

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 709 632 B1

(12)

EUROPEAN PATENT SPECIFICATION

(45) Date of publication and mention
of the grant of the patent:

16.05.2001 Bulletin 2001/20

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

(21) Application number: **95307528.0**

(22) Date of filing: **24.10.1995**

(54) **Air separation method and apparatus for producing nitrogen**

Lufttrennungsverfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Stickstoff

Procédé et dispositif pour la production d'azote par séparation d'air

(84) Designated Contracting States:
BE DE FR GB IE IT NL SE

(30) Priority: **25.10.1994 US 329035**
19.01.1995 US 374060
31.05.1995 US 459946

(43) Date of publication of application:
01.05.1996 Bulletin 1996/18

(73) Proprietor: **The BOC Group plc**
Windlesham Surrey GU20 6HJ (GB)

(72) Inventor: **Mostello, Robert A.**
Somerville, New Jersey 08876 (US)

(74) Representative: **Wickham, Michael et al**
c/o Patent and Trademark Department
The BOC Group plc
Chertsey Road
Windlesham Surrey GU20 6HJ (GB)

(56) References cited:
EP-A- 0 520 738 **FR-A- 1 357 406**

Note: Within nine months from the publication of the mention of the grant of the European patent, any person may give notice to the European Patent Office of opposition to the European patent granted. Notice of opposition shall be filed in a written reasoned statement. It shall not be deemed to have been filed until the opposition fee has been paid. (Art. 99(1) European Patent Convention).

EP 0 709 632 B1

Description

[0001] The present invention relates to a method and apparatus for separating air by low temperature rectification employing a distillation column so as to produce a nitrogen product.

[0002] Nitrogen is produced by low temperature rectification of air in an air separation plant. Often such plants employ a single distillation column and are known in the art as nitrogen generators. After air has been filtered, compressed and purified, the air is cooled to a temperature suitable for its rectification. This temperature is normally at or near the dew point of the air. Thereafter, the air is introduced into a distillation column having liquid-vapour contacting elements which may comprise trays and/or packings, either structured or random. In the distillation column an ascending vapour phase is contacted by a descending liquid phase. The result of such contact is that the liquid becomes evermore concentrated in oxygen to produce an oxygen enriched bottom liquid fraction and the vapour becomes evermore concentrated in nitrogen to produce a nitrogen rich head vapour fraction.

[0003] In order to provide reflux the column, a head condenser is provided in which the nitrogen vapour fraction is partially condensed. The condensate is returned to the distillation column as reflux. Typically, a stream of the oxygen-rich liquid is removed, is expanded to a low temperature, and is then used as the coolant for the head condenser. The nitrogen product is removed from the top region of the column as vapour.

[0004] There is continual heat leakage into the plant and enthalpy differences between the air feed and product streams at the warm end of the plant. Such heat leakage requires refrigeration to be supplied to the air separation plant. If the nitrogen product is to be maintained at column pressure, refrigeration is generally supplied from outside the column envelope. Work expansion obtained from the vaporised oxygen enriched liquid, all of which is vaporised in the head condenser, or by expanding air from a higher pressure down to column pressure are usual methods of supplying refrigeration. There are also "liquid assist plants" in which liquid nitrogen is added to the column from an external source in order to supply the requisite refrigeration.

[0005] As will be discussed, the present invention relates to an air separation method and apparatus in which refrigeration is generated in a manner that reduces the energy expenditure in producing a nitrogen product.

[0006] According to a first aspect of the present invention there is provided a method of separating air to produce a nitrogen product comprising the features of claim 1.

[0007] According to a second aspect of the present invention there is provided a method of separating air to produce a nitrogen product comprising the features of claim 3.

[0008] According to a third aspect of the present invention there is provided an apparatus for separating air to produce a nitrogen product, said apparatus comprising the features of claim 5.

[0009] According to a fourth aspect of the present invention there is provided an apparatus for separating air to produce a nitrogen product, said apparatus comprising the features of claim 6.

[0010] The present invention functions in all its aspects by taking advantage of the larger-than-necessary driving forces that are employed in the distillation of air to create the nitrogen product. In the present invention, the oxygen enriched liquid acts as a coolant for condensing reflux to the column and serves to supply at least part of the refrigeration needs of the plant, independent of aforementioned typical refrigeration processes.

[0011] Since not all of the oxygen enriched liquid is being utilised in a reflux condensation role, there is potentially an insufficient supply of reflux produced by the head condenser. In order to compensate for such reduced reflux production, intermediate reflux can be supplied, at the very least, by liquid air and preferably by both liquid air and another reflux stream of lesser oxygen content than air. Thus, in yet still another aspect, the present invention encompasses a method in which the oxygen enriched liquid stream or a part thereof is partially or wholly vaporised by indirectly exchanging heat with part of the air to be separated and, preferably, with another vapour stream withdrawn from the column of lesser oxygen content than air, thereby causing the part of the air to be separated and if present, the other vapour stream to liquefy. The part of the air to be separated and, preferably, the other liquefied vapour stream withdrawn from the column are then introduced into the distillation column as intermediate reflux streams to maintain production of the product stream at a level that would have been obtained had the entire oxygen rich liquid stream been utilised to condense the at least part of the nitrogen rich vapour tower overhead. Upstream of the partial vaporisation of the oxygen rich liquid stream or the complete vaporisation of part of the oxygen enriched liquid stream, the oxygen enriched liquid is preferably expanded to produce a temperature difference for the indirect heat exchange with the part of the air and preferably, if present, the vapour stream withdrawn from the column.

[0012] The present functions in all its aspects by taking advantage of the larger-than-necessary driving forces that are employed in the distillation of air.

[0013] Methods and apparatuses according to the invention will now be described by way of example with reference to the accompanying drawings, in which:

Figure 1 is a schematic flow diagram of a first air separation plant; and

Figure 2 is a schematic flow diagram of a second air separation plant.

