

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 102 954 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:

27.11.2002 Patentblatt 2002/48

(51) Int Cl.7: **F25J 3/04**, F25J 3/08

(86) Internationale Anmeldenummer:

PCT/EP99/05678

(21) Anmeldenummer: **99939452.1**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:

WO 00/008399 (17.02.2000 Gazette 2000/07)

(22) Anmeldetag: **05.08.1999**

(54) **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR TIEFTEMPERATURZERLEGUNG VON LUFT**

METHOD AND DEVICE FOR CRYOGENIC AIR SEPARATION

PROCEDE ET DISPOSITIF DE SEPARATION DE L'OXYGENE A TRES BASSE TEMPERATURE

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**

• **POMPL, Gerhard**

D-92339 Beilngries (DE)

(30) Priorität: **06.08.1998 DE 19835474**

11.11.1998 DE 19852020

11.12.1998 EP 98123463

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

Linde AG

Zentrale Patentabteilung

Dr.-Carl-von-Linde-Strasse 6-14

82049 Höllriegelskreuth (DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:

30.05.2001 Patentblatt 2001/22

(56) Entgegenhaltungen:

EP-A- 0 636 576

DE-A- 3 322 473

US-A- 4 091 633

US-A- 4 732 597

US-A- 5 313 802

US-A- 5 629 208

(73) Patentinhaber: **Linde Aktiengesellschaft**
65189 Wiesbaden (DE)

(72) Erfinder:

• **VOIT, Jürgen**

D-86938 Schondorf (DE)

• **WENNING: "Lachgas in luftzerlegungsanlagen"**

LINDE BERICHTE AUS TECHNIK UND

WISSENSCHAFT, Nr. 77, 1998, Seiten 32-36,

XP002105151 in der Anmeldung erwähnt

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents 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).

EP 1 102 954 B1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Tieftemperaturzerlegung von Luft, bei dem verdichtete und vorgereinigte Einsatzluft in ein Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung eingeleitet wird, das eine Drucksäule aufweist, wobei mindestens ein Teil der verdichteten und vorgereinigten Einsatzluft der Drucksäule zugespeist wird und wobei eine sauerstoffangereicherte Fraktion der Drucksäule entnommen und einem weiteren Arbeitsschritt innerhalb des Rektifiziersystems zugeleitet wird.

[0002] Derartige Prozesse sind zum Beispiel aus Hausen/Linde, Tieftemperaturtechnik, 2. Auflage 1985, Kapitel 4 (Seiten 281 bis 337) bekannt. Bei dem Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung kann es sich um ein Einsäulensystem mit einer einzigen Säule, der Drucksäule im Sinne der Erfindung, um ein Zweisäulensystem mit einer Drucksäule und einer Niederdrucksäule oder um ein Mehrsäulensystem mit weiteren Trennsäulen zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung handeln. In Hausen/Linde sind mehrere Beispiele für Einsäulensysteme gezeigt (Seite 282, Bild 4.1. und 4.2.; Seite 287, Bild 4.4; Seiten 329/330, Bild 4.30., 4.31. und 4.32.), die Erfindung ist insbesondere auf eine Einzelsäule mit Kopfkühlung durch eine sauerstoffangereicherte Flüssigkeit aus der Drucksäule anwendbar (Hausen/Linde, Seite 330, Bild 4.31.). Auch Beispiele für Zweisäulensysteme sind in Hausen/Linde zu finden (Seite 284, Bild 4.3. und verschiedene Beispiele in den Abschnitten 4.5.1 und 4.5.2). Zur Erzeugung von aufsteigendem Dampf für die Niederdrucksäule wird ein Teil der Sumpfflüssigkeit in einem Kondensator-Verdampfer (meist als Hauptkondensator bezeichnet) verdampft, der beispielsweise mit einer Gasfraktion aus der Drucksäule oder mit Luft als Heizmittel betrieben wird. Der Kondensator-Verdampfer kann durch einen oder mehrere Wärmetauscherblöcke realisiert werden, die beispielsweise als Umlauf- und/oder Fallfilmverdampfer betrieben werden.

[0003] Das Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung im Sinne der Erfindung umfaßt außerdem Wärmetauscher wie etwa Kondensator-Verdampfer, die zum Betrieb der Trennsäule(n) zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung benötigt werden (insbesondere den Hauptkondensator einer Doppelsäule oder den Kopfkondensator einer Einzelsäule). Das erfindungsgemäße Verfahren und die entsprechende Vorrichtung können bei Bedarf außerhalb des Rektifiziersystems zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung zusätzliche Trennsäulen zur Gewinnung von weiteren Luftbestandteilen aufweisen, etwa von Edelgasen wie Argon, Helium, Neon, Krypton oder Xenon (siehe Hausen/Linde, Kapitel 4.5.4).

[0004] Üblicherweise wird die sauerstoffangereicherte Fraktion aus dem Sumpfbereich der Drucksäule entnommen, bevor sie einem weiteren Arbeitsschritt innerhalb des Rektifiziersystems zugeleitet wird. Dieser wei-

tere Arbeitsschritt kann beispielsweise durch die weitere Auftrennung in der Niederdrucksäule eines Doppelsäulensystems oder durch eine Verdampfung, beispielsweise im Kopfkondensator eines Einsäulensystems gebildet werden. Damit werden sämtliche schwererflüchtigen Verunreinigungen der Einsatzluft, die in der Vorreinigung stromaufwärts der Einleitung in das Rektifiziersystem nicht entfernt wurden, mit der sauerstoffangereicherten Fraktion in den nachfolgenden Arbeitsschritt weitertransportiert. (Unter "schwererflüchtigen Verunreinigungen" werden hier Komponenten der Einsatzluft verstanden, deren Siedepunkt höher als derjenige von Sauerstoff ist.)

[0005] Insbesondere bei nachfolgenden Verdampfungsprozessen können sich solche schwererflüchtigen Verunreinigungen weiter anreichern. Manche dieser schwererflüchtigen Stoffe, insbesondere N_2O , können als Feststoffe ausfallen und müssen von Zeit zu Zeit entfernt werden, damit eine Verstopfung von Wärmetauscherpassagen in den entsprechenden Verdampfern (beispielsweise im Hauptkondensator eines Doppelsäulensystems) vermieden wird. Um die ausgeschiedenen Feststoffe zu beseitigen, muß die gesamte Anlage abgeschaltet werden. Dies kann bei einer großen Luftzerlegungsanlage einen Betriebsstillstand von beispielsweise zwei bis fünf Tagen bedeuten. Diese Problematik wird in Wenning, Lachgas in Luftzerlegungsanlagen, Linde-Berichte aus Technik und Wissenschaft, 77/1998, 32-36 geschildert. Hier und in US 5629208 wird als Lösung vorgeschlagen, N_2O aus mit Hilfe einer stärkeren Spülung der im Hauptkondensator anstehenden Flüssigkeit auszuschleusen. Es hat sich jedoch herausgestellt, daß diese Maßnahme nicht in allen Fällen ausreicht, um die betriebstechnisch höchst unerwünschte Abschaltung der Luftzerlegungsanlage zu vermeiden.

[0006] Als Lösung für dieses Problem bieten sich verschiedene für den Fachmann verfügbare Methoden an.

[0007] Zum einen könnte eine Reinigungseinrichtung eingesetzt werden, die die unerwünschten Stoffe aus der sauerstoffangereicherten Fraktion entfernt. Dabei wird beispielsweise die gesamte sauerstoffangereicherte Fraktion (bei einer Doppelsäule: die Sumpfflüssigkeit der Drucksäule) in flüssiger Form über einen Adsorber zur Entfernung von N_2O geführt. (Flüssigadsorber wurden früher an derselben Stelle zur Acetylenentfernung eingesetzt.) Dieses Vorgehen löst die betriebstechnischen Probleme in dem Verdampfer, bedeutet aber einen relativ hohen Investitionsaufwand. Außerdem muß der Adsorber von Zeit zu Zeit regeneriert werden, was selbst bei einer umschaltbaren Einrichtung zu weiterem betriebstechnischen Aufwand führt.

[0008] Zum anderen ist aus US 5471842 bekannt, schwererflüchtige Komponenten bereits in der Drucksäule auszuschleusen, indem an deren Sumpf eine Spülfraktion flüssig abgezogen und die in der Niederdrucksäule weiterzuverarbeitende sauerstoffangereicherte Fraktion oberhalb der Luftzuspeisung entnom-

men wird. Die Spülfraction wird dabei flüssig auf sehr hohen Druck gebracht, im Hauptwärmetauscher gegen hochverdichtete Einsatzluft verdampft, stromaufwärts der Vorreinigung der Luft der Einsatzluft zugemischt und mit dieser in die Drucksäule zurückgeleitet. Diese Methode funktioniert zwar, wie in US 5471842 angegeben, für die Ausschleusung von CO_2 , das im Molekularsieb der Vorreinigung wirkungsvoll zurückgehalten wird. Die N_2O -Problematik wird in US 5471842 jedoch nicht erwähnt. Das dortige Verfahren ist zur sicheren Ausschleusung von N_2O nicht geeignet (siehe Artikel von Wenning, Abschnitt 6), es kann unter Umständen eine Verstopfung der Passagen des Hauptwärmetauschers durch ausfallendes N_2O vorkommen, was eine Anwärmerung dieses Apparats notwendig machte.

