

①⑨



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

①①

Veröffentlichungsnummer: **0 019 905**
B1

①②

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift: **05.01.83**

⑤① Int. Cl.³: **F 25 J 3/00, F 25 J 3/04**

②① Anmeldenummer: **80102953.9**

②② Anmeldetag: **27.05.80**

⑤④ **Vorrichtung zur Zerlegung eines Gasgemisches durch Rektifikation.**

③① Priorität: **30.05.79 DE 2922028**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
10.12.80 Patentblatt 80/25

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
05.01.83 Patentblatt 83/1

⑧④ Benannte Vertragsstaaten:
AT BE DE FR GB IT NL SE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:
DE - B - 1 143 526
DE - C - 624 966
FR - A - 1 158 036
US - A - 2 590 909

⑦③ Patentinhaber: **Linde Aktiengesellschaft**
Abraham-Lincoln-Strasse 21
D-6200 Wiesbaden (DE)

⑦② Erfinder: **Rohde, Wilhelm**
Forstenrieder Allee 20
D-8000 München 71 (DE)

⑦④ Vertreter: **Schaefer, Gerhard, Dr.**
Linde Aktiengesellschaft Zentrale Patentabteilung
D-8023 Höllriegelskreuth (DE)

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Courier Press, Leamington Spa, England.

EP 0 019 905 B1

Vorrichtung zur Zerlegung eines Gasgemisches durch Rektifikation

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Zerlegung eines Gasgemisches durch Rektifikation mit einer Rektifiziersäule, einem Adsorber, der einerseits mit der Sumpfflüssigkeit in der Rektifiziersäule und andererseits mit einem Kondensator-Verdampfer verbunden ist, welcher mit dem Dampfraum über der Sumpfflüssigkeit in Verbindung steht.

Eine derartige Vorrichtung ist aus der DE—B—1 143 526 bekannt. Dort ist eine Gaszerlegungsanlage mit einer Rektifiziersäule beschrieben, in deren Sumpf ein Kondensator-Verdampfer angeordnet ist. Der Säulensumpf ist an einen Adsorber angeschlossen, in dem unerwünschte Bestandteile aus der Rektifizierflüssigkeit aus dem Säulensumpf entfernt werden. Als unerwünschte Bestandteile werden insbesondere höhersiedende Komponenten, wie Kohlenwasserstoffe, angesehen, die an den Verdampferwänden ausfrieren und Strömungsquerschnitte blockieren können. Bei Luftzerlegungsanlagen besteht überdies bei einer zu hohen Acetylen-Konzentration in der sauerstoffreichen Rektifizierflüssigkeit Explosionsgefahr. Das stromab gelegene Ende des Adsorbers ist mit einem äußeren Kondensator-Verdampfer verbunden, in dem die gereinigte Rektifizierflüssigkeit teilweise verdampft wird. Das obere Ende des äußeren Kondensator-Verdampfers ist durch eine Verbindungsleitung mit der Rektifiziersäule verbunden. Durch den aufsteigenden Dampf entsteht eine Strömung, mit deren Hilfe die Rektifizierflüssigkeit über den Adsorber umgewälzt wird.

Diese Anordnung hat jedoch den Nachteil, daß ein Teil der im äußeren Kondensator-Verdampfer nicht verdampften Rektifizierflüssigkeit zwar mit dem aufsteigenden verdampften Anteil der Rektifizierflüssigkeit ein Stück mitgerissen wird, jedoch beispielsweise in der Verbindungsleitung zur Rektifiziersäule hängenbleibt und in die Verdampferquerschnitte des äußeren Kondensator-Verdampfers zurückfließt. Da in dem vorangeschalteten Adsorber aber nicht alle höhersiedenden Verunreinigungen aus der Rektifizierflüssigkeit restlos entfernt werden können, kommt es mit der Zeit zu einer Anreicherung dieser Komponenten in der im äußeren Kondensator-Verdampfer befindlichen Rektifizierflüssigkeit. Folglich werden zwar mit dieser Anordnung die unerwünschten Bestandteile aus der im Säulensumpf befindlichen Rektifizierflüssigkeit und damit auch aus den verdampferseitigen Strömungsquerschnitten des in der Rektifiziersäule befindlichen Kondensator-Verdampfers entfernt, dagegen findet nunmehr eine Anreicherung an diesen Bestandteilen in den verdampferseitigen Strömungsquerschnitten des äußeren Kondensator-Verdampfers statt.

Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung der ein-

gangs genannten Art zu entwickeln, bei der ein Ausfrieren von höhersiedenden Bestandteilen der Rektifizierflüssigkeit im Kondensator-Verdampfer weitgehend verhindert wird.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß der Kondensator-Verdampfer zum Teil in die Sumpfflüssigkeit eintaucht, wobei sein mit dem Adsorber verbundenes unteres Ende gegenüber der Sumpfflüssigkeit abgedichtet und sein oberes Ende zum Dampfraum über der Sumpfflüssigkeit hin offen ist.

Erfindungsgemäß ist das obere Ende des Kondensator-Verdampfers offen, so daß die nicht verdampften Anteile der Rektifizierflüssigkeit, die mit dem aufsteigenden Dampf nach oben mitgerissen werden, ungehindert über den Rand des Kondensator-Verdampfers gelangen und in die umgebende Sumpfflüssigkeit abfließen können. Das untere Ende des Kondensator-Verdampfers ist gegenüber der Rektifizierflüssigkeit abgedichtet, damit nur Rektifizierflüssigkeit, die im Adsorber von Verunreinigungen befreit worden ist, in die Verdampferquerschnitte gelangen kann.

Auf einfache und dennoch wirkungsvolle Weise ist durch den Erfindungsgegenstand die Bildung von Ausfrierungen an den Verdampferwänden des Kondensator-Verdampfers sowie die Entstehung unerwünscht hoher Konzentrationen an höhersiedenden Bestandteilen in der Rektifizierflüssigkeit verhindert.

Gemäß einer bevorzugten Weiterbildung des Erfindungsgegenstandes ist an der Unterseite des Kondensator-Verdampfers ein Header vorgesehen. Der Header dient einerseits zur Abdichtung des Kondensator-Verdampfers gegenüber der Sumpfflüssigkeit und andererseits zur Verteilung der vom Adsorber zugeführten Rektifizierflüssigkeit auf die Strömungsquerschnitte des Verdampfers.

Es ist zweckmäßig, wenn gemäß einer Ausgestaltung des Erfindungsgegenstandes der Adsorber durch einen absperrbaren Bypass überbrückt ist. Auf diese Weise kann die über den Adsorber geführte Flüssigkeitsmenge unabhängig von der umgewälzten Flüssigkeitsmenge eingestellt werden.

In weiterer Ausgestaltung des Erfindungsgegenstandes wird vorgeschlagen, daß parallel zu dem Kondensator-Verdampfer ein Flüssigkeitsanzeiger angeordnet ist. Damit läßt sich der Flüssigkeitsstand im Kondensator-Verdampfer von außen kontrollieren und gegebenenfalls durch Drosselung oder Steigerung der umgewälzten Flüssigkeitsmenge verändern.

Besonders vorteilhaft ist eine weitere Ausgestaltung des Erfindungsgegenstandes, bei der die Verbindungsleitung zwischen dem Kondensator-Verdampfer und dem Adsorber mit einem Gasabscheider verbunden ist. Zu diesem Zweck verläuft die Rohrleitung vor der Anschlußstelle des Flüssigkeitsstandsanzeigers in

vertikaler Richtung nach oben und weist zwischen Anschlußstelle und dem Kondensator-Verdampfer mindestens kurzzeitig einen waagrechten oder abwärts geneigten Abschnitt auf, während der Gasabscheider im wesentlichen lotrecht über der Anschlußstelle angeordnet ist. In der Flüssigkeit enthaltene Gasblasen Gasblasen können somit unbehindert in den Gasabscheider aufsteigen.

Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden anhand eines schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels beschrieben.

Hierbei zeigen:

Figur 1 eine erfindungsgemäße Vorrichtung zur Rektifikation eines Gasgemisches.

Figur 2 eine modifizierte Rektifizierungsvorrichtung gemäß Vorrichtung 1.