[0014] Like components and streams in Figures 1 and 2 are indicated by the same reference numerals.

[0015] With reference to Figure 1, a single column nitrogen generator 10 is illustrated. An incoming air stream 12 is filtered by a filter 14 to remove dust particles and the like. Air stream 12, after having been filtered, is compressed by a compressor 16 and thereafter, the heat of compression is removed by a conventional after-cooler 18. Water, carbon dioxide and heavy trace components of the air such as hydrocarbons are removed by a conventional pre-purification unit 20 connected to or otherwise communicating with aftercooler 18. Pre-purification unit 20 can comprise several beds of adsorbent operating out of phase for regeneration purposes.

[0016] Air stream 12 having thus been filtered, compressed and purified is then introduced into a main heat exchanger 22 and is fully cooled by passage therethrough to a temperature suitable for its rectification. In this regard, the term "fully cooled" as used herein means cooled to a temperature at which the rectification is conducted. The term "fully warmed" as used herein means warmed to a warm end temperature of main heat exchanger 22. The term "partially warmed" means warmed in the heat exchanger 22 to a temperature above the rectification temperature but below the temperature of the warm end of main heat exchanger 22.

[0017] After having been fully cooled within main heat exchanger 22, air stream 12 is then divided into first and second subsidiary streams 24 and 26 respectively. First subsidiary stream 24 constitutes a major portion of the air to be separated and is introduced into a single distillation column 30 which is provided by liquid-vapour contacting elements 32, 34 and 36 which can be trays and/or structured packing, and/or random packing. Distillation column 30 rectifies the incoming air into an oxygen rich liquid fraction that collects within bottom region 38 of distillation column 30 and a nitrogen rich head vapour fraction which collects in a top region 40 of distillation column 30. A head condenser 42 is connected to or otherwise communicates with distillation column 30 to condense at least part of the nitrogen rich vapour fraction. To this end, part of a nitrogen vapour stream 44 flows out of the top region 40 of distillation column 30 and is introduced into head condenser 42. Nitrogen vapour stream 44 is in part condensed by a coolant stream 46, which in turn vaporises to produce a vaporised coolant stream 47. After condensation, nitrogen vapour stream 44 is returned as a reflux stream 48 to top region 40 of distillation column 30.

[0018] An oxygen enriched liquid stream 50 flows from bottom region 38 of distillation column 30. Oxygen enriched liquid stream 50 can then be preferably subcooled within a subcooler unit 52 to minimise vapour formation upon subsequent valve expansion. Thereafter, oxygen enriched liquid stream 50 is partially vaporised within a vaporiser 54 after having passed through a pressure reduction valve 55 and then introduced into a phase separator 56 to separate oxygen enriched liquid stream 50 into liquid and vapour phases.

[0019] A liquid phase stream 58 flows from phase separator 56 through a pressure reduction valve 60.

[0020] The resulting expansion sufficiently lowers the temperature of liquid phase stream 58 that it can serve as the coolant for head condenser 42. Thus, liquid phase stream 58 after passage through pressure reduction valve 60 forms the aforementioned coolant stream 46.

[0021] Phase separator 56 is also connected to or otherwise communicates with the main heat exchanger 22 so that a vapour phase stream 62 partially warms within main heat exchanger 22. Vapour phase stream 62 after having been partially warmed is expanded in a turboexpander 64 or other expansion machine connected to or otherwise communicating with main heat exchanger 22. The expansion of vapour phase stream 62 produces refrigeration in the form of a refrigerant stream 66.

[0022] The refrigerant stream 66 is warmed within subcooler unit 52, as is vaporised coolant stream 47 and a product stream 68, by countercurrent indirect heat exchange with the oxygen enriched liquid stream 50 which is thereby subcooled. The vaporised coolant stream 47, after subcooler unit 52, fully warms within main heat exchanger 22 to form a waste stream labelled WN_1 in Figure 1. Part of warm vaporised coolant stream 47 can be fed to pre-purification unit 20 for bed regeneration purposes. Main heat exchanger 22 is in communication with turboexpander 64 so that refrigerant stream 66 eventually fully warms within main heat exchanger 22 and is discharged as a waste stream, designated as WN_2 in Figure 1. A product stream 68 is taken from the nitrogen vapour head fraction collected in top region 40 of distillation column 30. After being warmed in subcooling unit 52, product stream 68 flows through main heat exchanger 22 and is discharged as a fully warmed product stream, labelled PN.

[0023] In single column nitrogen generator 10, oxygen enriched liquid stream 50 is partially vaporised in vaporiser 54 and thus only part of oxygen enriched liquid stream 50 is used as coolant for head condenser 42. As a result, there is less reflux contributed through condensation of nitrogen vapour in single column nitrogen generator 10 than in a nitrogen generator of the prior art in which the entire bottom fraction is used as coolant in the condenser 92. If no other reflux were added (an operation contemplated by the subject invention) a nitrogen generator of the present invention would have a lower production rate and/or produce nitrogen at a lower purity than a prior art generator but with a substantial power saving. However, preferably, compensation for such reduced reflux is effected by the provision of an intermediate reflux stream or streams introduced into lower portions of distillation column 30 where additional liquid reflux is particularly needed.

[0024] The intermediate reflux allows single column nitrogen generator 10 to achieve the same production rate and product purity as could be expected from a comparable prior art plant design. To form an intermediate reflux stream, second subsidiary air stream 26 is liquefied within vaporiser 54. In order for there to be a temperature difference between oxygen enriched liquid stream 50, after having been subcooled, and second subsidiary stream 26, pressure reduction valve 55 is provided to reduce the pressure and thereby the temperature of oxygen enriched liquid stream 50. This reduction in pressure of oxygen enriched liquid stream 50 is below the pressure of distillation column 30 and yet results in a sufficient pressure for oxygen enriched liquid stream 50 that vapour stream 62, derived therefrom, can serve in a refrigeration role. At lower distillation column pressures, for instance, below 8 bar(a), additional reflux to distillation column 30 is produced by liquefaction of a vapour stream 72 extracted from distillation column 30 at about the same point as second stream 26, after liquefaction, is introduced into distillation column 30. Vapour stream 72 is then liquefied within vaporiser 54 and introduced as additional reflux above the point of introduction of the liquefied second subsidiary stream 26. As is evident, pressure reduction valve 55 also serves to provide a temperature difference between oxygen enriched liquid stream 50 and vapour stream 72.