[0009] In Abänderung des in US 5471842 vorgeschlagenen Verfahrens zur CO_2 -Ausschleusung wäre es möglich, die im Sumpf der Drucksäule abgezogene Spülfraction völlig aus dem Verfahren zu entfernen, in dem man sie - gegebenenfalls nach Rückgewinnung eines Teils ihrer Kälte - verwirft. Die Spülfraction kann beispielsweise in flüssigem Zustand unmittelbar verworfen werden, indem sie nach dem Abführen aus der Drucksäule zum Beispiel über einen Ejektor in die Atmosphäre abgegeben wird. Alternativ dazu kann sie durch indirekten Wärmeaustausch mit einem Heizmittel verdampft und/oder angewärmt und anschließend in gasförmigem Zustand verworfen werden. Dadurch wird ein Teil der Energie zurückgewonnen, die in Form von Kälte in der Spülfraction enthalten ist. Die Verdampfung sollte bei so hoher Temperatur erfolgen, daß ein Ausfallen von schwererflüchtigen Verunreinigungen vermieden wird, beispielsweise durch Einleiten der flüssigen Spülfraction in eine Restgasfraction bei mittlerer Temperatur. Eine andere Möglichkeit ist die Rückgewinnung der Kälte in einem Wärmeaustauscher mit umschaltbaren Passagen (Revex). Alle diese Methoden können in bestimmten Anlagen sinnvoll sein, haben jedoch den Nachteil, daß die an der Spülfraction verrichtete Trennarbeit verlorengelht und damit ein hoher betriebstechnischer Aufwand in Form von zusätzlichem Energiebedarf besteht.

[0010] Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art und eine entsprechende Vorrichtung so auszugestalten, daß der betriebstechnische Aufwand im gesamten Prozeß besonders niedrig gehalten werden kann.

[0011] Diese Aufgabe wird durch die Merkmale des Patentanspruchs 1 gelöst. Bei dem erfindungsgemäßen Prozeß wird die Spülfraction, die durch mindestens einen Teil, vorzugsweise die Gesamtheit der Sumpfflüssigkeit der Drucksäule gebildet wird, ohne vorherige Verdampfung einer Einrichtung zur Entfernung von N_2O zugeführt.

[0012] Dadurch kann die gereinigte Spülfraction stromabwärts dieser Einrichtung weiteren Arbeitsschritten innerhalb oder außerhalb des Rektifiziersystems zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung zugeführt werden, ohne daß im Rahmen dieser Arbeitsschritte die Anreicherung

von N_2O droht. Der weitere Arbeitsschritt kann beispielsweise eine Säule zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung oder einen Kondensator-Verdampfer zur Erzeugung von Rücklauf für eine derartige Säule aufweisen, etwa die Niederdrucksäule eines Zweisäulensystems zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung oder den Kopfkondensator der Drucksäule.

[0013] Der Stoffaustauschabschnitt zwischen der Stelle der Einsatzluftzufuhr (in der Regel am Sumpf der Drucksäule) und der Entnahme der sauerstoffangereicherten Fraction ermöglicht ein weitgehend vollständiges Auswaschen der schwererflüchtigen Verunreinigungen, insbesondere von N_2O , aus der Einsatzluft in den Sumpf der Drucksäule. Er wird entweder durch mindestens einen praktischen Boden oder durch einen Packungsabschnitt mit einer Trennwirkung von mindestens einem theoretischen Boden gebildet. Vorzugsweise befinden sich 1 bis 10, höchst vorzugsweise 3 bis 5 theoretische oder praktische Böden zwischen Luftzuspeisung beziehungsweise Drucksäulensumpf einerseits und Entnahmestelle der sauerstoffangereicherten Flüssigkeit andererseits. (Für den Fall, daß in diesem Abschnitt ausschließlich praktische Böden als Stoffaustauschelemente verwendet werden, gelten die Angaben in praktischen Bodenzahlen; falls Packung, Füllkörper oder Kombinationen verschiedener Typen von Stoffaustauschelementen eingesetzt werden, sind die Angaben in theoretischen Bodenzahlen anzuwenden.)

[0014] Im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens kann die Drucksäule als ein einziger Behälter realisiert sein. Alternativ dazu können unterschiedliche Abschnitte durch getrennte Behälter umschlossen sein. Beispielsweise kann der Stoffaustauschabschnitt, der zum Auswaschen von N_2O dient, separat vom Rest der Drucksäule aufgebaut sein (siehe Vorrichtung gemäß Patentanspruch 11).

[0015] Mit einem derartigen Stoffaustauschabschnitt zwischen Luftzuspeisung und Entnahme der sauerstoffangereicherten Fraction können die wichtigsten schwererflüchtigen Verunreinigungen praktisch vollständig aus nachfolgenden Arbeitsschritten zurückgehalten werden. Die sauerstoffangereicherte Fraction enthält beispielsweise weniger als 1 ppb N_2O (molare Konzentration kleiner als 10^{-9}), vorzugsweise liegt die molare N_2O -Konzentration bei 10^{-12} oder darunter.

[0016] Die schwererflüchtigen Verunreinigungen wie N_2O werden mit der flüssigen Spülfraction aus dem Sumpf der Drucksäule abgeführt. Die Entnahme der Spülfraction kann kontinuierlich oder diskontinuierlich erfolgen. Die Menge an abgezogener Spülfraction wird von der erwünschten beziehungsweise erlaubten Konzentration schwererflüchtiger Komponenten in der Spülfraction bestimmt. In der Regel wird sie so eingestellt, daß kein Feststoffausfall im Sumpf der Drucksäule auftritt; unter Umständen ist aber auch eine höhere Anreicherung mit Feststoffausfall möglich. Die Spülfractionsmenge beträgt beispielsweise mindestens 0.1 mol% der in die Drucksäule eingespeisten Einsatzluftmenge, vor-

zugsweise 0.15 mol% bis 10 mol% höchst vorzugsweise 0.3 mol% bis 5 mol% der Einsatzluftmenge. (Die Angaben über die Spülfraktionsmenge sind - insbesondere bei diskontinuierlicher Entnahme - als zeitliches Mittel der Spülfraktionsmenge zu verstehen.)

[0017] Als Nebeneffekt der erfindungsgemäßen Maßnahmen stellt sich eine Verbesserung der Produktqualität des Sauerstoffprodukts ein, das gegebenenfalls aus der sauerstoffangereicherten Fraktion erzeugt wird.

[0018] Vorzugsweise wird N_2O in der Reinigungsstufe durch physikalische Adsorption aus der flüssigen Spülfraktion entfernt. Die Reinigungsstufe wird also durch einen Flüssigadsorber gebildet. Dieser Flüssigadsorber kann wesentlich kompakter ausgeführt werden als die früher zur Acetylenentfernung verwendeten Flüssigadsorber, über die die gesamte sauerstoffangereicherte Fraktion geleitet wurde.

[0019] Alternativ dazu kann das N_2O in einem eigens dafür vorgesehenen Wärmetauscher niedergeschlagen werden, indem die flüssige Spülfraktion in der Reinigungsstufe durch indirekten Wärmeaustausch verdampft wird, wobei bei der Verdampfung N_2O als Feststoff und/oder Flüssigkeit ausfällt. Sie können sich in dem Wärmetauscher ablagern, in dem die Verdampfung durchgeführt wird. Die Verdampfung muß in diesem Fall diskontinuierlich beziehungsweise in einem umschaltbaren Paar von rekuperativen oder regenerativen Wärmeaustauschern durchgeführt werden, so daß die abgelagerten Feststoffe in gewissen Zeitabständen entfernt werden. Es ist aber auch möglich, anfallende Flüssigkeit oder Feststoffe und die gereinigte Spülfraktion kontinuierlich abzuziehen.

