem Verflüssigungsraum des Niederdrucksäulen-Sumpfverdampfers (45) in die Niederdrucksäule (43),
 - 5 - einen Zwischenverdampfer (46) der Niederdrucksäule (43), der als Kondensator-Verdampfer mit Verflüssigungsraum und Verdampfungsraum ausgebildet ist, - Mittel zum Einleiten einer Zwischenflüssigkeit der Niederdrucksäule (43) in den Verdampfungsraum des Zwischenverdampfers (46),
 - 10 - Mittel zum Einleiten einer gasförmigen Kopffraktion (58) aus der Hochdrucksäule (42) in den Verflüssigungsraum des Zwischenverdampfers (46),
 - Mittel zum Einleiten von Flüssigkeit (59) aus dem Verflüssigungsraum des Zwischenverdampfers (46) als Rücklauf in die Hochdrucksäule (42), und durch
 - 15 - eine Regeleinrichtung, welche eingerichtet ist, die Anlage im Betrieb so einzustellen, dass mehr als 30 mol-% der Einsatzluftmenge - insbesondere mehr als 45 mol-% der Einsatzluftmenge - in Form der ersten Stickstoffproduktfraktion (65), die gasförmig aus der Hochdrucksäule (42) abgezogen wird, im Hauptwärmetauscher (2) angewärmt und als erstes
 - 20 gasförmiges Druckstickstoffprodukt (66) gewonnen werden.
11. Vorrichtung nach Anspruch 10, gekennzeichnet durch Mittel zum Abziehen einer zweiten Stickstoffproduktfraktion (70) in gasförmigem Zustand aus der Hochdrucksäule (42), zum Anwärmen der zweiten Stickstoffproduktfraktion im
- 25 Hauptwärmetauscher (2) und zum Gewinnen der angewärmten zweiten Stickstoffproduktfraktion als zweites gasförmiges Druckstickstoffprodukt.
12. Vorrichtung nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass Regeleinrichtung eingerichtet ist, die Anlage im Betrieb so einzustellen, dass
- 30 weniger als 30 mol-% der Einsatzluftmenge in flüssigem Zustand in das Destillationssäulen-System eingeleitet werden.
13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 10 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass Regeleinrichtung eingerichtet ist, die Anlage im Betrieb so einzustellen, dass die
- 35 Gesamtmenge an sauerstoffangereicherten Strömen (105), die aus der Vorsäule (41) und dem Verdampfungsraum des Vorsäulen-Kopfcondensators (44) in

flüssigem Zustand in die Hochdrucksäule (42) und die Niederdrucksäule (43) geleitet werden, weniger als 14%, insbesondere weniger als 1 mol-% der Einsatzluftmenge beträgt.

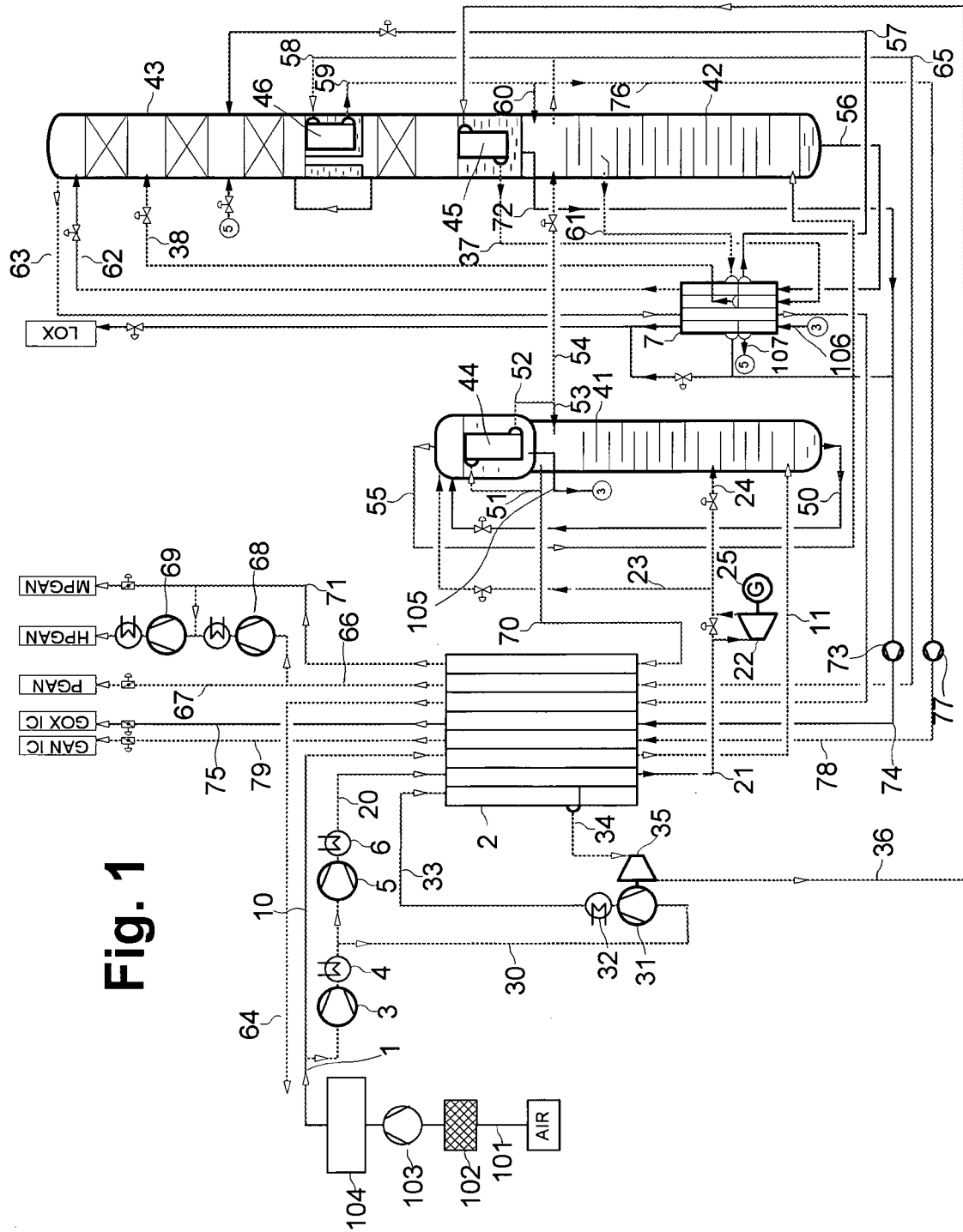


Fig. 1