[0025] A possible variation to apparatus 10 involves operation of distillation column 30 at high pressure. In such case, an expansion machine might also be employed to expand to coolant stream 46. This would increase total plant refrigeration and therefore the amount of liquid produced. Additionally, such turboexpander could also be used to drive a recycle compressor to recycle part of the oxygen enriched liquid contained within coolant stream 46 back into distillation column 30 to increase production. As can also be appreciated, partial vaporisation of oxygen enriched liquid stream 50 may be effected in other ways than through liquefaction of a portion of the incoming air. For instance, in a low pressure column application, a stream from the column, not having the exact composition of liquid air, could be used in place of liquefied air.

[0026] With reference to Figure 2, an alternative embodiment of single column nitrogen generator 10 is illustrated. In this nitrogen generator 10, oxygen rich stream 50 after being subcooled within sub-cooler unit 52 is divided into first and second partial streams 50a and 50b. First partial stream 50a is expanded in first pressure reduction valve 60 to form coolant stream 46. Second partial stream 50b after having been expanded by pressure reduction valve 55 is then fully vaporised within vaporiser 54. The fully vaporised stream, designated by reference number 63, is then partially warmed within main heat exchanger 22 and expanded within turboexpander 64.

EXAMPLE 1

[0027] The following is a calculated example of a possible operation of single column nitrogen generator 10 (illustrated in Figure 1) in accordance with the present invention. In such example it is assumed that column 30 uses low pressure drop structured packing and has about 100 theoretical stages. Second partial stream 26 after having been liquefied is added to the distillation column at about six theoretical stages from the bottom. Stream 72 is withdrawn from the distillation column at a point of about six theoretical stages from the bottom and returned after condensing to a point about sixteen theoretical stages from the bottom of distillation column 30.

CHART FOR EXAMPLE 1

Stream No	Flow Nm ³ /hr	Condition Liquid Vapour	Temperature K	Pressure bar (a)	O ₂ Content % or parts per million
12	13,400	V	305	1.01	20.96
24	11,739	V	93.0	3.17	20.96
26	1,454	V	93.0	3.17	20.96
47	3,901	V	87.6	1.21	53.32
50	6,670	L	92.6	3.17	41.92
58	3,901	L	90.1	2.27	53.32
62	2,768	V	90.1	2.27	25.85
66	2,768	V	83.0	1.09	25.85
68	6,670	V	88.3	3.10	2 ppm
72	1,454	V	90.6	3.17	9.33

[0028] The letter "L" indicates the liquid state and the letter "V" the vapour state. Top product purity, nitrogen recovery as fraction of the air feed, and addition and withdrawal points depend on the values attributed to various physical

properties by the data base employed in performing the calculations, and since different data bases do not always attribute the same value to the same physical property, will vary according to the data base. Losses inherent in operation of the pre-purification unit have been included in stream 12. As would be appreciated by those skilled in the art, sub-cooler 52 is at a low elevation with respect to the sump of distillation column 30.

[0029] In a comparable prior art design making a gaseous nitrogen product, identical in quantity, fractional recovery from air, purity and pressure, where a turboexpander makes refrigeration by expanding air into the distillation column, stream 12 would normally be compressed to about 3.94 bar(a). In Example 1, the air is compressed to about 3.45 bar (a). Accordingly, the method and apparatus according to respectively the first and third aspects of the invention make possible a substantial power saving.

EXAMPLE 2

[0030] The following is a calculated example of operation of the single column nitrogen generator 10 illustrated in Figure 2. In such example it is assumed that column 30 uses low pressure drop structured packing and has about 100 theoretical stages. Second partial stream 26 after having been liquefied is added to the distillation column at about six theoretical stages from the bottom. Stream 72 is withdrawn from the distillation column at a point of about six theoretical stages from the bottom and returned after condensing to a point about sixteen theoretical stages from the bottom of distillation column 30.

CHART FOR EXAMPLE 2

Stream No	Flow Nm ³ /hr	Condition Liquid Vapour	Temperature K	Pressure bar (a)	O ₂ Content % or parts per million
12	13,400	V	305	1.01	20.96
24	11,259	V	92.6	3.10	20.96
26	2,080	V	92.6	3.10	20.96
47	3,889	V	86.3	1.21	41.92
50	6,669	L	92.4	3.10	41.92
50a	3,889	L	87.0	3.03	41.92
63	2,780	V	92.1	2.18	41.92
66	2,780	V	85.2	1.06	41.92
68	6,670	V	88.3	3.03	4.8 ppm
72	1,008	V	90.3	3.09	9.06

[0031] In Example 2, the pressure of the stream 24 is 3.10 bar and is therefore even less than in Example 1.