[0020] Eine weitere Möglichkeit besteht darin, N_2O in der Reinigungsstufe durch Gegenstrom-Stoffaustausch aus der Spülfraktion zu entfernen. Dabei wird die Spülfraktion in flüssigem Zustand in eine zusätzliche Trennsäule eingeleitet, beispielsweise an einer Zwischenstelle oder am Kopf. Die Sumpffraktion der Trennsäule wird beispielsweise verworfen, während die Kopffraktion weiterverarbeitet wird, beispielsweise in der Drucksäule. Dem Sumpf der Trennsäule muß Wärme zugeführt werden, beispielsweise durch indirekten Wärmeaustausch mit einem Warmstrom (Übertragung fühlbarer Wärme) oder mit einem kondensierenden Gasstrom geeigneter Zusammensetzung mittels einer elektrisch betriebenen Heizung. Für den Fall, daß die Spülfraktion nicht unmittelbar am Kopf aufgegeben wird, ist außerdem eine Kopfkühlung notwendig, beispielsweise durch indirekten Wärmeaustausch mit einem verdampfenden Prozeßstrom geeigneter Zusammensetzung und geeigneten Drucks.

[0021] In der Regel wird eine der drei Methoden zur N_2O -Entfernung angewandt. Grundsätzlich ist auch eine Kombination zweier oder dreier Varianten möglich; in einem Beispielfall weist die Reinigungsstufe sowohl mindestens ein Adsorptionsbett als auch mindestens ein umschaltbares Paar von Wärmetauschern auf.

[0022] Alternativ oder ergänzend zu der oben er-

wähnten Einleitung in das Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung kann die gereinigte Spülfraktion mindestens teilweise einem Arbeitsschritt außerhalb dieses Rektifiziersystems zugeführt werden. Bevorzugt wird hierbei die Einspeisung in ein System zur rektifikatorischen Gewinnung eines Edelgases, beispielsweise von Krypton und/oder Xenon. Beispiele für derartige Systeme finden sich in der älteren deutschen Patentanmeldung 19823526.7 und in den hierzu korrespondierenden Anmeldungen desselben Anmelders, sowie in EP 96610 A, EP 222026 A, DE 1667639 A, DE 1122088 B oder in Streich et al., Gewinnung von Edelgasen in Luft- und Ammoniakanlagen, Linde-Berichte aus Technik und Wissenschaft, 37/1975, 10-14. Die gereinigte Spülfraktion wird dabei vorzugsweise in flüssigem Zustand mindestens teilweise in eine Austauschsäule eingeleitet, die dazu dient, Krypton und Xenon in ein Inertgas (Stickstoff oder Argon) einzubetten. Diese Austauschsäule kann zusätzlich mit dem üblichen krypton- und xenonhaltigen Einsatz beaufschlagt werden, nämlich der flüssigen Sumpffraktion aus der Niederdrucksäule eines Zweisäulensystems.

[0023] Vorzugsweise wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Gesamtluft, das heißt die gesamte Einsatzluft, die in dem Rektifiziersystem zerlegt wird, in die Drucksäule eingeleitet. Die gesamte Einsatzluft wird vorzugsweise mindestens einen theoretischen oder praktischen Boden unterhalb der Stelle in die Drucksäule eingespeist, an der die sauerstoffangereicherte Fraktion abgezogen wird. Damit wird vermieden, daß über eine Direkteinspeisung von Luft in weitere Arbeitsschritte innerhalb des Rektifiziersystems (zum Beispiel über eine Luftturbine, die in die Niederdrucksäule eines Zweisäulensystems führt) unerwünschte schwererflüchtige Verunreinigungen in einen Arbeitsschritt stromabwärts der Drucksäule gelangen.

[0024] Im Rahmen der Erfindung ist es günstig, wenn Verfahrenskälte durch arbeitsleistende Entspannung einer Zwischenfraktion erzeugt wird, die der Drucksäule oberhalb der Luftzuspeisung entnommen wird. Die Entnahmestelle kann beispielsweise an der Zwischenstelle liegen, an der die sauerstoffangereicherte Fraktion entnommen wird, am Kopf der Drucksäule, oder an jeder zwischen diesen beiden Punkten angeordneten Stelle. Die Zwischenfraktion ist praktisch N_2O -frei und kann daher nach der arbeitsleistenden Entspannung der Niederdrucksäule zugeführt werden.

[0025] Alternativ oder zusätzlich kann ein Teil der verdichteten und vorgereinigten Luft stromaufwärts der Drucksäule abgezweigt und arbeitsleistend entspannt werden; die entspannte Luft darf dann aber nicht der Drucksäule oberhalb der Luftzuspeisung oder einem Arbeitsschritt des Rektifiziersystems stromabwärts der Drucksäule zugeführt werden, sondern wird beispielsweise einem Reststrom zugemischt und aus dem Verfahren entfernt.

[0026] Die Kälteerzeugung kann durch eine Druckerhöhung in der Zwischenfraktion vergrößert werden. Da-

zu kann die Zwischenfraktion vor der arbeitsleistenden Entspannung beispielsweise gasförmig aus der Drucksäule entnommen, angewärmt und in gasförmigem Zustand verdichtet werden. Es ist günstig, zu dieser Verdichtung mindestens einen Teil der mechanischen Energie einzusetzen, die bei der arbeitsleistenden Entspannung gewonnen wird. Der Druck nach dem Verdichten beträgt beispielsweise 7 bis 15 bar, vorzugsweise 8 bis 12 bar. Die Höhe der Druckdifferenz hängt hier wie im folgenden Absatz vom Kältebedarf einer spezifischen Anlage ab.

[0027] Alternativ dazu wird die Zwischenfraktion stromaufwärts der arbeitsleistenden Entspannung in flüssigem Zustand aus der Drucksäule abgezogen, im flüssigen Zustand einer Druckerhöhung unterworfen, durch indirekten Wärmeaustausch verdampft und angewärmt. Die flüssige Druckerhöhung führt auf einen Druck von beispielsweise 7 bis 15 bar, vorzugsweise 8 bis 12 bar.

[0028] Auch für den Fall, daß das erfindungsgemäße Verfahren im Zusammenhang mit einem Innenverdichtungsprozeß betrieben wird, bei dem ein Produktstrom in flüssigem Zustand auf Druck gebracht (beispielsweise 7 bis 50 bar, vorzugsweise 9 bis 30 bar) und anschließend gegen ein unter hohem Druck (beispielsweise 7 bis 50 bar, vorzugsweise 9 bis 30 bar) stehendes Heizfluid verdampft wird, ist eine Abweichung von der üblichen Vorgehensweise sinnvoll. (Die Drücke richten sich im Einzelfall nach dem geforderten Produktdruck.) Anstelle eines Teils der verdichteten und vorgereinigten Einsatzluft wird gemäß einer weiteren Variante der Erfindung eine praktisch N₂O-freie Gasfraktion aus der Drucksäule als Heizfluid verwendet. Diese wird mindestens einen theoretischen oder praktischen Boden oberhalb der Stelle entnommen, an der verdichtete und vorgereinigte Einsatzluft zugespeist wird, vorzugsweise an der Zwischenstelle, an der die sauerstoffangereicherte Fraktion entnommen wird, am Kopf der Drucksäule, oder an einer zwischen diesen beiden Punkten angeordneten Stelle. Das Heizfluid wird angewärmt, verdichtet und schließlich gegen den flüssig auf Druck gebrachten Produktstrom kondensiert. Das Kondensat wird an geeigneter Stelle weiterverarbeitet, beispielsweise in der Drucksäule.

[0029] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren kann ein Teil der Sumpfflüssigkeit der Drucksäule verdampft und das dabei entstandene Gas in die Drucksäule zurückgeleitet werden. Diese fakultative Sumpfheizung der Drucksäule wird vorzugsweise durch einen Kondensator-Verdampfer bewirkt, der mit einem geeigneten Prozeßgas als Heizmittel beaufschlagt wird. Auf diese Weise wird der Umsatz in dem Abschnitt der Drucksäule erhöht, der unterhalb der Entnahme der sauerstoffangereicherten Fraktion liegt. Damit werden weitere Stoffe, insbesondere Krypton und/oder Methan in den Sumpf der Drucksäule gewaschen. Dieser Effekt wird weiter verstärkt, wenn die Drucksäule in diesem Fall einen weiteren Stoffaustauschabschnitt aufweist, der un-

terhalb der Stelle angeordnet ist, an der die verdichtete und vorgereinigte Einsatzluft in die Drucksäule eingeleitet wird und den Umfang einiger theoretischer Böden aufweist.

[0030] Die Erfindung betrifft außerdem eine Vorrichtung zur Tieftemperaturzerlegung von Luft gemäß Patentanspruch 11 oder 12.

