



(11) EP 1 231 440 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung: 18.07.2007 Patentblatt 2007/29

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

(21) Anmeldenummer: 01129565.6

(22) Anmeldetag: 12.12.2001

(54) Verfahren und Vorrichtung zur Tieftemperaturzerlegung von Luft

Process and apparatus for air separation by cryogenic distillation Procédé et installation de séparation d'air par distillation cryogénique

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR

(30) Priorität: 12.12.2000 DE 10061908

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 14.08.2002 Patentblatt 2002/33

(73) Patentinhaber: Air Liquide AGS GmbH 40235 Düsseldorf (DE)

(72) Erfinder:

 Sentis, Theo 47800 Krefeld (DE) Juckel, Jens 47799 Krefeld (DE)

 Moeller, Thorsten 41464 Neuss (DE)

(74) Vertreter: Kahlhöfer, Hermann et al Patentanwälte Kahlhöfer Neumann Herzog Fiesser Postfach 10 33 63 40024 Düsseldorf (DE)

(56) Entgegenhaltungen:

EP-A- 0 694 744 US-A- 4 717 409 EP-A- 0 752 565

EP 1 231 440 B1

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).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Tieftemperaturzerlegung von Luft zur Gewinnung von Stickstoff, Sauerstoff und Argon, nach den Merkmalen von Anspruch 1 und 17.

1

[0002] Bei den bekannten Luftzerlegungsanlagen mit Innenverdichtung werden die aus der Luft rektifizierten Produkte aus dem Rektifikationssystem zumindest teilweise als Flüssigkeiten abgezogen, mittels Fördereinrichtungen, wie zum Beispiel Cryo-Pumpen, auf den gewünschten Enddruck gefördert und anschließend in einem mit dem Rektifiziersystem verbundenen Wärmetauschernetzwerk im Gegenstrom mit verdichteter Luft zu gasförmigem Produkten, bevorzugt zu Druckstickstoff bzw. Drucksauerstoff, verdampft.

Die mit einem Innenverdichtungskreislauf ausgebildeten Luftzerlegungsanlagen weisen den grundsätzlichen Nachteil auf, dass in Abhängigkeit von den aus dem Rektifiziersystem als Flüssigkeit abgezogenen Produktmengen eine teilweise Verflüssigung der eingesetzten Prozessluft einhergeht, um deren Betrag sich die in der Drucksäule des Rektifiziersystems rektifizierte Luftmenge verringert, was zur Folge hat, dass sich der Trennaufwand und damit der bauliche Aufwand in den mit der Drucksäule verbundenen Rektifiziersäulen erhöht und/oder sich die Produktausbeuten und dabei insbesondere die Argonausbeute verringern.

[0003] EP-A-0 752 565 offenbart ein Verfahren zur Tief-temperatur-zerlegung von Luft zur Gewinnung von Stickstoff, Sauerstoff und Argon, bei welchem in einem Rektifiziersystem mit mindestens einer, mittels Hauptkondensator thermisch miteinander gekoppelten Druckund Niederdrucksäule mit einer Roh-argonsäule, einer Reinargonsäule und einer Flüssigluftsäule verbundenen zweistufigen Rektifiziersäule, wobei ein weiter gedrosselter Luftstrom aus der Drucksäule abgezogen und in die Flüssigluftsäule eingespeist wird, und das sauerstoffreiche flüssige Sumpfprodukt der Drucksäule in die Flüssig-luftsäule eingespeist, und das flüssige Sumpfprodukt der Flüssigluftsäule als Kühlmedium für einen Kondensator der Reinargonsäule zugeführt wird.

[0004] Aus US 5 715 706 ist ein Verfahren bekannt, bei dem das sauerstoffreiche Sumpfprodukt der Drucksäule in einer zusätzlichen Säule, der RL-Flash-Säule, weiter rektifiziert und zusätzlich sauerstoffarme Rücklaufflüssigkeit gewonnen wird, wodurch die mit der Innenverdichtung einhergehende Verschlechterungen der Rücklaufverhältnisse mindestens teilweise wieder rückgängig gemacht werden können. Dazu wird verdichtete, von Kohlendioxid und Wasser befreite (gereinigte) und abgekühlte Luft in einer Drucksäule mittels herkömmlicher Rektifiziereinrichtungen unter einem Druck von etwa 5, 3 bar in eine sauerstoffreiche Fraktion und einen gasförmigen Stickstoffstrom rektifiziert. Der entstandene gasförmige Stickstoffstrom wird zumindest teilweise kondensiert und als Rücklauf für die Druck- und Niederdrucksäule verwendet. Die mit Sauerstoff angereicherte

Sumpfflüssigkeit der Drucksäule wird in eine mit oder ohne Rektifiziereinrichtungen, einem Sumpfverdampfer und einem Kopfkondensator ausgerüsteten RL-Flash-Säule hinein entspannt und der bei der Entspannung entstehende Dampf in der RL-Flash-Säule unter einem zwischen dem der Drucksäule und dem der Niederdrucksäule liegenden Betriebsdruck rektifiziert. In der RL-Flash-Säule wird durch mit gasförmigem Stickstoff aus der Drucksäule erfolgender Sumpfverdampfung zusätzlich sauerstoffarmer Dampf erzeugt. Bei der keine Rektifiziereinrichtungen aufweisenden RL-Flash-Säule wird die entstandene Sumpfflüssigkeit lediglich zu einem Zweiphasengemisch gedrosselt, welches anschließend in der Niederdrucksäule weiter zerlegt wird.