Claims

1. A method of separating air to produce a nitrogen product comprising:

separating a first part of the air by low temperature rectification in a distillation column to produce an oxygen rich bottom liquid fraction and a nitrogen rich head vapour fraction and condensing part of the nitrogen rich fraction in a head condenser to provide reflux for the distillation column;

partially vaporising a stream of the oxygen enriched liquid fraction by indirectly exchanging heat with a second part of the air, thereby causing the second part of the air to liquefy;

separating said oxygen enriched liquid stream into liquid and vapour phases;

expanding a stream of the liquid phase to create a temperature difference between the liquid phase stream and the nitrogen rich vapour fraction and introducing the liquid phase stream as a coolant stream into the head condenser so that heat is transferred from said part of the nitrogen rich vapour to said coolant stream thereby causing condensation of said part of the nitrogen rich head vapour;

expanding a stream of the vapour phase with the performance of work to produce refrigeration for the method;

extracting a product stream from a remaining part of the nitrogen rich vapour fraction to form the nitrogen product;

introducing the so liquefied second part of the air into the distillation column as intermediate reflux;

upstream of the partial vaporisation of the oxygen enriched liquid stream, expanding the oxygen enriched liquid stream to produce a temperature difference for the indirect heat exchange between the second part of said air and said oxygen enriched liquid;

removing a vapour stream from an intermediate region of the distillation column, the vapour stream being of lesser oxygen content than air;

condensing said vapour stream by indirectly exchanging heat between said vapour stream and the second partial stream; and

introducing the condensed vapour stream back into said distillation column, above the intermediate reflux, as additional reflux.

2. A method as claimed in Claim 1, wherein the stream of the oxygen-enriched liquid fraction is sub-cooled in a sub-cooling unit upstream of its partial vaporisation.

3. A method of separating air to produce a nitrogen product comprising:

separating a first part of the air by low temperature rectification in a distillation column to produce an oxygen rich bottom liquid fraction and a nitrogen rich head vapour fraction and condensing part of the nitrogen rich head vapour fraction in a head condenser to provide reflux for the distillation column;

dividing a stream of the oxygen rich liquid into first and second partial streams;

expanding the first partial stream to create a temperature difference between the first partial stream and the nitrogen rich vapour fraction and introducing the expanded first partial stream as a coolant stream into the head condenser so that heat is transferred from said part of the nitrogen rich head vapour to the coolant stream thereby causing condensation of said part of the nitrogen rich head vapour;

vaporising the second partial stream by indirectly exchanging heat with a second part of the air, thereby causing the second part of the air to be liquefied;

expanding the vaporised second partial stream with the performance of work to produce refrigeration for the method;

extracting a product stream from a remaining part of said nitrogen rich vapour to form the nitrogen product;

introducing the liquefied second part of the air into the distillation column as intermediate reflux;

upstream of the vaporisation of the second partial stream, expanding the second partial stream to produce a temperature difference for the indirect heat exchange between the second part of the air and the second partial stream.

removing a vapour stream from an intermediate region of the distillation column, the vapour stream being of lesser oxygen content than air;

condensing the vapour stream by indirectly exchanging heat between said vapour stream and the second partial stream; and

introducing the condensed vapour stream back into said distillation column, above said intermediate reflux, as additional reflux.

4. A method as claimed in claim 3, wherein:
the stream of oxygen-enriched liquid is sub-cooled within a sub-cooling unit upstream of being divided into the first partial stream and the second partial stream.

5. An apparatus for separating air to produce a nitrogen product, said apparatus comprising:

main heat exchange means (32) for cooling air to a temperature suitable for its rectification;

a distillation column (30) arranged to rectify a first part of the cooled air into an oxygen rich bottom liquid fraction and a nitrogen rich head vapour fraction;

a head condenser (42) communicating with the distillation column (30) for condensing part of the nitrogen head rich vapour fraction to provide reflux for the distillation column (30);

vaporisation means (54) for partially vaporising a stream of the oxygen enriched liquid fraction, the vaporisation means (54) being arranged to condense a second part of the cooled air, the vaporisation means (54) having an outlet for condensed air communicating with an intermediate region of the distillation column (30);

a phase separator (56) communicating with the vaporisation means (54) for separating the partially vaporised oxygen enriched liquid stream into liquid and vapour phases;

the phase separator (56) having an outlet for liquid communicating with the head condenser (42) via a first pressure reduction valve (60);

a second expansion valve (55) upstream of the vaporisation means (54) for expanding the stream of the oxygen-enriched liquid to be partially vaporised;

an expansion means (64) for expanding a stream of the vapour phase with the performance of work, the expansion means communicating with an outlet for vapour from the phase separator (56); and

an outlet from the distillation column (30) for a product stream of a remaining part of said nitrogen rich head vapour fraction,

wherein the vaporisation means (54) also has passages for condensing a stream of vapour of lesser oxygen content than air from a chosen intermediate region of the distillation column (30), the passages communicating at their outlet ends with another intermediate region of the distillation column (30) above the chosen intermediate region.

6. An apparatus for separating air to produce a nitrogen product, said apparatus comprising:

main heat exchange means (32) for cooling the air to a temperature suitable for its rectification;

a distillation column (30) arranged to rectify a first part of the cooled air into an oxygen rich bottom liquid fraction and a nitrogen rich head vapour fraction;

a head condenser (42) communicating with the distillation column (30) for condensing part of the nitrogen rich head vapour to provide reflux for said distillation column;

an outlet from the distillation column (30) for a stream of the oxygen rich bottom liquid fraction;

a pressure reduction valve (60) communicating with the outlet from the distillation column (30) for expanding a first part of the stream of oxygen-rich bottom liquid fraction, the pressure reduction valve (60) having an outlet communicating with the head condenser;

vaporisation means (54) for vaporising a second part of the stream of said oxygen rich bottom liquid, the vaporisation means (54) being arranged to condense a second part of the cooled air the vaporisation means (54) having an outlet for condensed air communicating with an intermediate region of the distillation column (30);

an expansion valve (55) upstream of the vaporisation means (54) for expanding the second part of the stream of said oxygen rich bottom liquid;

expansion means (64) for expanding said vaporised second part of the oxygen rich bottom liquid fraction with the performance of work to produce refrigeration; and

an outlet from the distillation column (30) for a product stream of a remaining part of the nitrogen rich head vapour fraction;

wherein the vaporisation means (54) also has passages for condensing a stream of vapour of lesser oxygen contact than air from a chosen intermediate region of the distillation column (30), the passages communicating at their outlet ends with another intermediate region of the distillation column (30) above the chosen intermediate region.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Trennen von Luft zur Erzeugung eines Stickstoffprodukts, das umfaßt:

