

(19)



(11)

EP 2 312 247 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
20.04.2011 Patentblatt 2011/16

(51) Int Cl.:
F25J 3/04 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: **10013337.0**

(22) Anmeldetag: **05.10.2010**

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

(71) Anmelder: **Linde AG**
80331 München (DE)

(72) Erfinder: **Alekseev, Alexander**
82515 Wolfratshausen (DE)

(30) Priorität: **09.10.2009 EP 09012802**

(54) **Verfahren und Vorrichtung zur Gewinnung von flüssigem Stickstoff durch Tieftemperatur-Luftzerlegung**

(57) Das Verfahren und die Vorrichtung dienen zur Gewinnung von flüssigem Stickstoff durch Tieftemperatur-Luftzerlegung in einem Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung, das eine Hochdrucksäule (28), eine Niederdrucksäule (30) und einen Hochdrucksäulen-Kopfcondensator (29) aufweist, der als Kondensator-Verdampfer ausgebildet ist und einen Verflüssigungsraum und einen Verdampfungsraum aufweist. Einsatzluft (1) wird in einem Hauptluftverdichter (3) auf einen ersten Druck verdichtet und anschließend gereinigt (5). Ein Drosselstrom (21), der durch einen Teil der gereinigten Einsatzluft (6) gebildet wird, wird unter einem zweiten Druck, der höher als der erste Druck ist, in einem Hauptwärmetauscher (19) verflüssigt oder pseudo-verflüssigt. Der verflüssigte oder pseudo-verflüssigte Drosselstrom (21) wird entspannt (32) und anschließend in das Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung eingeleitet. Mindestens ein Teil (35) des Kopfgases (34) der Hochdrucksäule (28) wird in den Verflüssigungsraum des Hochdrucksäulen-Kopf-

kondensators (2) eingeleitet und dort mindestens teilweise verflüssigt. In der Niederdrucksäule (30) wird ein Stickstoffprodukt (46) erzeugt und mindestens zum Teil als Flüssigprodukt (51) abgeführt. Mindestens ein Teil des entspannten Drosselstroms wird als Kältemittelstrom (33,233,270) in den Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators (29) eingeleitet. Das Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung weist außerdem einen Niederdrucksäulen-Kopfcondensator (31) auf, der als Kondensator-Verdampfer ausgebildet ist und einen Verflüssigungsraum und einen Verdampfungsraum aufweist. Mindestens ein Teil des Kopfstickstoffs (46) der Niederdrucksäule (30) wird in den Verflüssigungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators (31) eingeleitet und dort mindestens teilweise verflüssigt. Eine sauerstoffangereicherte Flüssigkeit (80) aus dem unteren Bereich der Niederdrucksäule (30) wird in den Verdampfungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators (31) eingeleitet und dort mindestens teilweise verdampft.

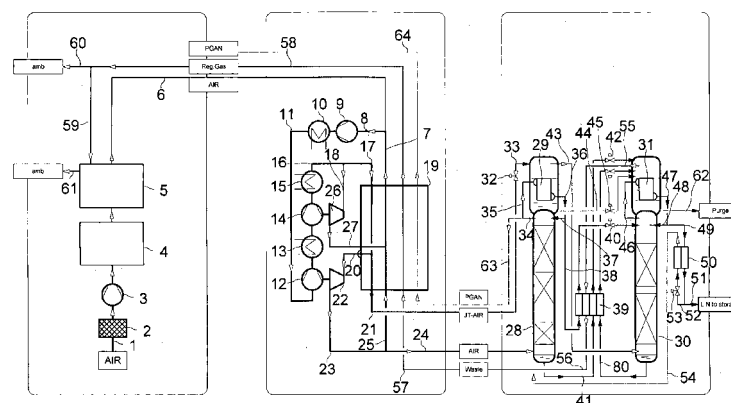


Fig. 1

EP 2 312 247 A1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

[0002] Der "erste Druck", bei dem die Einsatzluft gereinigt wird, beträgt beispielsweise 5 bis 12 bar, vorzugsweise 5,5 bis 7,0 bar. Er ist etwa gleich dem Betriebsdruck der Hochdrucksäule oder liegt etwas darüber.

[0003] Der "zweite Druck" liegt deutlich über dem ersten Druck. Er beträgt beispielsweise mindestens 50 bar, insbesondere 50 bis 80 bar, vorzugsweise 55 bis 70 bar.

[0004] Der "Hauptwärmetauscher" kann aus einem oder mehreren parallel und/oder seriell verbundenen Wärmetauscherabschnitten gebildet sein, zum Beispiel aus einem oder mehreren Plattenwärmetauscher-Blöcken.

[0005] Das "Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung" weist genau zwei Destilliersäulen auf, nämlich eine Hochdrucksäule und eine Niederdrucksäule (30). Weitere Destilliersäulen zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung existieren in dem System nicht. Weitere Destilliersäulen für andere Trennaufgaben, beispielsweise zur Edelgasgewinnung können grundsätzlich vorgesehen sein. Vorzugsweise betrifft die Erfindung jedoch Verfahren und Vorrichtungen, die außer der Hochdrucksäule und der Niederdrucksäule überhaupt keine weiteren Trennsäulen aufweisen.

[0006] Außerdem umfasst das "Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung" auch einen einzigen Hochdrucksäulen-Kopfcondensator zur Verflüssigung von Kopfgas der Hochdrucksäule, der als Kondensator-Verdampfer ausgebildet ist und einen Verflüssigungsraum und einen einzigen Verdampfungsraum aufweist. Bei dem Verfahren und der Vorrichtung werden also keine weiteren Kondensatoren zur Verflüssigung von Kopfgas der Hochdrucksäule eingesetzt. Der Hochdrucksäulen-Kopfcondensator weist nur einen einzigen Verdampfungsraum auf, das heißt alle Teile des Verdampfungsraums stehen miteinander in Kommunikation. Der Hochdrucksäulen-Kopfcondensator wird insbesondere nicht mit mehreren Kühlmedien verschiedener Zusammensetzung betrieben, sondern vorzugsweise nur mit einem einzigen Kühlmedium. Im Regelfall weist der Hochdrucksäulen-Kopfcondensator auch nur einen einzigen Verflüssigungsraum auf, in dem mindestens ein Teil des Kopfgases der Hochdrucksäule verflüssigt wird.