[0031] Insbesondere bei der Nachrüstung von bestehenden Anlagen mit dem erfindungsgemäßen Verfahren kann es günstig sein, die Säule(n) eines bestehenden Rektifiziersystems nicht umzubauen, sondern eine zusätzliche Vorsäule zu verwenden, die den Stoffaustauschabschnitt zwischen Luftzuspeisung und Entnahme der sauerstoffangereicherten Fraktion enthält. Die Drucksäule im Sinne der Erfindung wird dann durch die Kombination dieser Vorsäule mit einer Hauptsäule gebildet. Die Einsatzluft wird in diesem Fall in die Vorsäule geleitet. Vom Sumpf der Vorsäule wird die Spülfraktion flüssig abgezogen. Am Kopf der Vorsäule wird mindestens einen theoretischen oder praktischen Boden oberhalb der Luftzuspeisung Gas abgezogen und in den unteren Bereich der Hauptsäule eingeleitet. Die sauerstoffangereicherte Fraktion wird dann vom Sumpf der Hauptsäule abgezogen. Im Falle des Umbaus einer konventionellen Anlage ist die Hauptsäule Teil des bestehenden Rektifiziersystems. Über die frühere Einsatzluftleitung wird das Kopfgas der Vorsäule in die Hauptsäule eingeleitet und die sauerstoffangereicherte Fraktion kann über die bereits vorhandene frühere Sumpfflüssigkeitsleitung abgezogen werden. Das Nachrüsten kann also durch Beistellen einer Vorsäule zum Zurückhalten schwererflüchtiger Verunreinigungen wie N₂O bewerkstelligt werden. Diese Methode kann auch beim Neubau einer Luftzerlegungsanlage sinnvoll sein, beispielsweise wenn eine besonders niedrige Bauhöhe gewünscht ist.

[0032] Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden im folgenden anhand von in den Zeichnungen schematisch dargestellten Ausführungsbeispielen näher erläutert. Hierbei zeigen

- Figur 1 eine Ausführungsform mit einer Realisierung der Erfindung bei einem Zweisäulenapparat,
- Figur 2 eine Ausführungsform der Erfindung mit der Gewinnung von Krypton und/oder Xenon,
- Figur 3 eine Variante mit abweichender Methode zur Gewinnung von Verfahrenskälte und
- Figur 4 ein Verfahren mit Gewinnung von Drucksauerstoff mittels Innenverdichtung.

[0033] Die Zeichnung von Figur 1 zeigt ein Doppelsäulensystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung. Verdichtete Einsatzluft 1 wird einer Vorreinigung 2 zugeleitet und dort vorzugsweise einer Adsorption unterworfen. Dabei werden Wasserdampf und CO₂ praktisch vollständig aus der verdichteten Einsatzluft entfernt; N₂O wird dagegen von einem üblichen Molekularsieb zu etwa 20 bis 50 % durchgelassen. Die vorgereinigte Ein-

satzluft 3 wird in einem Hauptwärmetauscher 4 in indirektem Wärmeaustausch gegen Zerlegungsprodukte abgekühlt und über Leitung 5 vollständig der Drucksäule 6 des Rektifiziersystems zugeführt. Das Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung weist außerdem eine Niederdrucksäule 7 auf, die über einen Kondensator-Verdampfer, den Hauptkondensator 8, mit der Drucksäule 6 in Wärmeaustauschbeziehung steht. Am Kopf der Drucksäule 6 wird Druckstickstoff 9 erzeugt, der teilweise oder vollständig dem Hauptkondensator 8 zugeführt und dort mindestens teilweise, vorzugsweise vollständig oder im wesentlichen vollständig kondensiert wird. Ein Teil 11 des im Hauptkondensator 8 verflüssigten Stickstoffs 10 wird als Rücklauf auf die Drucksäule 6 aufgegeben. Mindestens ein Teil 12 des restlichen Kondensats wird zum oberen Bereich einer Niederdrucksäule 7 geführt. Auf der Verdampfungsseite des Hauptkondensators 8 verdampft Sumpfflüssigkeit der Niederdrucksäule. Der erzeugte Dampf steigt in der Niederdrucksäule im Gegenstrom zur Rücklaufflüssigkeit auf. (Der Hauptkondensator 8 befindet sich bei dem Ausführungsbeispiel der Zeichnung unmittelbar im Sumpf der Niederdrucksäule; alternativ dazu kann er außerhalb der Doppelsäule angeordnet sein.)

[0034] Der Drucksäule 6 wird eine sauerstoffangereicherte Fraktion 13 in flüssiger Form entnommen und als weitere Einsatzfraktion der Niederdrucksäule 7 an einer Zwischenstelle zugeführt (14). Die sauerstoffangereicherte Fraktion 13 wird im Gegensatz zum Stand der Technik nicht vom Sumpf der Drucksäule abgezogen, sondern von einer Zwischenstelle, die oberhalb eines Stoffaustauschabschnitts 15 angeordnet ist, der in dem Beispiel drei theoretischen Böden entspricht. Sie ist dadurch frei von schwererflüchtigen Verunreinigungen wie Xenon, C_2H_4 , N_2O und C_3H_8 . Damit kann kein N_2O in die Niederdrucksäule 7 gelangen und zu Betriebsstörungen im Hauptkondensator 8 führen.

[0035] Die schwererflüchtigen Bestandteile werden mit einer flüssigen Spülfraktion 16 vom Sumpf der Drucksäule 6 abgezogen und in flüssigem Zustand einer Reinigungsstufe 17 zugeführt, in der N_2O entfernt wird. Die N_2O -Entfernung wird in dem Ausführungsbeispiel mittels Adsorption bewirkt. Die gereinigte flüssige Spülfraktion 18 wird gemeinsam mit der sauerstoffangereicherten Fraktion 13 der Niederdrucksäule 7 zuge speist. Alternativ ist auch eine getrennte Einspeisung einige Böden tiefer möglich. Bei dem Ausführungsbeispiel wird die gesamte Einsatzluft über die Leitung 5 in die Drucksäule 6 eingespeist, insbesondere gelangt keine Einsatzluft ohne Vorzerlegung in die Niederdrucksäule 7 (beispielsweise über eine Turbine).

[0036] Der Stoffaustauschabschnitt 15 unterhalb der Entnahme der sauerstoffangereicherten Fraktion 13 kann durch jedes bekannte Stoffaustauschelement gebildet werden, beispielsweise durch Packung oder jede Art von Stoffaustauschböden; vorzugsweise werden Siebböden oder bei einer sehr kleinen Menge an Spülfraktion Glockenund/oder Kaminböden eingesetzt.

[0037] In dem Beispiel wird das Sauerstoffprodukt über Leitung 21 gasförmig aus der Niederdrucksäule 7 abgezogen, im Hauptwärmetauscher 4 angewärmt und über Leitung 22 als Produkt abgeführt. Der Abzug ist einige theoretische beziehungsweise praktische Böden oberhalb des Sumpfs der Niederdrucksäule angeordnet, um schwererflüchtige Komponenten wie Krypton und/oder Xenon aus dem Sauerstoffprodukt fernzuhalten. Diese schwererflüchtigen Komponenten werden mit einem Flüssigprodukt- oder Spülstrom 24 aus der Sumpfflüssigkeit der Niederdrucksäule abgezogen. Alternativ oder zusätzlich zu dieser Methode kann Sauerstoff als krypton- und xenonfreies Flüssigprodukt über Leitung 23 und/oder als gasförmiges Produkt, das noch Krypton und Xenon enthält, über Leitung 25 entnommen werden. (Die Anwärmung des über Leitung 25 abzuziehenden Produkts und die Unterkühlung der sauerstoffangereicherten Fraktion 13 sind in der Zeichnung nicht dargestellt.)

[0038] Über dem Kopf der Niederdrucksäule 7 wird eine stickstoffhaltige Fraktion 19 als gasförmiges Stickstoffprodukt oder Restgas abgezogen und im Hauptwärmetauscher 4 angewärmt. Die angewärmte stickstoffhaltige Fraktion 20 kann zum Teil als Regeneriergas für die Vorreinigung 2 genutzt werden.