Trennen eines ersten Teils der Luft durch Niedertemperatur-Rektifizierung in einer Destillationssäule zum Erzeugen einer sauerstoffreichen Flüssigkeitsfraktion am Boden und einer stickstoffreichen Dampffraktion im Kopf und Kondensieren eines Teils der stickstoffreichen Fraktion in einem Kopfkondensator zum Erzeugen eines Rückflusses für die Destillationssäule,

teilweises Verdampfen eines Stroms der Sauerstoff-angereicherten Flüssigkeitsfraktion durch indirekten Wärmeaustausch mit einem zweiten Teil der Luft, wodurch der zweite Teil der Luft verflüssigt wird,

Trennen des Sauerstoff-angereicherten Flüssigkeitsstroms in eine Flüssigkeitsphase und eine Dampfphase,

Expandieren eines Stroms der Flüssigkeitsphase zum Erzeugen einer Temperaturdifferenz zwischen dem Flüssigkeitsphasenstrom und der stickstoffreichen Dampffraktion, und Einleiten des Flüssigkeitsphasenstroms als Kühlmittelstrom in den Kopfkondensator, so daß Wärme von diesem Teil des stickstoffreichen Dampfes auf den Kühlmittelstrom übertragen und dadurch die Kondensation dieses Teils des stickstoffreichen Dampfes bewirkt wird,

Expandieren eines Stroms der Dampfphase unter Arbeitsleistung 0 zum Erzeugen von Kühlleistung für das Verfahren,

Ausziehen eines Produktstroms aus einem verbleibenden Teil der stickstoffreichen Dampffraktion zur Bildung des Stickstoffprodukts,

Einleiten des so verflüssigten zweiten Teils der Luft in die Destillationssäule als Zwischenrückfluß,

Expandieren des Sauerstoff-angereicherten Flüssigkeitsstroms stromauf der teilweisen Verdampfung des Sauerstoff-angereicherten Flüssigkeitsstroms zum Erzeugen einer Temperaturdifferenz für den indirekten Wärmeaustausch zwischen dem zweiten Teil der Luft und der Sauerstoff-angereicherten Flüssigkeit,

Abziehen eines Dampfstroms aus einem Zwischenbereich der Destillationssäule, wobei der Dampfstrom einen geringeren Sauerstoffgehalt als Luft hat,

Kondensieren des Dampfstroms durch indirekten Wärmeaustausch zwischen dem Dampfstrom und dem zweiten Teilstrom, und

Einleiten des kondensierten Dampfstroms zurück in die Destillationssäule oberhalb des Zwischenrückflusses als zusätzlichen Rückfluß.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Strom der Sauerstoff-angereicherten Flüssigkeitsfraktion stromauf seiner teilweisen Verdampfung in einer Unterkühleinheit unterkühlt wird.

3. Verfahren zum Trennen von Luft zum Erzeugen eines Stickstoffprodukts, welches umfaßt:

Trennen eines ersten Teils der Luft durch Niedertemperatur-Rektifizierung in einer Destillationssäule zum Erzeugen einer sauerstoffreichen Flüssigkeitsfraktion am Boden und einer stickstoffreichen Dampfreaktion im Kopf und Kondensieren eines Teils der stickstoffreichen Dampfreaktion im Kopf in einem Kopfkondensator zum Erzeugen eines Rückflusses für die Destillationssäule,

Aufteilen des Stroms der sauerstoffreichen Flüssigkeit in einen ersten und einen zweiten Teilstrom,

Expandieren des ersten Teilstroms zum Erzeugen einer Temperaturdifferenz zwischen dem ersten Teilstrom und der stickstoffreichen Dampfreaktion und Einleiten des expandierten ersten Teilstroms als Kühlmittelstrom in den Kopfkondensator, so daß Wärme von diesem Teil des stickstoffreichen Dampfes im Kopf auf den Kühlmittelstrom übertragen und dadurch die Kondensation dieses Teils des stickstoffreichen Dampfes bewirkt wird,

Verdampfen des zweiten Teilstroms durch indirekten Wärmeaustausch mit einem zweiten Teil der Luft, wodurch der zweite Teil der Luft verflüssigt wird,

Expandieren des verdampften zweiten Teilstroms unter Arbeitsleistung zum Erzeugen von Kühlleistung für das Verfahren,

Ausziehen eines Produktstroms aus einem verbleibenden Teil des stickstoffreichen Dampfes zum Bilden des Stickstoffprodukts,

Einleiten des verflüssigten zweiten Teils der Luft in die Destillationssäule als Zwischenrückfluß,

Expandieren des zweiten Teilstroms stromauf der Verdampfung des zweiten Teilstroms zum Erzeugen einer Temperaturdifferenz für den indirekten Wärmeaustausch zwischen dem zweiten Teil der Luft und dem zweiten Teilstrom,

Abziehen eines Dampfstroms aus einem Zwischenbereich der Destillationssäule, wobei der Dampfstrom einen geringeren Sauerstoffgehalt als Luft hat,

Kondensieren des Dampfstroms durch indirekten Wärmeaustausch zwischen dem Dampfstrom und dem zweiten Teilstrom, und

Einleiten des kondensierten Dampfstroms zurück in die Destillationssäule oberhalb des Zwischenrückflusses als zusätzlichen Rückfluß.

4. Verfahren nach Anspruch 3, wobei

der Strom der Sauerstoff-angereicherten Flüssigkeit stromauf der Aufteilung in den ersten Teilstrom und den zweiten Teilstrom in einer Unterkühleinheit unterkühlt wird.