[0007] Der "Drosselstrom" wird in dem Hauptwärmetauscher durch indirekten Wärmeaustausch abgekühlt und verflüssigt oder - bei überkritischem Druck - pseudoverflüssigt. Die Entspannung des Drosselstroms vor seiner Einleitung in das Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung wird üblicherweise in einem Drosselventil durchgeführt; alternativ kann eine arbeitsteilende Entspannung in einer Flüssigturbine vorgenommen werden. Bei der Entspannung des Drosselstroms entsteht ein Zwei-Phasen-Gemisch, das überwiegend aus Flüssigkeit besteht.

[0008] Derartige Flüssigstickstoffverfahren, bei denen Kälte in einem Hauptwärmetauscher auf einen unter sehr hohem Druck stehenden Luftstrom (den "Drosselstrom") übertragen wird, sind aus EP 316768 A2 (Figur 1), US 5660059 oder DE 102004046344 bekannt. Alle diese Verfahren weisen ein konventionelles Zwei-Säulen-System auf, bei denen der Hochdrucksäulen-Kopfcondensator (Hauptkondensator) durch die Sumpfflüssigkeit der Niederdrucksäule gekühlt wird.

[0009] Nachteil dieser bekannten Verfahren ist die hohe Vorverflüssigung der in das Destilliersäulen-System eingeleiteten Luft. Dies führt zu einer verminderten Trennleistung und damit zu einem relativ hohen Energieverbrauch des Systems.

[0010] Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art und eine entsprechende Vorrichtung anzugeben, die einen besonders geringen Energieverbrauch aufweisen. Dabei soll der apparative Aufwand in Grenzen gehalten werden.

[0011] Diese Aufgabe wird durch die Merkmale des kennzeichnenden Teils des Patentanspruchs 1 gelöst, also durch ein Verfahren, bei dem die klassische Doppelsäule durch zwei Säulen ersetzt wird, die beide einen Kopfcondensator aufweisen. Dabei wird der entspannte Drosselstrom mindestens teilweise in den Hochdrucksäulen-Kopfcondensator eingeleitet und bewirkt dort die Erzeugung von flüssigem Stickstoff, der als Rücklauf auf die Hochdrucksäule und/oder die Niederdrucksäule abgegeben und/oder direkt als Druckflüssigprodukt gewonnen werden kann. Auf diese Weise wird die in dem Drosselstrom enthaltene Kälte besonders effizient eingesetzt und es ergibt sich ein besonders niedriger Energieverbrauch.

[0012] Derartige Säulensysteme sind zwar an sich bekannt, zum Beispiel aus US 6499312. Bei diesen bekannten Verfahren wird der Hochdrucksäulen-Kopfcondensator aber nicht mit einem Drosselluftstrom gekühlt, sondern mit Sumpfflüssigkeit aus der Hochdrucksäule. Demgegenüber weist die Erfindung den Vorteil auf, dass eine Fraktion mit konstanter Zusammensetzung (und damit konstanter Siedetemperatur) auf der Verdampfungsseite des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators eingesetzt wird. Insbesondere bei wechselnder Last (Unterlast/Überlast) ergibt sich damit ein besonders stabiler Betrieb der Kolonnen. Auch wenn sich bei einer Laständerung die Zusammensetzung der Fraktionen in den Säulen ändert, bleibt die Kopftemperatur der Hochdrucksäule konstant und die Betriebsdrücke der Säulen müssen nicht nachreguliert werden. Außerdem siedet die Flüssiglufte aus dem Drosselstrom (ca. 21 mol-% Sauerstoffgehalt) bei niedrigerer Temperatur als die Sumpfflüssigkeit der Hochdrucksäule (minimal 32 mol-%, in der Regel 36 bis 40 mol-% Sauerstoffgehalt; damit kann der Betriebsdruck der Hochdrucksäule bei der Erfindung relativ niedrig gehalten werden und das Verfahren arbeitet energetisch besonders günstig.

[0013] Der entspannte Drosselstrom kann dabei direkt

oder indirekt in den Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators eingespeist werden.

[0014] Im ersten Fall wird der Kältemittelstrom unmittelbar stromabwärts der Entspannung des Drosselstroms direkt in den Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators eingeleitet wird. Der Kältemittelstrom kann dabei durch den gesamten Drosselstrom gebildet werden oder durch einen Teil, der unmittelbar nach der Entspannung abgezweigt wird.

[0015] Alternativ oder zusätzlich wird mindestens ein Teil des entspannten Drosselstroms einer Phasentrennung unterworfen, und der Kältemittelstrom wird durch mindestens einen Teil der Flüssigphase aus der Phasentrennung gebildet. Vorzugsweise wird die Phasentrennung an einer Zwischenstelle der Hochdrucksäule vorgenommen wird. Hierbei wird der Drosselstrom (oder ein Teil davon) an einer Zwischenstelle in die Hochdrucksäule eingeleitet und der Kältemittelstrom aus einer an dieser Zwischenstelle angeordneten Auffangeinrichtung für Flüssigkeit (zum Beispiel Tasse) wieder entnommen. Die Zwischenstelle befindet sich beispielsweise unmittelbar oberhalb des sechsten bis zwölften, vorzugsweise des achten bis elften theoretischen Bodens von unten bei einem Gesamtumfang von beispielsweise 40 bis 90, vorzugsweise 40 bis 60 theoretischen Böden in der Hochdrucksäule (je nach gewünschter Produktreinheit).

[0016] Vorzugsweise wird die für die Produktverflüssigung benötigte Kälte in einem Zwei-Turbinen-Luftkreislauf erzeugt, wie er in Patentanspruch 4 beschrieben ist. Die beiden Entspannungsmaschinen werden im Regelfall durch Expansionsturbinen gebildet. Sie weisen vorzugsweise denselben Eintrittsdruck (auf dem Niveau des Zwischendrucks oder darüber) und/oder denselben Austrittsdruck (auf dem Niveau des ersten Drucks) auf.

[0017] Es ist günstig, wenn die in den Entspannungsmaschinen erzeugte mechanische Energie durch mechanische Kopplung an zwei serielle Nachverdichter übertragen wird, in denen ein Teil der Luft von dem Zwischendruck auf den Hochdruck weiterverdichtet wird, wie es Gegenstand des Patentanspruchs 5 ist. Der Hochdruckstrom kann dann als Drosselstrom genutzt werden; alternativ oder zusätzlich werden die beiden Turbinenströme durch den Hochdruckstrom gebildet; in diesem Fall kann die Kälteerzeugung und damit die Flüssigkeitsproduktion weiter erhöht werden, ohne dass Energie von außen zugeführt werden muss.