Analoge Bauteile tragen in beiden Figuren dieselben Bezugszeichen. Mit 1 ist eine zweistufige Rektifiziersäule bezeichnet, wie sie zur Tieftemperaturzerlegung von Luft verwendet wird. Die erfindungsgemäße Vorrichtung eignet sich jedoch ebenso zur Anwendung bei der Rektifikation eines anderen Gasgemisches. Genauso gut könnte statt der dargestellten zweistufigen Rektifiziersäule mit einer Hochdruckstufe 2 und einer oberhalb der Hochdruckstufe angeordneten Niederdruckstufe 3 eine einstufige Rektifiziersäule verwendet werden.

Im Sumpf der Niederdrucksäule 3 sammelt sich während der Luftzerlegung eine mit Sauerstoff angereicherte Flüssigkeit 4. Ein Kondensator-Verdampfer 5, der in der Sumpflüssigkeit angeordnet ist, erzeugt Rücklaufflüssigkeit für die Hochdrucksäule 2. Zu diesem Zweck wird vom Kopf der Säule 2 eine stickstoffreiche gasförmige Fraktion entnommen (Leitung 6) und dem Kondensator-Verdampfer 5 zugeführt, in dem das Gas teilweise im Wärmetausch mit der sauerstoffreichen Sumpflüssigkeit 4 verflüssigt wird, wobei ein Teil der Sumpflüssigkeit 4 verdampft. Die kondensierte Flüssigkeit wird über Leitung 7 in die Hochdruckstufe 2 zurückgeleitet.

Da in der Sumpflüssigkeit 4 noch unerwünschte Bestandteile, vor allem Kohlenwasserstoffe wie Acetylen, enthalten sind, wird ein Teil der Flüssigkeit über einen Adsorber 8 umgewälzt, in dem diese Bestandteile entfernt werden. Zum Regenerieren der Adsorber wird beispielsweise Stickstoff verwendet, der über Leitung 9 zu- und über Leitung 10 abgeführt wird. Der Adsorber 8 ist auf tieferem Niveau angeordnet als das Flüssigkeitsbad 4.

Erfindungsgemäß dient zur Flüssigkeitsumwälzung ein im Sumpf 4 der Rektifiziersäule angeordneter Kondensator-Verdampfer 11, der beim Betrieb der Säule teilweise in das Flüssigkeitsbad eintaucht. Der Kondensator-Verdampfer 11, z.B. ein Plattenwärmetauscher, ist an seinem über die Flüssigkeit 4 ragenden oberen Ende zur Innenseite der Niederdruckstufe 3 hin offen, sein in die Flüssigkeit eintauchendes unteres Ende ist gegen die Sumpflüssigkeit verschlossen, beispielsweise

mit einem Header 12. Der Kondensator-Verdampfer 11 ist parallel zum Kondensator-Verdampfer 5 an die Stickstoffleitungen 6, 7 angeschlossen. Der Kondensator-Verdampfer kann, wie in der Figur dargestellt, ein zusätzlicher Verdampfer sein, es ist aber auch möglich, einen Teil der Wärmetauschanäle des Kondensator-Verdampfers 5 derart auszubilden, daß eine direkte Verbindung zwischen den Wärmetauschanälen und der Sumpflüssigkeit verhindert ist. Am unteren Ende der Niederdruckstufe 3 ist eine Flüssigkeitsentnahmeleitung 13 vorgesehen, die mit dem Adsorber 8 verbunden ist. In der Leitung 13 ist ein Strömungsmesser 14 angeordnet. Das andere Ende des Adsorbers 8 ist an eine Leitung 15 angeschlossen, die in den Header 12 des Kondensator-Verdampfers 11 mündet.