5. Einrichtung zum Trennen von Luft zum Erzeugen eines Stickstoffprodukts, die umfaßt:

Hauptwärmetauschkittel (32) zum Kühlen der Luft auf eine für ihre Rektifizierung geeignete Temperatur,

eine Destillationssäule (30), die zum Rektifizieren eines ersten Teils der gekühlten Luft in eine sauerstoffreiche Flüssigkeitsfraktion am Boden und eine stickstoffreiche Dampfreaktion im Kopf ausgebildet ist,

einen Kopfkondensator (42), der mit der Destillationssäule (30) in Verbindung steht, um einen Teil der stickstoffreichen Dampfreaktion zum Erzeugen eines Rückflusses für die Destillationssäule (30) zu kondensieren,

Verdampfungsmittel (54) zum teilweisen Verdampfen eines Stroms der Sauerstoff-angereicherten Flüssigkeitsfraktion, wobei die Verdampfungsmittel (54) so angeordnet sind, daß ein zweiter Teil der gekühlten Luft kondensiert wird, und wobei die Verdampfungsmittel (54) einen Auslaß für kondensierte Luft in Verbindung mit einem Zwischenbereich der Destillationssäule (30) aufweist,

einen Phasentrenner (56), der mit den Verdampfungsmitteln (54) in Verbindung steht, zum Trennen des teil-

weise verdampften Sauerstoff-angereicherten Flüssigkeitsstroms in eine Flüssigkeitsphase und eine Dampfphase,

wobei der Phasentrenner (56) einen Auslaß für Flüssigkeit in Verbindung mit dem Kopfkondensator (42) über ein erstes Druckminderventil (60) aufweist,

ein zweites Expansionsventil (55) stromauf der Verdampfungsmittel (54) zum Expandieren des Stroms der Sauerstoff-angereicherten Flüssigkeit, die teilweise zu verdampfen ist,

Expansionsmittel (64) zum Expandieren eines Stroms der Dampfphase unter Arbeitsleistung, wobei die Expansionsmittel mit einem Auslaß für Dampf vom Phasentrenner (56) in Verbindung stehen, und

einen Auslaß der Destillationssäule (30) für einen Produktstrom eines verbleibenden Teils der genannten stickstoffreichen Kopfdampffraktion,

wobei die Verdampfungsmittel (54) außerdem Kanäle zum Kondensieren eines Stroms aus Dampf mit geringerem Sauerstoffgehalt als Luft aus einem gewählten Zwischenbereich der Destillationssäule (30) aufweisen, die mit ihren Auslaßenden mit einem weiteren Zwischenbereich der Destillationssäule (30) oberhalb des gewählten Zwischenbereichs in Verbindung stehen.

6. Einrichtung zum Trennen von Luft zum Erzeugen eines Stickstoffprodukts, die umfaßt:

Hauptwärmetauschkittel (32) zum Kühlen der Luft auf eine für ihre Rektifizierung geeignete Temperatur,

eine Destillationssäule (30), die für das Rektifizieren eines ersten Teils der gekühlten Luft in eine sauerstoffreiche Flüssigkeitsfraktion am Boden und eine stickstoffreiche Dampffraktion im Kopf ausgebildet ist,

einen Kopfkondensator (42), der mit der Destillationssäule (30) in Verbindung steht, zum Kondensieren eines Teils des stickstoffreichen Dampfs im Kopf zum Erzeugen eines Rückflusses für die Destillationssäule,

einen Auslaß der Destillationssäule (30) für einen Strom der sauerstoffreichen Flüssigkeitsfraktion am Boden,

ein Druckminderventil (60), das mit dem Auslaß der Destillationssäule (30) in Verbindung steht, um einen ersten Teil des Stroms der sauerstoffreichen Bodenflüssigkeitsfraktion zu expandieren, wobei das Druckminderventil (60) einen mit dem Kopfkondensator in Verbindung stehenden Auslaß aufweist,

Verdampfungsmittel (54) zum Verdampfen eines zweiten Teils des Stroms der sauerstoffreichen Bodenflüssigkeit, wobei die Verdampfungsmittel (54) für das Kondensieren eines zweiten Teils der gekühlten Luft ausgelegt sind und einen Auslaß für kondensierte Luft in Verbindung mit einem Zwischenbereich der Destillationssäule (30) haben,

ein Expansionsventil (55) stromauf der Verdampfungsmittel (54) zum Expandieren des zweiten Teils des Stroms der sauerstoffreichen Bodenflüssigkeit,

Expansionsmittel (64) zum Expandieren des verdampften zweiten Teils der sauerstoffreichen Bodenflüssigkeitsfraktionen und der Arbeitsleistung zum Erzeugen von Kühlleistung, und

einen Auslaß der Destillationssäule (30) für einen Produktstrom eines verbleibenden Teils der stickstoffreichen Kopfdampffraktion,

wobei die Verdampfungsmittel (54) außerdem Kanäle zum Kondensieren eines Stroms aufdampft mit geringerem Sauerstoffgehalt als Luft aus einem gewählten Zwischenbereich der Destillationssäule (30) aufweisen, wobei die Kanäle mit ihren Auslaßenden mit einem weiteren Zwischenbereich der Destillationssäule (30) oberhalb des gewählten Zwischenbereichs in Verbindung stehen.

Revendications**1.** Procédé de séparation d'air pour la production d'azote, comprenant :

la séparation d'une première partie de l'air par rectification à basse température dans une colonne de distillation, pour produire une fraction liquide de bas de colonne riche en oxygène et une fraction vapeur de tête riche en azote, et la condensation d'une partie de la fraction riche en azote dans un condenseur de tête pour assurer le reflux à la colonne de distillation ;

la vaporisation partielle d'un flux de la fraction liquide riche en oxygène par échange indirect de chaleur avec une seconde partie de l'air, provoquant ainsi la liquéfaction de la seconde partie de l'air ;

la séparation dudit flux liquide enrichi en oxygène en une phase liquide et une phase vapeur ;

la détente d'un flux de la phase liquide pour créer une différence de température entre le flux en phase liquide et la fraction vapeur riche en azote, et l'introduction du flux en phase liquide comme flux réfrigérant dans le condenseur de tête afin que la chaleur soit transférée de ladite partie de la vapeur riche en azote audit flux réfrigérant, provoquant ainsi la condensation de ladite partie de la vapeur de tête riche en azote ;