[0039] Verfahrenskälte wird in dem Ausführungsbeispiel mittels arbeitsleistender Entspannung einer Zwischenfraktion 30 gewonnen, die in Höhe des Abzugs der sauerstoffangereicherten Fraktion 13 oder höher in Gasform aus der Drucksäule 6 entnommen wird. Sie wird im Gegenstrom zu Einsatzluft 3 im Hauptwärmetauscher 4 angewärmt, in einem Verdichter 32 beispielsweise von 5 bar auf 7 bar komprimiert und nach Nachkühlung 33 wieder dem Hauptwärmetauscher 4 zugeführt (Leitung 34). Die verdichtete Luft wird bei einer Zwischentemperatur dem Hauptwärmetauscher entnommen (Leitung 35 und einer Entspannungsmaschine 36 zugeleitet. Stromabwärts der arbeitsleistenden Entspannung 36 auf 1,2 bar wird sie über Leitung 37 der Niederdrucksäule 7 an einer Zwischenstelle zugeführt. In dem konkreten Beispiel liegen sowohl die Entnahme aus der Drucksäule 6 als auch die Einspeisung in die Niederdrucksäule 7 an denjenigen Zwischenstellen, an denen auch die sauerstoffreiche Fraktion 13, 14 abgezogen beziehungsweise eingeleitet wird. Mindestens ein Teil der für die Verdichtung der angewärmten Gasfraktion 31 benötigten Energie wird durch die bei der arbeitsleistenden Entspannung 36 erzeugte mechanische Energie gebildet; vorzugsweise werden dazu die Entspannungsmaschine 36 und der Verdichter 32 mechanisch gekoppelt. In bestimmten Fällen kann die Verdichtung 32 entfallen; dann reicht es aus, die Gasfraktion 30 nur bis auf eine mittlere Temperatur anzuwärmen und dann direkt über Leitung 35 der arbeitsleistenden Entspannung 36 zuzuführen.

[0040] In Figur 2 ist eine Variante des Verfahrens nach Figur 1 dargestellt, bei der außer Sauerstoff und Stickstoff auch Krypton und Xenon gewonnen werden.

Dazu sind weitere Verfahrensschritte und Einrichtungen zur Krypton-/Xenongewinnung vorgesehen, die sich außerhalb des Rektifiziersystems zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung befinden. Diese können sich jeder der bekannten Methoden zur Krypton-/Xenongewinnung aus einer an diesen Komponenten angereicherten Sauerstofffraktion bedienen, insbesondere der oben erwähnten. Als üblicher Einsatz für das System 202 zur Krypton-/Xenongewinnung dient die Sauerstofffraktion 24, die aus dem Sumpf der Niederdrucksäule abgezogen wird. Zusätzlich wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die gereinigte Spülfraktion stromabwärts der Reinigungsstufe 17 teilweise oder vollständig über Leitung 201 dem System 202 zur Krypton-/Xenongewinnung zugeführt, und zwar vorzugsweise im flüssigen Zustand. Sie kann insbesondere an geeigneter Stelle in eine Austauschsäule eingespeist werden, die zur Erzeugung eines krypton- und xenonhaltigen, aber sauerstofffreien Gemischs dient, oder in eine andere Säule zur Voranreicherung von Krypton und/oder Xenon. Die Einspeisestelle liegt unterhalb des Kopfs der entsprechenden Säule.

[0041] Bei dem Ausführungsbeispiel von Figur 3 wird eine Zwischenfraktion 340 in Höhe des Abzugs der sauerstoffangereicherten Fraktion 13 oder höher in flüssiger Form aus der Drucksäule 6 entnommen. Sie wird durch eine Pumpe 341 flüssig auf einen erhöhten Druck von beispielsweise 7 bar gebracht und anschließend über Leitung 342 dem Hauptwärmetauscher 4 zugeführt. Dort wird sie unter dem erhöhten Druck verdampft und auf eine Zwischentemperatur angewärmt. Die angewärmte Zwischenfraktion wird über Leitung 335 einer Entspannungsmaschine 336 zugeleitet. Stromabwärts der arbeitsleistenden Entspannung 336 wird sie über Leitung 337 der Niederdrucksäule 7 an einer Zwischenstelle zugeführt oder als Produkt abgeführt.

[0042] Als Wärmequelle für die Verdampfung der arbeitsleistend zu entspannenden Zwischenfraktion 342 dient ein Heizmittel, das über Leitung 330 gasförmig von einer Zwischenstelle (alternativ: vom Kopf) der Drucksäule 6 entnommen und im Hauptwärmetauscher 4 angewärmt wird. Das angewärmte Heizmittel 331 wird in einem Verdichter 332 beispielsweise auf 8 bar komprimiert und nach Nachkühlung 333 wieder dem Hauptwärmetauscher 4 zugeführt (Leitung 334). Dort wird es abgekühlt und schließlich mindestens teilweise kondensiert. Das kondensierte Heizmittel 343 wird wieder in die Drucksäule entspannt, vorzugsweise an der Stelle seiner Entnahme über Leitung 330 oder etwas höher.

[0043] Mindestens ein Teil der für die Verdichtung des angewärmten Heizmittels 331 benötigten Energie wird durch die bei der arbeitsleistenden Entspannung 336 erzeugte mechanische Energie gebildet; vorzugsweise werden dazu die Entspannungsmaschine 336 und der Verdichter 332 mechanisch gekoppelt.

[0044] In dem in der Zeichnung dargestellten Beispiel liegen die Entnahmestellen der arbeitsleistend zu entspannenden Zwischenfraktion und des Heizmittels auf

derselben Höhe, und zwar auf derjenigen des Abzugs der sauerstoffangereicherten Fraktion 13. Sie könnten ebenso auf verschiedenen Höhen liegen, beispielsweise ist es möglich beide an verschiedenen Stellen oberhalb der Entnahme der sauerstoffangereicherten Fraktion 13 anzuordnen. Dadurch verschieben sich auch die Einspeisestellen in Niederdrucksäule und Drucksäule.

[0045] Das in Figur 4 schematisch dargestellte Verfahren dient zur Gewinnung von gasförmigem Sauerstoff unter erhöhtem Druck durch Innenverdichtung. Dazu wird flüssiger Sauerstoff 423 aus der Niederdrucksäule 7 in einer Pumpe 452 auf einen erhöhten Druck von beispielsweise 9 bar gebracht. Die Flüssigkeit 453 wird unter dem hohen Druck dem Hauptwärmetauscher 4 zugeführt und dort verdampft und angewärmt. Über Leitung 422 wird das gasförmige Druckprodukt abgezogen.

[0046] Als Heizfluid für die Verdampfung des flüssigen Sauerstoffs 453 dient eine Zwischenfraktion, die über Leitung 430 gasförmig von einer Zwischenstelle (alternativ: vom Kopf) der Drucksäule 6 entnommen, und im Hauptwärmetauscher 4 angewärmt wird. Das angewärmte Heizfluid 431 wird in einem mittels externer Energie angetriebenen Verdichter 432 auf beispielsweise 20 bar komprimiert und nach Nachkühlung 433 wieder dem Hauptwärmetauscher 4 zugeführt (Leitung 454). Dort wird es abgekühlt und mindestens teilweise kondensiert. Das kondensierte Heizfluid 455 wird wieder in die Drucksäule eingedrosselt, vorzugsweise an der Stelle seiner Entnahme über Leitung 430 oder etwas höher. Ein Teil 434 der im Verdichter 432 komprimierten Zwischenfraktion 430/431 aus der Drucksäule kann für die Kältengewinnung eingesetzt werden, indem er bei einer Zwischentemperatur aus dem Hauptwärmetauscher entnommen (Leitung 35) und einer Entspannungsmaschine 36 zugeführt wird. Die arbeitsleistend entspannte Fraktion wird über Leitung 37 stromabwärts der arbeitsleistenden Entspannung 36 der Niederdrucksäule 7 an einer Zwischenstelle zugeführt. Alternativ dazu kann sie über die gestrichelt dargestellte Leitung 451 in die Drucksäule 6 zurückgeleitet werden.

[0047] Die Varianten der Figuren 3 und 4 können mit der Krypton-/Xenon-Gewinnung nach Figur 2 kombiniert werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Tieftemperaturzerlegung von Luft, bei dem verdichtete und vorgereinigte Einsatzluft (3, 5) in ein Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung eingeleitet wird, das eine Drucksäule (6) aufweist, wobei mindestens ein Teil der verdichteten und vorgereinigten Einsatzluft der Drucksäule (6) zugespeist (5) wird, eine sauerstoffangereicherte Fraktion (13) der Drucksäule (6) entnommen und einem weiteren Arbeitsschritt (7) innerhalb des Rektifiziersystems zugeleitet (14) wird, die sau-