[0018] In einer bevorzugten Ausführungsform wird dass die gesamte im Hochdrucksäulen-Kopfcondensator eingesetzte Kälte durch den Kältemittelstrom zur Verfügung gestellt. Der aus dem Drosselstrom gebildete Kältemittelstrom stellt also den einzigen Einsatzstrom für den Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators dar.

[0019] Außerdem kann der im Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators erzeugte Dampf in die Niederdrucksäule eingeleitet werden, insbesondere an deren Sumpf. Er dient dort als aufsteigender Dampf, vorzugsweise bildet er den gesamten in der

Niederdrucksäule aufsteigenden Dampf.

[0020] In einer besonderen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens weisen weder die Hochdrucksäule noch die Niederdrucksäule einen Aufkocher zur Erzeugung von aufsteigendem Dampf aus Flüssigkeit der entsprechenden Säule auf.

[0021] Ferner ist es günstig, wenn im Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators nur eine teilweise Verdampfung durchgeführt wird und die flüssig verbliebene Fraktion in den Verdampfungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators eingeleitet wird. Von letzterem kann eine kleine Spülmenge flüssig abgezogen werden.

[0022] Mindestens ein Teil der im Verflüssigungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators gewonnenen Flüssigkeit kann in die Niederdrucksäule eingeleitet und dort weiter getrennt werden.

[0023] Ein flüssiger Rohsauerstoffstrom vom Sumpf der Hochdrucksäule wird vorzugsweise in die Niederdrucksäule eingeleitet.

[0024] Zusätzlich zum Drosselstrom wird ein Zerlegungsluftstrom, der durch einen anderen Teil der gereinigten Einsatzluft gebildet wird, in gasförmigem Zustand in die Hochdrucksäule eingeleitet, insbesondere an deren Sumpf. Der Zerlegungsluftstrom kann durch einen Teil der beiden Turbinenströme stromabwärts der arbeitsleistenden Entspannung gebildet werden.

[0025] Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden vorzugsweise mindestens 50 mol-%, insbesondere 50 bis 60 mol-% der Gesamtmenge der in das Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung eingeführten Einsatzluft in flüssigem Zustand in das Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung eingeleitet.

[0026] Die Erfindung betrifft außerdem eine zur Gewinnung von flüssigem Stickstoff durch Tieftemperatur-Luftzerlegung gemäß Patentanspruch 14.

[0027] Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden im Folgenden anhand von in den Zeichnungen schematisch dargestellten Ausführungsbeispielen näher erläutert. Hierbei zeigen:

- | | |
|-----------------|---|
| Figur 1 | ein erstes Ausführungsbeispiel eines erfindungsgemäßen Verfahrens, |
| Figur 2 | ein zweites Ausführungsbeispiel, bei dem nur das Destilliersäulen-System dargestellt ist, |
| Figur 3 | das Kältesystem des ersten Ausführungsbeispiels im Detail und |
| Figuren 4 bis 6 | weitere Varianten des Kältesystems. |

[0028] Figur 1 ist durch drei gestrichelte Rechtecke in die Verfahrensteile Vorbehandlung der Luft, Kältesystem und Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung unterteilt (von links nach rechts).

[0029] Die eintretende Luft 1 wird über ein Filter 2 einem Hauptluftverdichter 3 zugeführt und dort auf einen ersten Druck von 5,5 bis 7,0 bar verdichtet und in einer

Vorkühlungseinrichtung 4 wieder auf etwa Umgebungstemperatur abgekühlt, zum Beispiel durch indirektem Wärmeaustausch in einem Wärmetauscher oder durch direkten Wärmeaustausch in einem Direktkontaktkühler.

[0030] Die vorgekühlte Luft wird unter dem ersten Druck in einer Reinigungseinrichtung 5 gereinigt, die Molekularsieb-Adsorber enthält. Die gereinigte Luft 6 (AIR) wird dem Kältesystem zugeführt, das zur Abkühlung der Einsatzluft und zur Erzeugung von Verflüssigungskälte dient. Dort wird die gereinigte Einsatzluft 6 zunächst mindestens teilweise mit einem Rückführstrom 7 zu einem Kreislaufstrom 8 vermischt. Der Kreislaufstrom 8 wird in einem Kreislaufverdichter 9 mit Nachkühler 10 weiter auf einen Zwischendruck von 30 bis 40 bar verdichtet. Die gesamte Zwischendruckluft 11 wird in zwei seriell verbundenen Nachverdichtern 12, 14 weiter auf einen Hochdruck von mindestens 50 bar, insbesondere zwischen 50 und 80 bar, vorzugsweise auf 55 bis 70 bar verdichtet. Den Nachverdichtern 12, 14 folgt jeweils ein Nachkühler 13, 15.

[0031] Die Hochdruckluft 16 wird in zwei Teilströme 17, 18 aufgeteilt. Der erste Teilstrom 17 umfasst einen Drosselstrom und einen ersten Turbinenstrom, die gemeinsam in das warme Ende eines Hauptwärmetauschers 19 eintreten und auf eine erste Zwischentemperatur abgekühlt werden, die zwischen Umgebungstemperatur und Taupunkt der Luft liegt. Bei dieser Zwischentemperatur wird der erste Turbinenstrom 20 aus dem ersten Teilstrom abgezweigt. Der Rest wird weiter bis zum kalten Ende im Hauptwärmetauscher abgekühlt und pseudo-verflüssigt und bildet den Drosselstrom 21, der etwas mehr als die Hälfte der Gesamtluftmenge 1 umfasst. Der erste Turbinenstrom 20 wird in einer ersten (kalten) Turbine 22 arbeitsleistend auf etwa den ersten Druck und auf eine Temperatur entspannt, die wenige Grad über der Tautemperatur liegt. Der entspannte erste Turbinenstrom 23 ist vollständig oder im Wesentlichen vollständig gasförmig und bildet zu einem ersten Teil einen gasförmigen Zerlegungsluftstrom 24. Der Rest 25 wird dem kalten Ende des Hauptwärmetauschers 19 zugeführt und wieder auf etwa Umgebungstemperatur angewärmt.

[0032] Der zweite Teilstrom der Hochdruckluft 16 bildet einen zweiten Turbinenstrom 18. Dieser wird von etwa Umgebungstemperatur und dem Hochdruck aus in einer zweiten (warmen) Turbine 26 arbeitsleistend entspannt, ebenfalls etwa auf den ersten Druck. Der entspannte zweite Turbinenstrom 27 tritt mit einer zweiten Zwischentemperatur wieder in den Hauptwärmetauscher 19 ein und wird dort mit dem Teil 25 des entspannten ersten Teilstroms 23 vereinigt, um den Rückführstrom 7 zu bilden und erneut dem Kreislaufverdichter 9 zugeführt zu werden.