la détente d'un flux de la phase vapeur avec la réalisation d'un travail pour produire la réfrigération pour le procédé ;

l'extraction d'un flux de produit d'une partie restante de la fraction vapeur riche en azote pour former le produit azote ;

l'introduction de la seconde partie de l'air ainsi liquéfiée dans la colonne de distillation comme reflux intermédiaire ;

en amont de la vaporisation partielle du flux liquide enrichi en oxygène, la détente du flux liquide enrichi en oxygène pour produire une différence de température pour l'échange indirect de chaleur entre la seconde partie dudit air et ledit liquide enrichi en oxygène ;

le retrait d'un flux de vapeur d'une zone intermédiaire de la colonne de distillation, le flux de vapeur ayant une moindre teneur en oxygène que l'air ;

la condensation dudit flux de vapeur par échange indirect de chaleur entre ledit flux de vapeur et le second flux partiel ; et

l'introduction du flux de vapeur condensé en retour dans ladite colonne de distillation, au-dessus du reflux intermédiaire, en tant que reflux supplémentaire.

2. Procédé selon la Revendication 1, dans lequel le flux de la fraction liquide enrichie en oxygène est sous-refroidi dans une unité de sous-refroidissement en amont de sa vaporisation partielle.**3.** Procédé de séparation d'air pour la production d'azote comprenant :

la séparation d'une première partie de l'air par rectification à basse température dans une colonne de distillation, pour produire une fraction liquide de bas de colonne riche en oxygène et une fraction vapeur de tête riche en azote, et la condensation d'une partie de la fraction de tête riche en azote dans un condenseur de tête pour assurer le reflux à la colonne de distillation ;

la division d'un flux du liquide riche en oxygène en un premier et un second flux partiels ;

la détente du premier flux partiel pour créer une différence de température entre le premier flux partiel et la fraction vapeur riche en azote, et l'introduction du premier flux partiel détendu comme flux réfrigérant dans le condenseur de tête afin que la chaleur soit transférée de ladite partie de la vapeur de tête riche en azote au flux réfrigérant, provoquant ainsi la condensation de ladite partie de la vapeur de tête riche en azote ;

la vaporisation du second flux partiel par échange indirect de chaleur avec une seconde partie de l'air, provoquant ainsi la liquéfaction de la seconde partie de l'air ;

la détente du second flux partiel vaporisé avec la réalisation d'un travail pour produire la réfrigération pour le procédé ;

l'extraction d'un flux de produit d'une partie restante de ladite vapeur riche en azote pour former le produit azote ;

l'introduction de la seconde partie de l'air, liquéfiée, dans la colonne de distillation comme reflux intermédiaire ;

en amont de la vaporisation du second flux partiel, la détente du second flux partiel pour produire une différence de température pour l'échange indirect de chaleur entre la seconde partie de l'air et le second flux partiel ;

le retrait d'un flux de vapeur d'une zone intermédiaire de la colonne de distillation, le flux de vapeur ayant une moindre teneur en oxygène que l'air ;

la condensation du flux de vapeur par échange indirect de chaleur entre ledit flux de vapeur et le second flux partiel ; et

l'introduction du flux de vapeur condensé en retour dans ladite colonne de distillation, au-dessus dudit reflux intermédiaire, en tant que reflux supplémentaire.

4. Procédé selon la Revendication 3, dans lequel :

le flux de liquide enrichi en oxygène est sous-refroidi dans une unité de sous-refroidissement en amont de sa division en premier flux partiel et second flux partiel.

5. Dispositif pour la séparation d'air pour la production d'azote, ledit dispositif comprenant :

des moyens d'échange de chaleur principaux (32) pour refroidir l'air à une température adaptée à sa rectification ;
une colonne de distillation (30) prévue pour rectifier une première partie de l'air refroidi en une fraction liquide de bas de colonne riche en oxygène et une fraction vapeur de tête riche en azote ;
un condenseur de tête (42) communiquant avec la colonne de distillation (30) pour condenser une partie de la fraction vapeur riche en azote pour assurer le reflux à la colonne de distillation (30);
des moyens de vaporisation (54) pour vaporiser partiellement un flux de la fraction liquide enrichie en oxygène, les moyens de vaporisation (54) étant prévus pour condenser une seconde partie de l'air refroidi, les moyens de vaporisation (54) ayant une sortie pour l'air condensé communiquant avec une zone intermédiaire de la colonne de distillation (30) ;
un séparateur de phases (56) communiquant avec les moyens de vaporisation (54) pour séparer le flux de liquide enrichi en oxygène, partiellement vaporisé, en une phase liquide et une phase vapeur;
le séparateur de phases (56) ayant une sortie pour le liquide communiquant avec le condenseur de tête (42) via une première vanne (60) de réduction de la pression ;
une seconde vanne de détente (55) en amont des moyens de vaporisation (54) pour détendre le flux de liquide enrichi en oxygène à vaporiser partiellement;
un moyen de détente (64) pour détendre un flux de la phase vapeur avec la réalisation d'un travail, les moyens de détente communiquant avec une sortie pour la vapeur venant du séparateur de phases (56) ; et
une sortie sur la colonne de distillation (30) pour un flux de produit d'une partie restante de ladite fraction vapeur de tête riche en azote,
dans lequel les moyens de vaporisation (54) ont également des passages pour condenser un flux de vapeur à moindre teneur en oxygène que l'air, venant d'une zone intermédiaire choisie de la colonne de distillation (30), les passages communiquant à leurs extrémités en sortie avec une autre zone intermédiaire de la colonne de distillation (30) au-dessus de la zone intermédiaire choisie.