- erstoffangereicherte Fraktion (13) mindestens einen theoretischen oder praktischen Boden (15) oberhalb der Stelle entnommen wird, an der verdichtete und vorgereinigte Einsatzluft (5) der Drucksäule zugespeist wird, und wobei vom Sumpf der Drucksäule (6) eine Spülfraktion (16) flüssig abgeführt, in flüssigem Zustand einer Reinigungsstufe (17) zugeführt, in der N_2O entfernt wird, und als gereinigte Spülfraktion (18) der Reinigungsstufe (17) entnommen wird. 5
2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem N_2O in der Reinigungsstufe (17) durch physikalische Adsorption aus der Spülfraktion (16) entfernt wird. 10
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, bei dem die Spülfraktion in der Reinigungsstufe durch indirekten Wärmeaustausch verdampft wird, wobei bei der Verdampfung N_2O als Feststoff und/oder Flüssigkeit ausfällt. 15
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, bei dem N_2O in der Reinigungsstufe durch Gegenstrom-Stoffaustausch aus der Spülfraktion entfernt wird. 20
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, bei dem die gereinigte Spülfraktion (18) mindestens teilweise einem System (202) zur Gewinnung von Krypton und/oder Xenon zugeführt wird. 25
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, bei dem die gesamte Einsatzluft (1, 3, 5), die in dem Rektifiziersystem zerlegt wird, in die Drucksäule (6) eingeleitet wird. 30
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, bei dem der Drucksäule (6) eine Zwischenfraktion (30; 340; 430) mindestens einen theoretischen oder praktischen Boden oberhalb der Stelle entnommen wird, an der verdichtete und vorgereinigte Einsatzluft zugespeist (5) wird, und diese Zwischenfraktion (30, 31, 34, 35; 340, 342, 335; 430, 431, 434, 35) arbeitsleistend entspannt (36; 336) wird. 35
8. Verfahren nach Anspruch 7, bei dem die Zwischenfraktion stromaufwärts der arbeitsleistenden Entspannung (336) in flüssigem Zustand aus der Drucksäule (6) abgezogen (340), im flüssigen Zustand einer Druckerhöhung (341) unterworfen, durch indirekten Wärmeaustausch (4) verdampft und angewärmt wird. 40
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, bei dem ein Produktstrom (423) flüssigem Zustand auf Druck gebracht (452), gegen ein unter hohem Druck stehendes Heizfluid (454) verdampft und als Druckprodukt (422) abgeführt wird, wobei als Heizfluid eine Gasfraktion (430, 431, 454) eingesetzt wird, die der Drucksäule (6) mindestens einen theoretischen oder praktischen Boden oberhalb der Stelle entnommen (430) wird, an der verdichtete und vorgereinigte Einsatzluft zugespeist (5) wird. 45
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, bei dem ein Teil der Sumpfflüssigkeit der Drucksäule verdampft und das dabei entstandene Gas in die Drucksäule zurückgeleitet wird. 50
11. Vorrichtung zur Tieftemperaturzerlegung von Luft mit einem Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung, das mindestens eine Drucksäule (6) aufweist, mit einer Einsatzleitung (1, 3, 5) zur Einleitung von verdichteter und vorgereinigter Einsatzluft in die Drucksäule (6), mit einer Rohsauerstoffleitung (13, 14) für eine sauerstoffangereicherte Fraktion, die einerseits mit der Drucksäule (6) und andererseits mit einer weiteren Vorrichtung (7) innerhalb des dem Rektifiziersystems zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung verbunden ist, mit einer Spülflüssigkeitsleitung (16), die mit dem Sumpf der Drucksäule (6) und mit einer Reinigungseinrichtung (17) zur Entfernung von N_2O verbunden ist, und mit einem Stoffaustauschabschnitt (15) im Umfang mindestens eines theoretischen oder praktischen Bodens, der in der Drucksäule (6) zwischen der Rohsauerstoffleitung (13) und dem Sumpf angeordnet ist. 55
12. Vorrichtung nach Anspruch 11, bei der die Drucksäule durch zwei voneinander getrennte Abschnitte realisiert ist, der erste Abschnitt (Vorsäule) mit der Einsatzluftleitung und der Spülflüssigkeitsleitung verbunden ist und mindestens einen Teil des Stoffaustauschabschnitts zwischen Rohsauerstoffleitung und Sumpf der Drucksäule enthält, wobei eine Gasleitung den Kopf des ersten Abschnitts mit dem unteren Bereich des zweiten Abschnitts (Hauptsäule) verbindet und der zweite Abschnitt mit der Rohsauerstoffleitung verbunden ist.

45 Claims

1. Process for the low-temperature fractionation of air in which compressed and prepurified feed air (3, 5) is introduced into a rectification system for nitrogen-oxygen separation, which system has a pressure column (6), where at least a part of the compressed and prepurified feed air is fed (5) to the pressure column (6), an oxygen-enriched fraction (13) is taken off from the pressure column (6) and passed (14) to a further working step (7) within the rectification system, the oxygen-enriched fraction (13) is taken off at least one theoretical or actual plate (15) above the point at which the compressed and prepurified

feed air (5) is fed to the pressure column, and where a purge fraction (16) is removed in the liquid state from the bottom of the pressure column (6), fed in the liquid state to a purification stage (17) where N_2O is removed and is taken off as purified purge fraction (18) from the purification stage (17).

2. Process according to Claim 1, in which N_2O is removed from the purge fraction (16) in the purification stage (17) by physical adsorption.
3. Process according to Claim 1 or 2, in which the purge fraction is evaporated by indirect heat exchange in the purification stage, N_2O precipitating out as solid and/or liquid in the evaporation.
4. Process according to one of Claims 1 to 3, in which N_2O is removed from the purge fraction in the purification stage by countercurrent mass transfer.
5. Process according to one of Claims 1 to 4, in which the purified purge fraction (18) is fed at least in part to a system (202) for producing krypton and/or xenon.
6. Process according to one of Claims 1 to 5, in which the entire feed air (1, 3, 5) which is fractionated in the rectification system is introduced into the pressure column (6).
7. Process according to one of Claims 1 to 6, in which an intermediate fraction (30; 340; 430) is taken off from the pressure column (6) at least one theoretical or actual plate above the point at which the compressed and prepurified feed air is fed (5), and this intermediate fraction (30, 31, 34, 35; 340, 342, 335; 430, 431, 434, 35) is work-expanded (36; 336).
8. Process according to Claim 7, in which the intermediate fraction is taken off (340) from the pressure column (6) in the liquid state upstream of the work expansion (336), subjected in the liquid state to a pressure increase (341), vaporized and warmed by indirect heat exchange (4).
9. Process according to one of Claims 1 to 8, in which a product stream (423) is brought (452) in the liquid state to pressure, vaporized against a heating fluid (454) under high pressure and removed as pressurized product (422), with the heating fluid used being a gas fraction (430, 431, 454) which is taken off (430) from the pressure column (6) at least one theoretical or actual plate above the point at which the compressed and prepurified feed air is fed (5).
10. Process according to one of Claims 1 to 9, in which a part of the bottom liquid of the pressure column is vaporized and the resultant gas is passed back to

the pressure column.

11. Apparatus for the low-temperature fractionation of air having a rectification system for nitrogen-oxygen separation which has at least one pressure column (6) having a feed line (1, 3, 5) for introducing compressed and prepurified feed air into the pressure column (6), having a crude oxygen line (13, 14) for an oxygen-enriched fraction which is connected at one end to the pressure column (6) and at the other to a further apparatus (7) within the rectification system for nitrogen-oxygen separation, having a purge liquid line (16) which is connected to the bottom of the pressure column (6) and to a purification device (17) for removing N_2O , and having a mass transfer section (15) which is at least one theoretical or actual plate in scope and is disposed in the pressure column (6) between the crude oxygen line (13) and the bottom.
12. Apparatus according to Claim 11, in which the pressure column is implemented by two sections which are separate from one another, the first section (pre-column) is connected to the feed air line and the purge liquid line and comprises at least a part of the mass-transfer section between crude oxygen line and bottom of the pressure column, with a gas line connecting the top of the first section to the lower region of the second section (main column) and the second section being connected to the crude oxygen line.

Revendications

1. Procédé de fractionnement d'air à basse température, lors duquel on introduit, en vue de la séparation azote-oxygène, l'air de charge comprimé et pré-purifié (3, 5) dans un système de rectification, qui présente une colonne sous pression (6), une partie au moins de l'air de charge comprimé et pré-purifié étant alimentée (5) à la colonne sous pression (6), une fraction enrichie d'oxygène (13) étant prélevée de la colonne sous pression (6) et acheminée (14) dans une étape de travail supplémentaire (7) au sein du système de rectification, la fraction enrichie d'oxygène (13) étant prélevée au moins un plateau théorique ou pratique (15) au-dessus du point où l'air de charge comprimé et pré-purifié (5) est alimenté à la colonne sous pression, et une fraction de purge (16) étant évacuée sous forme liquide du puits de la colonne sous pression (6), étant acheminée à l'état liquide à une étape de purification (17), dans laquelle le N_2O est éliminé, et étant prélevée de l'étape de purification (17) en tant que fraction de purge purifiée (18).
2. Procédé selon la revendication 1, lors duquel le

N₂O est éliminé dans l'étape de purification (17) par adsorption physique hors de la fraction de purge (16).