[0033] Der gasförmige Zerlegungsluftstrom 24 (AIR) und der Drosselstrom 21 (JT-AIR) treten in das Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung ein, das eine Hochdrucksäule 28, einen Hochdrucksäulen-Kopfcondensator 29, eine Niederdrucksäule 30 und

einen Niederdrucksäulen-Kopfcondensator 31 aufweist. Der Betriebsdruck der Hochdrucksäule 28 liegt zwischen 5,5 und 7,0 bar. Der Zerlegungsluftstrom 24 wird gasförmig unmittelbar am Sumpf der Hochdrucksäule 28 eingespeist. Der Drosselstrom 21 wird in einem Drosselventil 32 auf einen Druck von unterhalb von 4 bar entspannt und vollständig als Kältemittelstrom 33 in den Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators eingeleitet.

[0034] Das Kopfgas 34 der Hochdrucksäule 28 besteht aus praktisch reinem Stickstoff und wird zu einem ersten Teil 35 (in einer molaren Menge, die etwas weniger als die Hälfte der eintretenden Luftmenge 1 beträgt) in den Verflüssigungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators 29 geführt und dort im Wesentlichen vollständig verflüssigt. In dem Hochdrucksäulen-Kopfcondensator erzeugte Flüssigkeit 36 wird zu einem ersten Teil 37 als Rücklauf auf die Hochdrucksäule 28 abgegeben. Der Rest 38 wird nach Abkühlung in einem Unterkühlungs-Gegenströmer 39 abgekühlt und über ein Drosselventil 40 als Rücklauf auf die Niederdrucksäule 30 aufgegeben, die bei einem Druck unterhalb von 4 bar betrieben wird. Die im Sumpf der Hochdrucksäule 28 anfallende Flüssigkeit wird als flüssiger Rohsauerstoffstrom 41 über den Unterkühlungs-Gegenströmer 39 und ein Drosselventil 42 in den Verdampfungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators 31 eingespeist.

[0035] Der Kältemittelstrom 33 wird im Hochdrucksäulen-Kopfcondensator fast vollständig verdampft, nur eine relativ kleine Menge, erforderlich zum Spülen und Regeln, wird flüssig entnommen. Der im Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators 29 erzeugte Dampf 43 wird direkt in den Sumpfbereich der Niederdrucksäule 30 eingeleitet. Die flüssig verbliebene Fraktion 44 aus dem Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators 29 wird über ein Drosselventil 45 in den Verdampfungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators 31 geführt.

[0036] Die sauerstoffangereicherte Flüssigkeit 80, die im Sumpf der Niederdrucksäule 30 anfällt, wird nach Unterkühlung im Unterkühlungs-Gegenströmer 39 und Drosselung ebenfalls in den Verdampfungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators 31 eingeleitet.

[0037] Der Kopfstickstoff 46 der Niederdrucksäule 30 wird in den Verflüssigungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators 31 geführt und dort im Wesentlichen vollständig verflüssigt. Die im Sumpf der Hochdrucksäule 28 anfallende Flüssigkeit wird als flüssiger Rohsauerstoffstrom 41 über den Unterkühlungs-Gegenströmer 39 und ein Drosselventil 42 in den Verdampfungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators 31 eingespeist, der unter einem Druck von 1,4 bis 1,6 bar steht.

[0038] Das kalte Gas aus dem Niederdrucksäulen-Kopfcondensator 31 wird zuerst durch den Unterkühlungs-Gegenströmer 39 geleitet und kühlt dabei die Flüssigkeiten. Danach strömt es über die Leitungen 56 und 57 zum Hauptwärmetauscher und kühlt dort die warmen Luftströme. Über Leitung 62 wird auch der Niederdruck-

säulen-Kopfcondensator 31 gespült, indem eine kleine Flüssigmenge (Purge) entnommen wird. Das Restgas 57/58 (Waste/Reg Gas) wird im Warmen direkt (60) oder indirekt (61) nach Verwendung als Regeneriergas 59 in der Reinigungseinrichtung 5 in die Umgebung (amb) abgegeben.

[0039] Die Flüssigkeit 47 aus dem Verflüssigungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators 31 wird zu einem ersten Teil 48 als Rücklauf auf die Niederdrucksäule 30 aufgegeben. Der Rest 49, 51 steht bei einem Druck von über 3 bar als flüssiges Stickstoffprodukt (LIN to storage) zur Verfügung und wird in einem nicht dargestellten Flüssigtank gespeichert. Durch Abdrosseln 53 einer kleinen Teilmenge 52 kann man den Flüssigstickstoff 49, 51 in einem Stickstoffunterkühler 50 unterkühlen. Der dabei verdampfte Stickstoff 54 wird mit dem Restgas 56 aus dem Niederdrucksäulen-Kopfcondensator 31 vermischt (Waste).

[0040] Eine kleine Menge des Kopfgases 35 der Hochdrucksäule 28 kann als Druckstickstoffprodukt 63, 64 gasförmig gewonnen werden. Diese Fraktion (PGAN) aus der Hochdrucksäule 28 wird ebenfalls durch den Hauptwärmetauscher 19 geführt und trägt dazu bei, die warmen Luftströme abzukühlen.

[0041] In Figur 2 wird der Drosselstrom 21 in dem Drosselventil 232 zunächst nur bis auf den Betriebsdruck der Hochdrucksäule 28 entspannt und dieser an einer Zwischenstelle zugeleitet. In der Hochdrucksäule findet eine Phasentrennung statt. Mindestens ein Teil des flüssigen Anteils des entspannten Drosselstroms wird dann als Kältemittelstrom 270, 233 nach entsprechender weiterer Drosselung 271 in den Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators eingeleitet. Der gasförmige Anteil des Drosselstroms 21 steht damit als aufsteigender Dampf in der Hochdrucksäule 28 zur Verfügung.

[0042] In den Figuren 3 bis 7 sind verschiedene Schaltungen des Kältesystems dargestellt, die jeweils mit jedem der in den Figuren 1 und 2 beschriebenen Destilliersäulen-Systeme kombiniert werden können.