Bei der Durchführung des Rektifikationsverfahrens wird über Leitung 13 Flüssigkeit aus dem Säulensumpf 4 entnommen, gelangt in den Adsorber 8, wo sie von Kohlenwasserstoffen befreit wird, und von dort über Leitung 15 in den Header 12, von dem sie auf die Wärmetauschanäle des Kondensator-Verdampfers 11 verteilt wird. Die Flüssigkeit steigt im Kondensator-Verdampfer 11 bis in eine Höhe, die gleich ist dem Flüssigkeitsspiegel der Sumpflüssigkeit 4 abzüglich eines Betrags, der dem Strömungswiderstand in der Flüssigkeitsentnahmeleitung 13, 15 und im Adsorber 8 entspricht. Durch den warmen Stickstoff, der über Leitung 6 zugeführt wird, verdampft ein Teil der Flüssigkeit im Kondensator-Verdampfer 11. Vom abziehenden Dampf wird Flüssigkeit mitgenommen und über den oberen Rand des Kondensator-Verdampfers 11 in das Flüssigkeitsbad übergeworfen. Die verdampfte Flüssigkeitsmenge wird durch von den Rektifizierböden abfließende Flüssigkeit ersetzt. Damit steigt der Flüssigkeitsspiegel des Bades, der durch die Flüssigkeitsentnahme abgesunken war, wieder an und der statische Flüssigkeitsdruck in der Rohrleitung 13 erhöht sich. Das Verfahren arbeitet somit kontinuierlich.

Es sei noch darauf hingewiesen, daß ein Überwerfen von Flüssigkeit auch im Verdampfer-Kondensator 5 erfolgt. Die Flüssigkeit wird über die Verbindung, die der Verdampfer-Kondensator 5 an seiner Unterseite mit dem Flüssigkeitsbad 4 besitzt, ergänzt. Dagegen ist beim Wärmetauscher 11 ein direktes Rückströmen von Flüssigkeit durch den Header 12 verhindert. Die Flüssigkeit strömt hier über die Rohrleitungen 13, 15 in den Wärmetauscher zurück, bis nach dem Prinzip der kommunizierenden Röhren ein dem Flüssigkeitsspiegel der Sumpflüssigkeit 4 entsprechender Flüssigkeitsstand erreicht wird. Da gleichzeitig weitere Flüssigkeit aus dem Wärmetauscher verdampft und übergeworfen wird, hinkt der Flüssigkeitsspiegel dem Gleichgewichtszustand nach und es ist ein kontinuierlicher Flüssigkeitskreislauf gewährleistet. Es ist denkbar, den Kondensator-Verdampfer 11 — an-

stelle des einen gezeichneten können ebenso auch mehrere Kondensator-Verdampfer vorgesehen sein — statt mit Stickstoff mit Luft zu beheizen.

Die über den Adsorber 8 umgewälzte Flüssigkeitsmenge sollte etwa der Menge des bei der Rektifikation gewonnen Sauerstoffs entsprechen. Um die Flüssigkeitsmenge unabhängig von der umgewälzten Menge regeln zu können, ist parallel zum Adsorber 8 eine Bypassleitung 16 vorgesehen, die mit einem Regelventil 17 versehen ist. Mit dieser Bypassleitung 16 kann zugleich die Höhe des Flüssigkeitsstandes im Wärmetauscher beeinflusst werden. Eine Totalverdampfung der Flüssigkeit im Kondensator-Verdampfer 11 muß nämlich vermieden werden, um eine Verkrustung der Wärmetauscherflächen zu verhindern. Außerdem besteht bei Auskristallisieren von Acetylen Explosionsgefahr. Der Wärmetauscher soll etwa zu 80% mit Flüssigkeit gefüllt sein.

Figur 2 zeigt im wesentlichen dieselbe Anordnung wie Figur 1. Zusätzlich ist hier noch ein Gasabscheider 18 vorgesehen, der parallel zum Kondensator-Verdampfer 11 geschaltet ist. Mit Hilfe von Flüssigkeitsstandsanzeigern 21, 22 läßt sich die Höhe des Flüssigkeitsstandes im Säulensumpf und im Kondensator-Verdampfer 11 von außen leicht kontrollieren und somit stets die optimale Flüssigkeitshöhe einregulieren.