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, lors duquel la fraction de purge est évaporée dans l'étape de purification par échange thermique indirect, du N₂O se formant en tant que matière solide et/ou liquide lors de l'évaporation. 5
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, lors duquel le N₂O est éliminé de la fraction de purge dans l'étape de purification par échange de substances à contre-courant. 10
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, lors duquel la fraction de purge purifiée (18) est acheminée au moins en partie à un système (202) en vue de l'obtention de krypton et/ou de xénon. 15 20
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, lors duquel l'air de charge tout entier (1, 3, 5), qui est fractionné dans le système de rectification, est introduit dans la colonne sous pression (6). 25
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, lors duquel on prélève de la colonne sous pression (6) une fraction intermédiaire (30 ; 340; 430) à au moins un plateau théorique ou pratique au-dessus du point où l'air de charge comprimé et pré-purifié (5) est alimenté (5), et lors duquel cette fraction intermédiaire (30, 31, 34, 35; 340, 342, 335 ; 430, 431, 434, 35) est détendue (36; 336) en fournissant du travail. 30 35
8. Procédé selon la revendication 7, lors duquel la fraction intermédiaire est extraite (340) de la colonne sous pression (6) à l'état liquide en amont de la détente fournissant du travail (336), est soumise, à l'état liquide, à une augmentation de pression (341), est évaporée par échange thermique indirect (4) et est échauffée. 40
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, lors duquel un courant de produit (423) à l'état liquide est mis sous pression (452), est évaporé à contre-courant d'un fluide de chauffage sous pression élevée (454) et est évacué en tant que produit sous pression (422), une fraction de gaz (430, 431, 454) étant utilisée en tant que fluide de chauffage, laquelle fraction est prélevée (430) de la colonne sous pression (6) au moins un plateau théorique ou pratique au-dessus du point, où l'air de charge comprimé et pré-purifié est alimenté (5). 45 50 55
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, lors duquel une partie du fluide de puits de la

colonne sous pression s'évapore et le gaz ainsi formé est reconduit dans la colonne sous pression.

11. Dispositif de fractionnement d'air à basse température à l'aide d'un système de rectification en vue de la séparation azote-oxygène, qui présente au moins une colonne sous pression (6), avec un conduit de charge (1, 3, 5) en vue de l'introduction d'air de charge comprimé et pré-purifié dans la colonne sous pression (6), avec un conduit d'oxygène brut (13, 14) pour une fraction enrichie en oxygène, qui est raccordé, d'une part, à la colonne sous pression (6) et, d'autre part, à un dispositif supplémentaire (7) au sein du système de rectification en vue de la séparation azote-oxygène, avec un conduit de fluide de purge (16), qui est raccordé au puits de la colonne sous pression (6) et à un équipement de purification (17) en vue de l'élimination de N₂O, et avec un tronçon d'échange de substances (15) dans le voisinage d'au moins un plateau théorique ou pratique, qui est disposé dans la colonne sous pression (6) entre le conduit d'oxygène brut (13) et le puits. 11.
12. Dispositif selon la revendication 11, pour lequel la colonne sous pression est réalisée par deux tronçons séparés l'un de l'autre, le premier tronçon (colonne préalable) étant raccordé au conduit d'air de charge et au conduit de fluide de purge et contenant au moins une partie du tronçon d'échange de substances entre le conduit d'oxygène brut et le puits de la colonne sous pression, un conduit de gaz reliant la tête du premier tronçon au domaine inférieur du deuxième tronçon (colonne principale) et le deuxième tronçon étant raccordé au conduit d'oxygène brut. 12.