6. Dispositif pour la séparation d'air pour la production d'azote, ledit dispositif comprenant :

des moyens d'échange de chaleur principaux (32) pour refroidir l'air à une température adaptée à sa rectification ;
une colonne de distillation (30) prévue pour rectifier une première partie de l'air refroidi en une fraction liquide de bas de colonne riche en oxygène et une fraction vapeur de tête riche en azote ;
un condenseur de tête (42) communiquant avec la colonne de distillation (30) pour condenser une partie de la vapeur riche en azote pour assurer le reflux à la colonne de distillation ;
une sortie sur la colonne de distillation (30) pour un flux de la fraction liquide de bas de colonne riche en oxygène ;
une vanne (60) de réduction de la pression communiquant avec la sortie de la colonne de distillation (30) pour détendre une première partie du flux de fraction liquide de bas de colonne riche en oxygène, la vanne (60) de réduction de la pression ayant une sortie communiquant avec le condenseur de tête ;
des moyens de vaporisation (54) pour vaporiser une seconde partie du flux dudit liquide de bas de colonne riche en oxygène, les moyens de vaporisation (54) étant prévus pour condenser une seconde partie de l'air refroidi, les moyens de vaporisation (54) ayant une sortie pour l'air condensé communiquant avec une zone intermédiaires de la colonne de distillation (30) ;
une vanne de détente (55) en amont des moyens de vaporisation (54) pour détendre la seconde partie du flux dudit liquide de bas de colonne riche en oxygène ;
des moyens de détente (64) pour détendre ladite seconde partie vaporisée de la fraction liquide de bas de colonne riche en oxygène avec la réalisation d'un travail pour produire une réfrigération ; et
une sortie sur la colonne de distillation (30) pour un flux de produit d'une partie restante de la fraction vapeur de tête riche en azote,
dans lequel les moyens de vaporisation (54) ont également des passages pour condenser un flux de vapeur

EP 0 709 632 B1

à moindre teneur en oxygène que l'air, venant d'une zone intermédiaire choisie de la colonne de distillation (30), les passages communiquant à leurs extrémités en sortie avec une autre zone intermédiaire de la colonne de distillation (30) au-dessus de la zone intermédiaire choisie.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

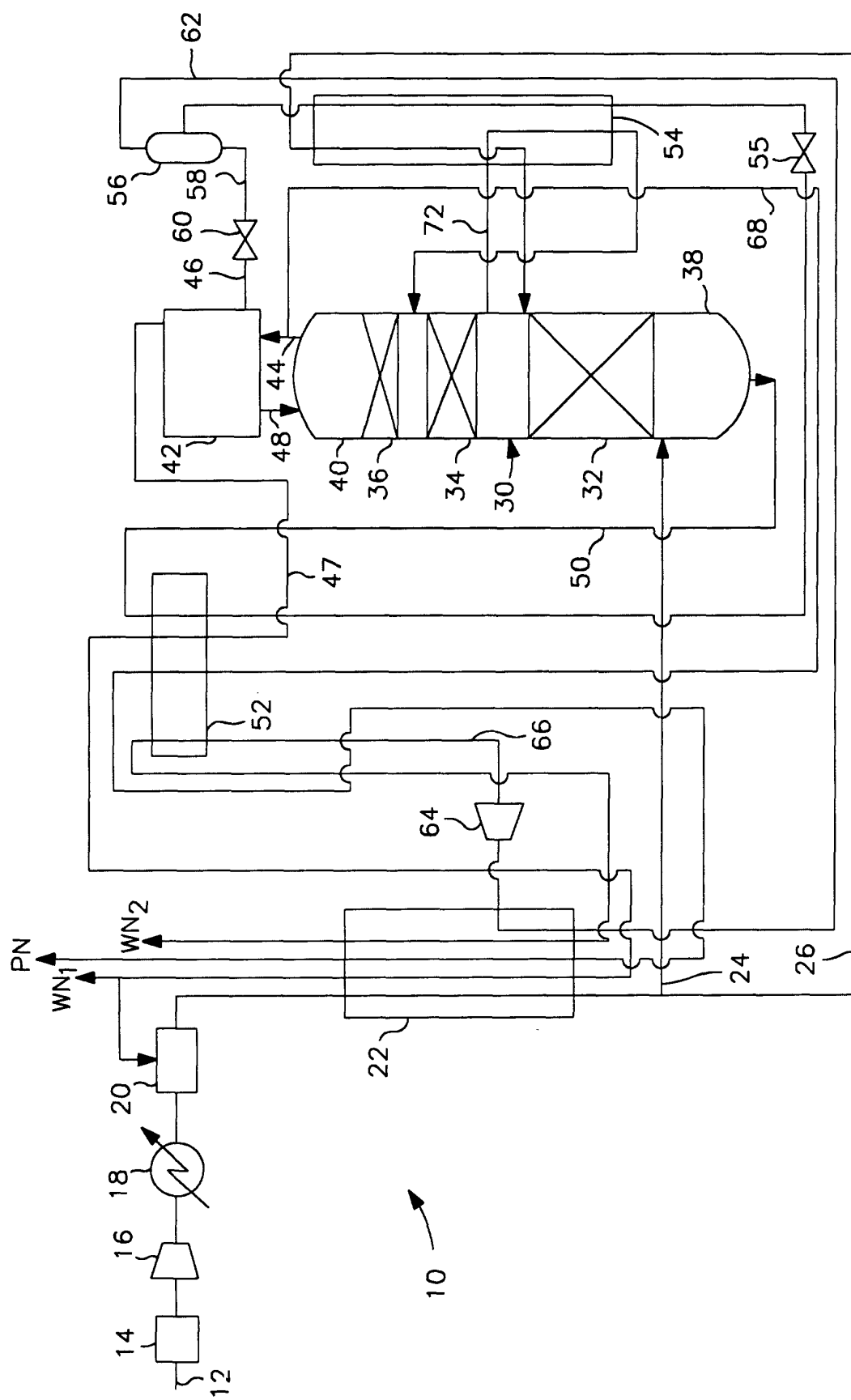


FIG. 1