Die Bypassleitung 16 und die vom Adsorber kommende Leitung 15 verlaufen nach ihrer Vereinigung unterhalb der Anschlußstelle 19 des Gasabscheiders 18 vertikal nach oben, während das Verbindungstück 20 zwischen der Anschlußstelle 19 und dem Kondensator-Verdampfer 11 zumindest auf einem kurzen Abschnitt waagrecht verläuft. Der Gasabscheider 18 ist lotrecht über der Anschlußstelle 19 angeordnet. Falls nun in der über die Leitungen 15, 16 aufsteigenden Flüssigkeit Gasblasen enthalten sind, so steigen diese von der Anschlußstelle 19 in den Gasabscheider 18 nach oben und werden von der Flüssigkeit abgetrennt, die über Leitung 20 in den Kondensator-Verdampfer 11 strömt. Selbstverständlich läßt sich die beschriebene und gezeigte Anordnung abändern, ohne das Prinzip der Gasabscheidung abzuändern. Die Entnahmeleitung muß demnach nicht genau vertikal zur Anschlußstelle 19 nach oben geführt sein und die Leitung 20 kann zum Beispiel einen von der Anschlußstelle 19 nach abwärts verlaufenden Abschnitt aufweisen.

Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Rektifikation eines Gasgemisches mit einer Rektifiziersäule (1) sowie einem Adsorber (8), der einerseits mit der Sumpfflüssigkeit (4) in der Rektifiziersäule und andererseits mit einem Kondensator-Verdampfer verbunden ist, welcher mit dem Dampfraum über der Sumpfflüssigkeit in Verbindung

steht, dadurch gekennzeichnet, daß der Kondensator-Verdampfer (11) zum Teil in die Sumpfflüssigkeit eintaucht, wobei sein mit dem Adsorber (8) verbundenes unteres Ende gegenüber der Sumpfflüssigkeit abgedichtet und sein oberes Ende zum Dampfraum über der Sumpfflüssigkeit hin offen ist.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß an der Unterseite des Kondensator-Verdampfers (11) ein Header (12) vorgesehen ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Adsorber (8) durch einen absperrbaren Bypass (16) überbrückt ist.

4. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß parallel zu dem Kondensator-Verdampfer (11) ein Flüssigkeitsstandsanzeiger (22) angeordnet ist.

5. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Verbindungsleitung (20) zwischen dem Kondensator (11) und dem Adsorber (8) mit einem Gasabscheider (18) verbunden ist.

Claims

1. Apparatus for the rectification of a gas mixture comprising a rectifying column (1) and an adsorber (8) which is connected, on the one hand, to the sump liquid (4) in the rectifying column and on the other hand to a condenser-evaporator which is connected to the vapour space above the sump liquid, characterised in that the condenser-evaporator (11) is partially immersed in the sump liquid, the lower end of the condenser-evaporator, which is connected to the adsorber (8), being sealed from the sump liquid and its upper end being open to the vapour space above the sump liquid.

2. Apparatus according to Claim 1, characterised in that a header (12) is arranged on the underside of the condenser-evaporator (11).

3. Apparatus according to Claim 1 or Claim 2, characterised in that the adsorber (8) is bridged by a by-pass (16) which can be closed.

4. Apparatus according to one of Claims 1 to 3, characterised in that a liquid level-indicator (22) is arranged parallel to the condenser-evaporator (11).

5. Apparatus according to one of Claims 1 to 4, characterised in that the connecting line (20) between the condenser (11) and the adsorber (8) is connected to a gas separator (18).

Revendications

1. Installation pour séparer un mélange gazeux en ses constituants par rectification, comportant une colonne de rectification (1), un adsorbeur (8) qui est relié d'un côté au liquide (4) se trouvant en cuve de la colonne de rectification et de l'autre côté à un évaporateur-condenseur, qui est en communication avec le volume de vapeur se trouvant au-dessus du

liquide de cuve, caractérisée en ce que l'évaporateur-condenseur (11) plonge partiellement dans le liquide de cuve son extrémité inférieure reliée à l'adsorber (8) étant étanche par rapport au liquide de cuve tandis que son extrémité supérieure est ouverte en direction du volume de vapeur situé au-dessus du liquide de cuve.

2. Installation selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte un collecteur (12) sur le côté inférieur de l'évaporateur-condenseur (11).

3. Installation selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce que l'adsorber (8) est contourné par un conduit de dérivation (16) obturable.

4. Installation selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce qu'il est prévu un indicateur de niveau de liquide (22) parallèlement à l'évaporateur-condenseur (11).

5. Installation selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le conduit de liaison (20) est relié à un séparateur de gaz (18) entre le condenseur (11) et l'adsorber (8).

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

5

Fig. 1