[0043] Figur 3 stellt lediglich eine Ausschnittsvergrößerung der Figur 1 dar. Diese Variante hat den Vorteil, dass die warme Turbine 26 von einem besonders hohen Druck (dem Hochdruck, unter dem auch der Drosselstrom 21 steht) und entsprechend höherer Temperatur entspannt. Eine Vorkühlung des zweiten Turbinenstroms 18 im Hauptwärmetauscher 19 ist in diesem Fall nicht erforderlich. Man braucht keine Leitung vom Hauptwärmetauscher 19 zur warmen Turbine 26, der Wärmetauscher ist einfach und kostengünstig herzustellen.

[0044] In Figur 4 wird abweichend auch der zweite Turbinenstroms 18 im Hauptwärmetauscher 419 vorgekühlt.

[0045] In dem Ausführungsbeispiel der Figur 5 ist der Eintrittsdruck der zweiten (warmen) Turbine 26 niedriger und liegt auf dem Niveau des Zwischendrucks. Dazu wird der zweite Turbinenstrom 518 bereits stromaufwärts der beiden Nachverdichter 12, 14 aus dem auf den Zwischendruck verdichteten Kreislaufstrom 11 abgezweigt, im Hauptwärmetauscher 19 vorgekühlt und schließlich

der Turbine 26 zugeführt.

[0046] In Figur 6 wird der Hauptwärmetauscher 19 zusätzlich mit einer Kältemaschine 666 gekühlt. Eine solche Kältemaschine kann auch in der Variante der Figur 4 ergänzt werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Gewinnung von flüssigem Stickstoff durch Tieftemperatur-Luftzerlegung in einem Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung, das genau zwei Destilliersäulen aufweist, nämlich eine Hochdrucksäule (28), eine Niederdrucksäule (30), sowie einen einzigen Hochdrucksäulen-Kopfcondensator (29) zur Verflüssigung von Kopfgas (34) der Hochdrucksäule (28), der als Kondensator-Verdampfer ausgebildet ist und einen Verflüssigungsraum und einen einzigen Verdampfungsraum aufweist, wobei bei dem Verfahren

- Einsatzluft (1) in einem Hauptluftverdichter (3) auf einen ersten Druck verdichtet und anschließend gereinigt (5) wird,
- ein Drosselstrom (21), der durch einen Teil der gereinigten Einsatzluft (6) gebildet wird, unter einem zweiten Druck, der höher als der erste Druck ist, in einem Hauptwärmetauscher (19) verflüssigt oder pseudo-verflüssigt wird,
- der verflüssigte oder pseudo-verflüssigte Drosselstrom (21) entspannt (33) und anschließend in das Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung eingeleitet wird,
- mindestens ein Teil (35) des Kopfgases (34) der Hochdrucksäule (28) in den Verflüssigungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators (2) eingeleitet und dort mindestens teilweise verflüssigt wird, und
- in der Niederdrucksäule (30) ein Stickstoffprodukt (46) erzeugt und mindestens zum Teil als Flüssigprodukt (51) abgeführt wird,

dadurch gekennzeichnet, dass

- mindestens ein Teil des entspannten Drosselstroms als Kältemittelstrom (33, 233, 270) in den Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators (29) eingeleitet wird,
- das Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung außerdem einen Niederdrucksäulen-Kopfcondensator (31) aufweist, der als Kondensator-Verdampfer ausgebildet ist und einen Verflüssigungsraum und einen Verdampfungsraum aufweist,
- mindestens ein Teil des Kopfstickstoffs (46) der Niederdrucksäule (30) in den Verflüssigungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators (31) eingeleitet und dort mindestens