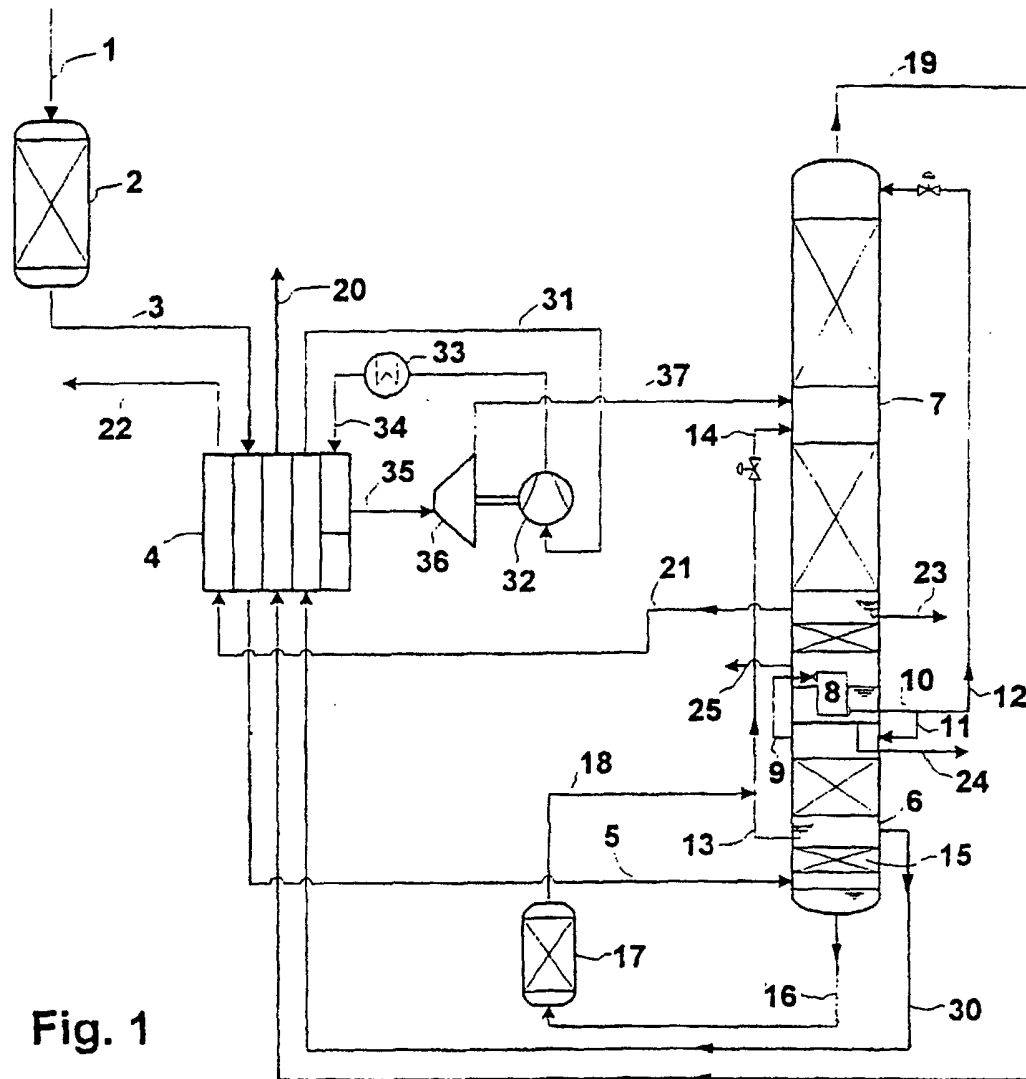


Fig. 1

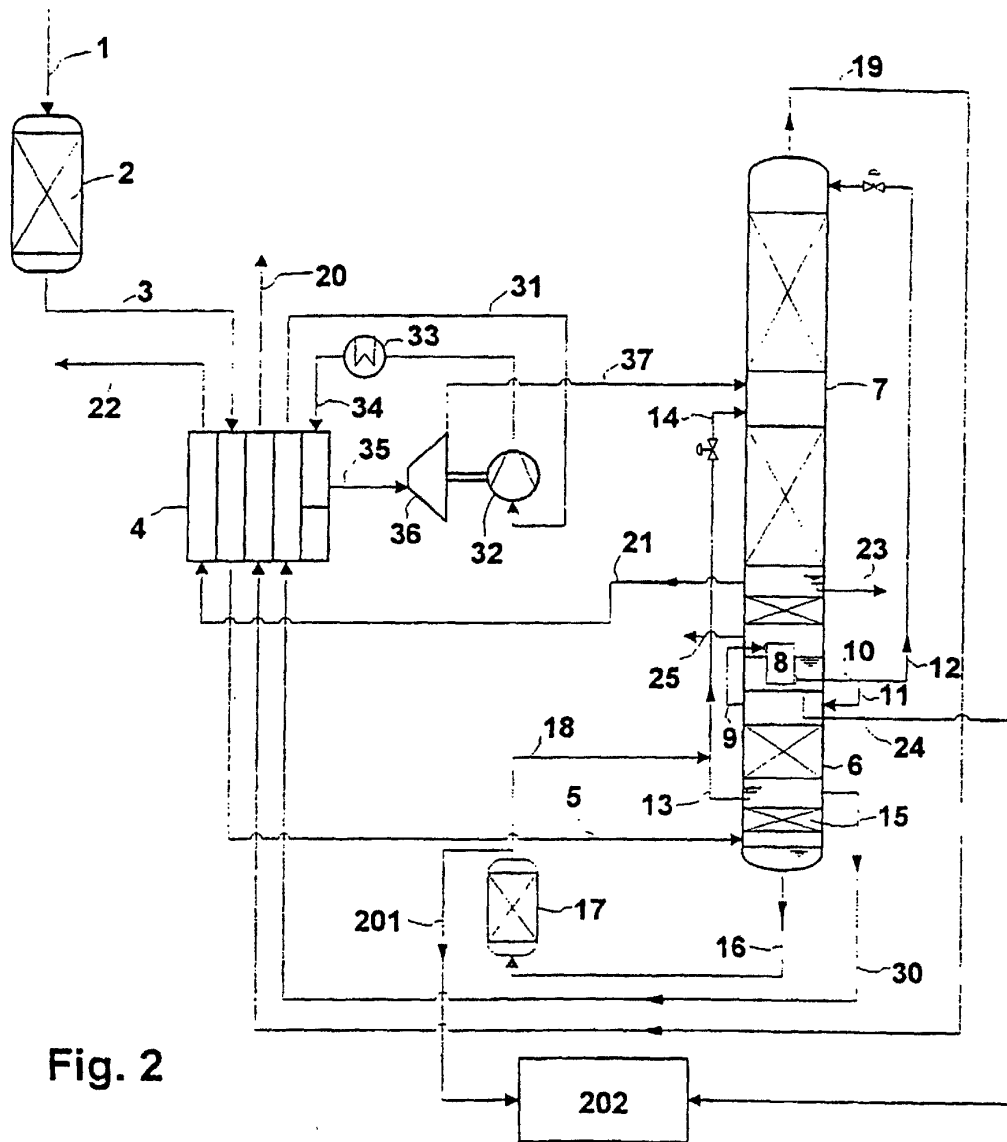


Fig. 2

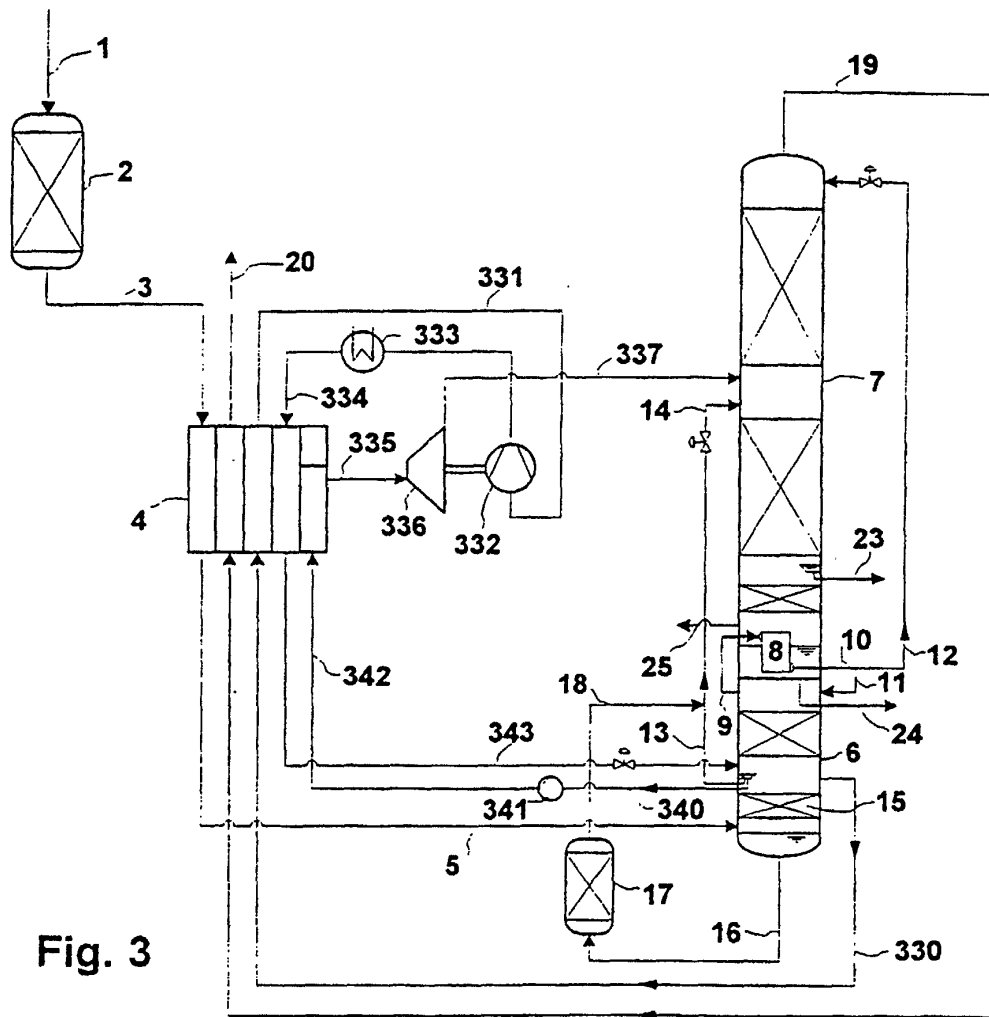


Fig. 3

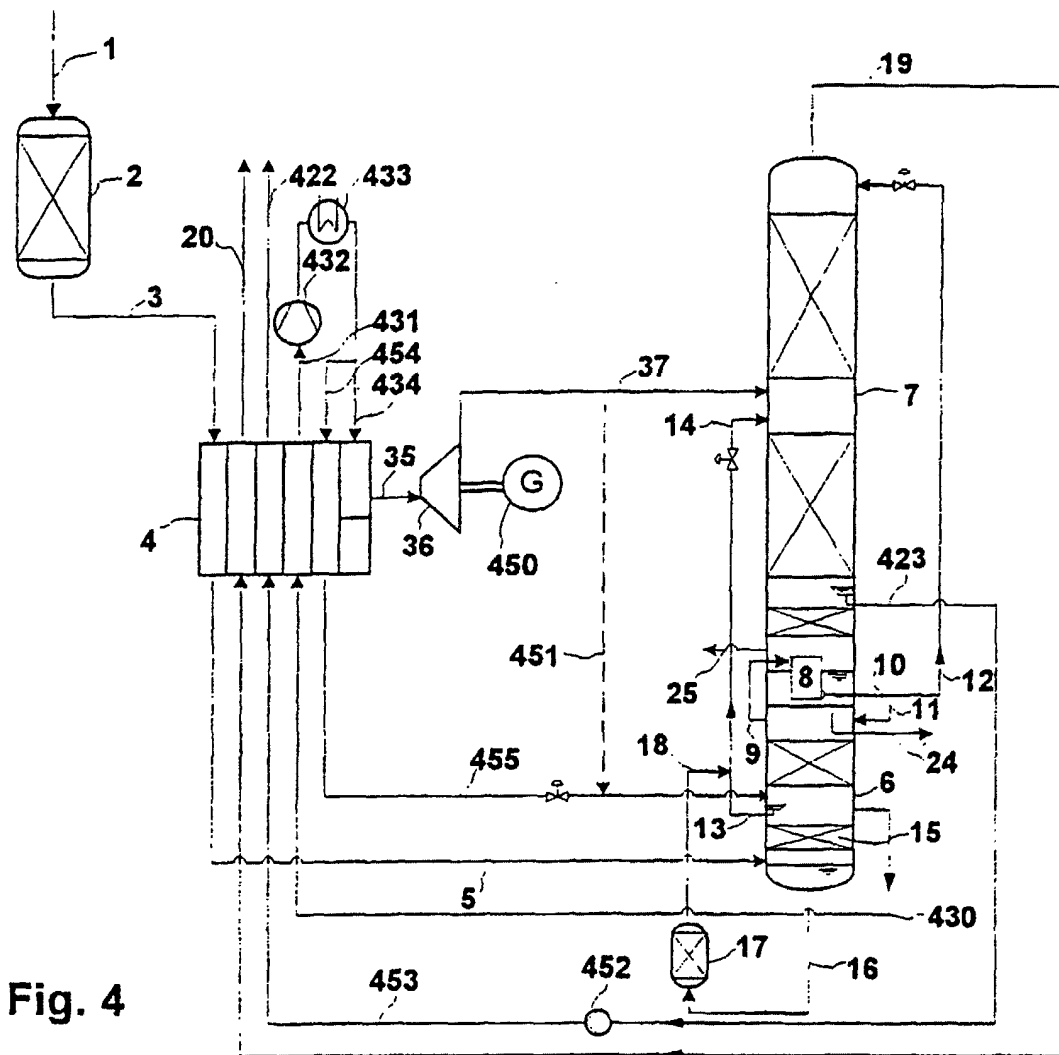


Fig. 4