- teilweise verflüssigt wird und
- eine sauerstoffangereicherte Flüssigkeit (80) aus dem unteren Bereich der Niederdrucksäule (30) in den Verdampfungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators (31) eingeleitet und dort mindestens teilweise verdampft wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** der Kältemittelstrom (33) unmittelbar stromabwärts der Entspannung (32) des Drosselstroms (21) direkt in den Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators (29) eingeleitet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** mindestens ein Teil des entspannten (232) Drosselstroms einer Phasentrennung unterworfen wird und der Kältemittelstrom (233, 270) durch mindestens einen Teil der Flüssigphase aus der Phasentrennung gebildet wird, wobei die Phasentrennung insbesondere an einer Zwischenstelle der Hochdrucksäule (28) vorgenommen wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, dass**
- die gereinigte Einsatzluft (6) mindestens teilweise mit einem Rückführstrom (7) zu einem Kreislaufstrom (8) vermischt wird,
 - der Kreislaufstrom (8) in einem Kreislaufverdichter (9) auf einen Zwischendruck verdichtet wird, der höher als der erste Druck ist,
 - ein erster Turbinenstrom (20), der durch einen ersten Teil des Kreislaufstroms (11) stromabwärts des Kreislaufverdichters (9) gebildet wird, in einer ersten Entspannungsmaschine (22) arbeitsleistend entspannt wird,
 - ein zweiter Turbinenstrom (18), der durch einen zweiten Teil des Kreislaufstroms (11) stromabwärts des Kreislaufverdichters (9) gebildet wird, in einer zweiten Entspannungsmaschine (26) arbeitsleistend entspannt wird, und
 - mindestens ein Teil (25) des arbeitsleistend entspannten ersten Turbinenstroms (23) und/oder mindestens ein Teil des arbeitsleistend entspannten zweiten Turbinenstroms (27) als Rückführstrom (7) in den Kreislaufstrom (8) zurückgeführt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, dass**
- mindestens ein Teil des auf den Zwischendruck verdichteten Kreislaufstroms (11) in zwei seriell verbundenen Nachverdichtern (12, 14) auf einen Hochdruck verdichtet wird, der höher als der Zwischendruck und insbesondere etwa
- gleich dem zweiten Druck ist, wobei
- die erste Entspannungsmaschine (22) mechanisch mit einem (12) der beiden Nachverdichter gekoppelt ist und
 - die zweite Entspannungsmaschine (26) mechanisch mit dem anderen (14) der beiden Nachverdichter gekoppelt ist.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** die gesamte im Hochdrucksäulen-Kopfcondensator (29) eingesetzte Kälte durch den Kältemittelstrom (33, 233, 270) zur Verfügung gestellt wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** der im Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators (29) erzeugte Dampf (43) in die Niederdrucksäule (30) eingeleitet wird, insbesondere an deren Sumpf.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** weder die Hochdrucksäule (28) noch die Niederdrucksäule (30) einen Aufkocher zur Erzeugung von aufsteigendem Dampf aus einer Flüssigkeit der entsprechenden Säule aufweisen.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine flüssig verbliebene Fraktion (44) aus dem Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators (28) in den Verdampfungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators (31) eingeleitet wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** mindestens ein Teil (38) der im Verflüssigungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators (28) gewonnenen Flüssigkeit (36) in die Niederdrucksäule (31) eingeleitet wird.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein flüssiger Rohsaauerstoffstrom (41) vom Sumpf der Hochdrucksäule (28) in die Niederdrucksäule (30) eingeleitet wird,
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** ein Zerlegungsluftstrom (24), der durch einen anderen Teil der gereinigten Einsatzluft (6) gebildet wird als der Drosselstrom (21), in gasförmigem Zustand in die Hochdrucksäule (28) eingeleitet wird, insbesondere an deren Sumpf; wobei der Zerlegungsluftstrom (24) insbesondere mindestens einen Teil des arbeitsleistend entspannten ersten Turbinenstroms (23) und/oder mindestens ein Teil des arbeitsleistend entspannten zweiten Turbinenstroms (27) umfasst.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** mindestens 40 mol-%, insbesondere mindestens 50 mol-% der Gesamtmenge der in das Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung eingeführten Einsatzluft (1) in flüssigem Zustand in das Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung eingeleitet (33, 232) werden. 5
14. Vorrichtung zur Gewinnung von flüssigem Stickstoff durch Tieftemperatur-Luftzerlegung mit 10
- einem Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung das genau zwei Destilliersäulen aufweist, nämlich eine Hochdrucksäule (28), eine Niederdrucksäule (30) sowie einen einzigen Hochdrucksäulen-Kopfcondensator (29) zur Verflüssigung von Kopfgas (34) der Hochdrucksäule (28), der als Kondensator-Verdampfer ausgebildet ist und einen Verflüssigungsraum und einen einzigen Verdampfungsraum aufweist, 15
 - einem Hauptluftverdichter (3) zum Verdichten von Einsatzluft (1) auf einen ersten Druck verdichtet, 20
 - einer Reinigungseinrichtung zum Reinigen (5) der auf den ersten Druck verdichteten Einsatzluft, 25
 - Mitteln zur Bildung eines Drosselstroms (21) durch einen Teil der gereinigten Einsatzluft (6), einem Hauptwärmetauscher (19) zum Verflüssigen oder Pseudo-Verflüssigen des Drosselstroms unter einem zweiten Druck, der höher als der erste Druck ist, 30
 - Mitteln zum Entspannen (32) des verflüssigten oder pseudo-verflüssigten Drosselstroms (21), 35
 - Mitteln zum Einleiten des entspannten Drosselstroms in das Destilliersäulen-System zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung, 40
 - Mitteln zum Einleiten mindestens eines Teils (35) des Kopfgases (34) der Hochdrucksäule (28) in den Verflüssigungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators (2) und mit 45
 - Mitteln zum Abführen eines in der Niederdrucksäule (30) erzeugten Stickstoffprodukts (46) als Flüssigprodukt (51),

gekennzeichnet durch

- Mittel zum Einleiten mindestens ein Teil des entspannten Drosselstroms als Kältemittelstrom (33, 233, 270) in den Verdampfungsraum des Hochdrucksäulen-Kopfcondensators (29), 50
- einem Niederdrucksäulen-Kopfcondensator (31), der als Kondensator-Verdampfer ausgebildet ist und einen Verflüssigungsraum und einen Verdampfungsraum aufweist, 55
- Mitteln zum Einleiten mindestens eines Teils

des Kopfstickstoffs (46) der Niederdrucksäule (30) in den Verflüssigungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators (31) und **durch** - Mittel zum Einleiten einer sauerstoffangereicherte Flüssigkeit (80) aus dem unteren Bereich der Niederdrucksäule (30) in den Verdampfungsraum des Niederdrucksäulen-Kopfcondensators (31).

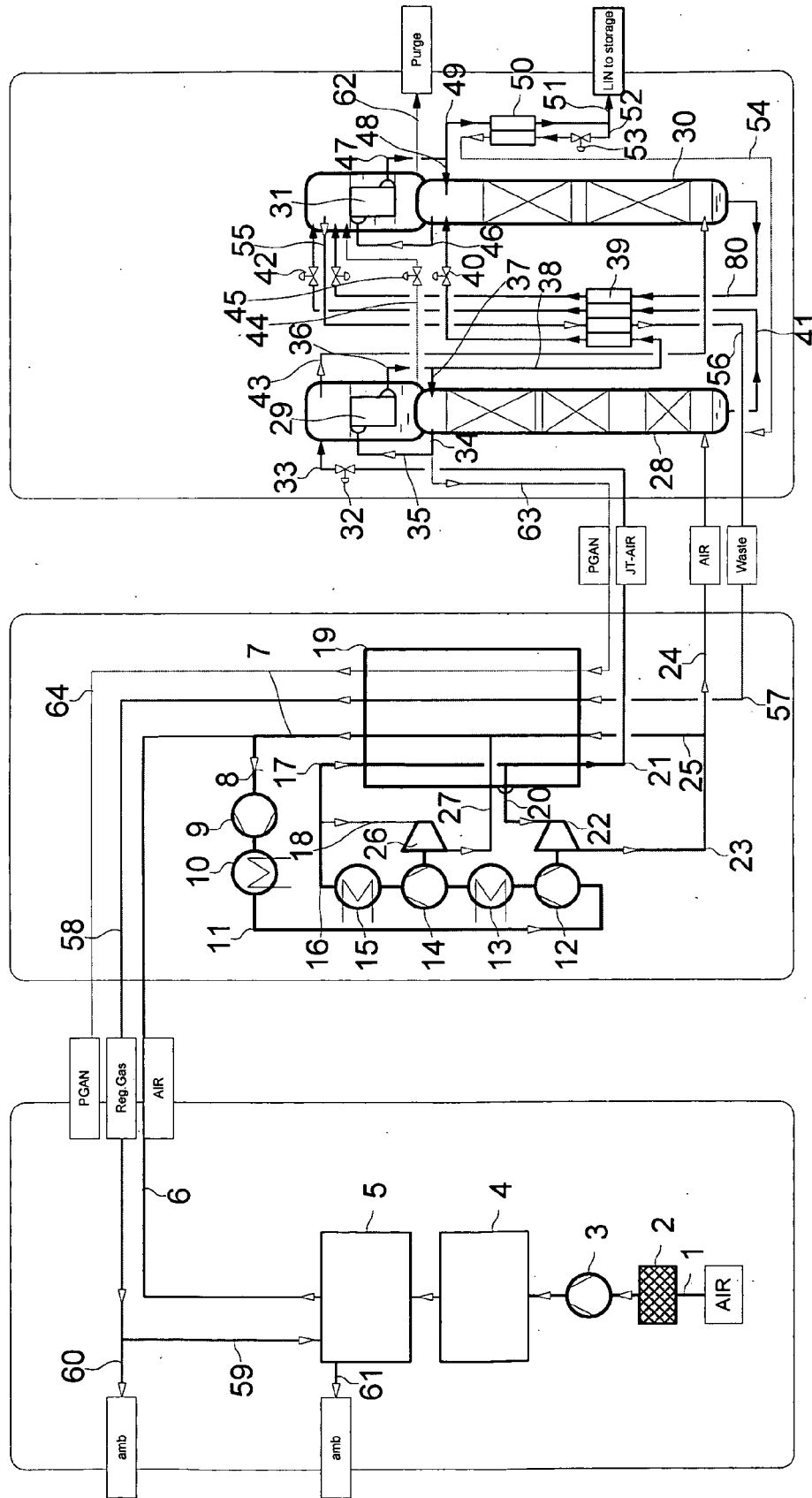


Fig. 1

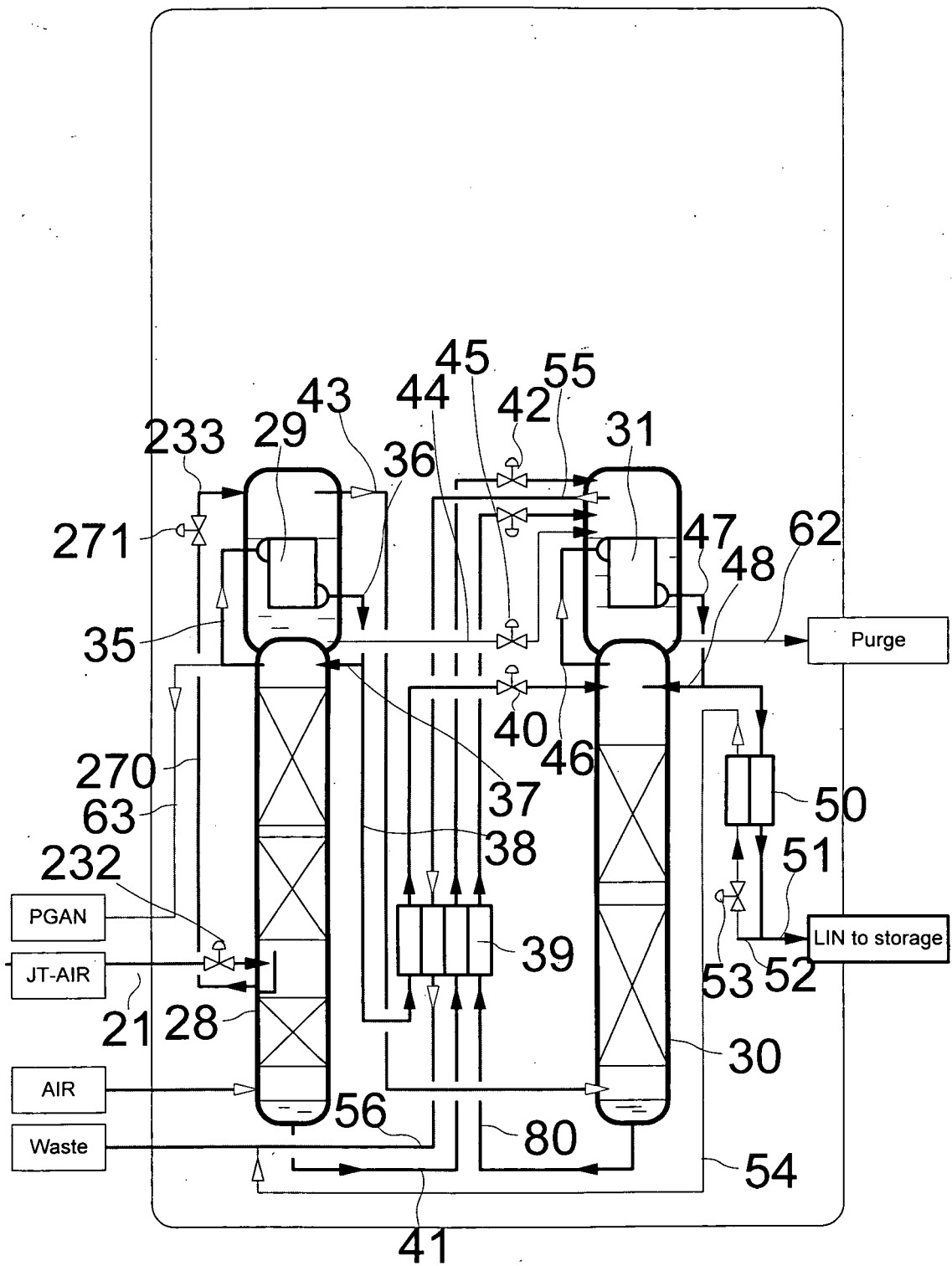


Fig. 2

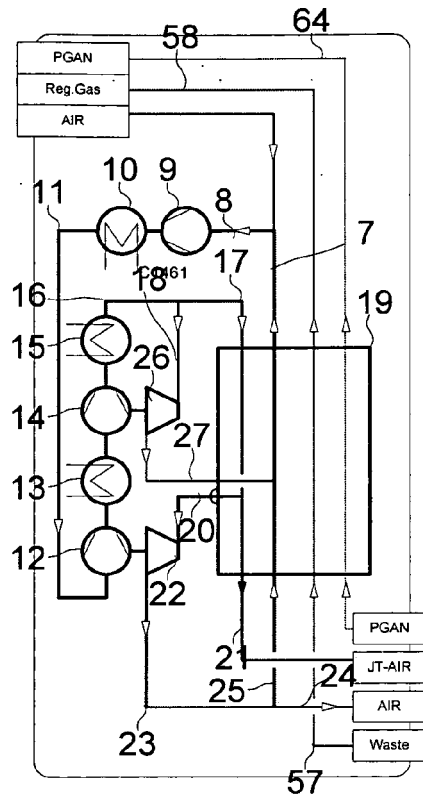


Fig. 3

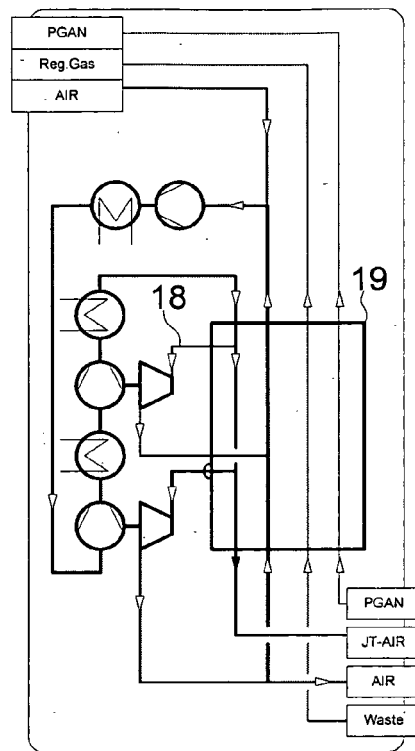


Fig. 4

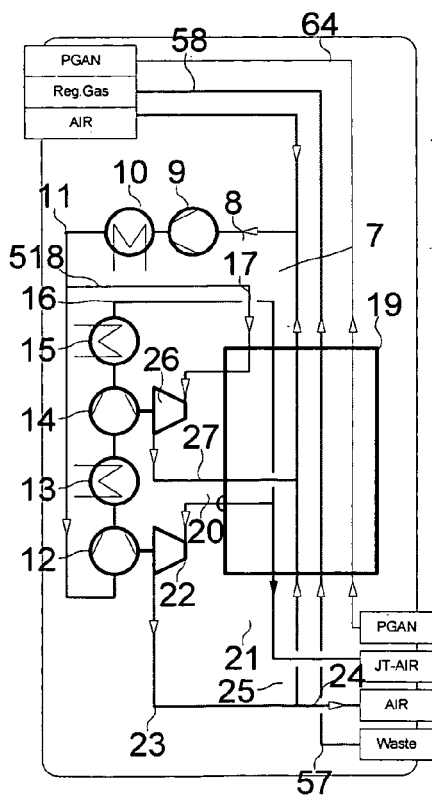


Fig. 5

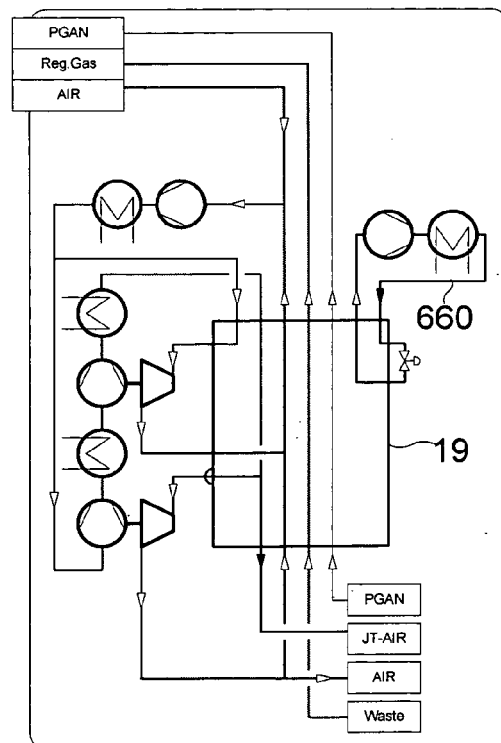


Fig. 6



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

 Nummer der Anmeldung
EP 10 01 3337

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
Y	US 5 906 113 A (LYNCH NANCY JEAN [US] ET AL) 25. Mai 1999 (1999-05-25) * Spalte 3, Zeilen 29-39; Abbildung *	1-14	INV. F25J3/04
Y	US 5 144 808 A (HA BAO V [US]) 8. September 1992 (1992-09-08) * Abbildung 1 *	1-14	
A	US 4 448 595 A (CHEUNG HARRY [US]) 15. Mai 1984 (1984-05-15) * Spalte 6, Zeilen 32-36; Abbildung 2 * * Spalte 8, Zeilen 38-47 *	1-14	
A	DE 11 45 649 B (LINDE EISMASCH AG; ZWEIGNIEDERLASSUNG HOELLRIEGEL) 21. März 1963 (1963-03-21) * Spalte 5, Zeilen 42-44; Abbildung 2 * * Spalte 6, Zeilen 6-10 *	1-14	
A,D	EP 0 316 768 A2 (LINDE AG [DE]) 24. Mai 1989 (1989-05-24) * Abbildung 1 *	4,5	
A	US 4 715 873 A (AUVIL STEVEN R [US] ET AL) 29. Dezember 1987 (1987-12-29) * Spalte 7, Zeilen 47-66; Abbildungen 3,6 *	2,3,10,11	
A	WO 2009/095188 A2 (LINDE AG [DE]; ALEKSEEV ALEXANDER [DE]) 6. August 2009 (2009-08-06) * Seite 6, Zeilen 16-20; Abbildungen 1,2 * * Seite 6, Zeilen 30-33 * * Seite 9, Zeilen 17-22 *	13	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort München		Abschlußdatum der Recherche 16. Februar 2011	Prüfer Göritz, Dirk
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 10 01 3337

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

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

16-02-2011

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 5906113 A	25-05-1999	CA 2268312 A1	08-10-1999
		CN 1232167 A	20-10-1999
		DE 69909161 D1	07-08-2003
		DE 69909161 T2	03-06-2004
		EP 0949472 A1	13-10-1999
		ES 2197539 T3	01-01-2004
		JP 11325719 A	26-11-1999
US 5144808 A	08-09-1992	KEINE	
US 4448595 A	15-05-1984	CA 1212037 A1	30-09-1986
		ZA 8308960 A	25-07-1984
DE 1145649 B	21-03-1963	KEINE	
EP 0316768 A2	24-05-1989	DE 3738559 A1	24-05-1989
		JP 1239376 A	25-09-1989
		US 4883518 A	28-11-1989
US 4715873 A	29-12-1987	CA 1289455 C	24-09-1991
WO 2009095188 A2	06-08-2009	CN 101925790 A	22-12-2010
		EP 2235460 A2	06-10-2010
		KR 20100107042 A	04-10-2010
		US 2011023540 A1	03-02-2011

EPO FORM P0461

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

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- EP 316768 A2 [0008]
- US 5660059 A [0008]
- DE 102004046344 [0008]
- US 6499312 B [0012]