Zudem findet die gedrosselte Sumpfflüssigkeit oder alternativ in einer besonders vorteilhaften Ausführungsform von US 5 715 706, flüssiger Seitenabzug aus der Niederdrucksäule, als Kondensationsmedium für den am Kopf der RL-Flash-Säule angeordneten Kondensators
 Verwendung, mittels dessen das in der RL-Flash-Säule aufsteigende Dampfmedium zumindest teilweise kondensiert wird. Das Kondensat wird als Rücklauf wieder in die RL-Flash-Säule und Niederdrucksäule eingespeist und/oder als flüssiges Produkt aus der Flüssigluftsäule
 abgezogen.

[0005] Der Nachteil dieses aus US 5 715 706 bekannten Verfahrens liegt darin, dass der Rohargonkondensator deutlich größer dimensioniert werden muß, da sich die Sauerstoffkonzentration des Rohsauerstoffs erhöht und damit sich die am Rohargonkondensator zur Verfügung stehende Temperaturdifferenz für den Wärmeaustausch verringert, wenn statt dem Sumpfprodukt der Drucksäule das Sumpfprodukt der RL-Flash-Säule zum Kühlen des Rohargonkondensators Verwendung findet. Darüber hinaus ist die erzielbare Ausbeute an zusätzlichem Rücklauf dadurch begrenzt, dass nur ein relativ geringer Anteil des gasförmigen Druckstickstoffs aus der Drucksäule zur Beheizung des Sumpfverdampfers der RL-Flash-Säule herangezogen werden kann, ohne dass der Auftriebsstrom an den unteren Abschnitten der Niederdrucksäule so stark herab-gesetzt wird, dass der Stickstoffgehalt im Argonseitengas so stark steigt, dass der Rohargonkondensator nicht mehr betrieben werden kann.

[0006] Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung der eingangs genannten Art zu schaffen, mittels denen eine kostengünstige Sauerstoff- und Stickstoffgewinnung mit hohen Produktausbeuten, insbesondere bei einer angeschlossenen Argonrektifikation, ermöglicht wird.

[0007] Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren und eine Vorrichtung mit den Merkmalen von Anspruch 1 und 17 gelöst.

[0008] Weiterbildungen der Erfindung sind den Unteransprüchen 2 bis 16 und 18 bis 23 zu entnehmen.

[0009] Erfindungsgemäß wird aus einem Wärmetauschernetz (Gesamtheit aller in der Coldbox an der Kühlung der ein- und austretenden Prozessströme beteilig-

ten Wärmetauscher, wie beispielsweise Hochwärmetauscher, Subcooler und LOX-Verdampfer) vorgekühlte Prozessluft in einem ersten Teilstrom überwiegend dampfförmiger Prozessluft direkt und in einem zweiten Teilstrom auf das Druckniveau der Drucksäule gedrosselt als überwiegend flüssige Prozessluft mit dem aus der Drosselung resultierenden Dampfstrom zumindest teilweise in die Drucksäule eingespeist.

[0010] Der nicht der Drucksäule zugeführte Restanteil an flüssiger Prozessluft wird auf das Druckniveau der Flüssigluftsäule gedrosselt als flüssiger und dampfförmiger Luftteilstrom in die Flüssigluftsäule und als flüssiger Rücklauf in die Niederdrucksäule eingespeist.

[0011] Die in die mit Rektifiziereinrichtungen in Form von unterschiedlich angeordneten konventionelle Böden und/oder geordnete Packungen oder Füllkörpern ausgerüstete sowie mittels eines Hauptkondensators mit der Niederdrucksäule thermisch gekoppelten Drucksäule eingespeiste Prozessluft wird bei unter einem Druck von üblicherweise 4 bis 6 bar in ein sauerstoffreiches flüssiges Sumpfprodukt und in eine stickstoffreiche dampfförmige Kopffraktion zerlegt.

[0012] Das am Kopf der Drucksäule vorliegende Stickstoffprodukt mit einem Restsauerstoffgehalt von bis zu kleiner 1 ppm wird zumindest teilweise als dampfförmiges und/oder flüssiges Produkt aus der Rektifiziersäule abgezogen.

[0013] Das in der Drucksäule rektifizierte dampfförmige Kopfprodukt wird mittels des Hauptkondensators durch indirekten Wärmeaustausch mit dabei verdampfender sauerstoffreicher flüssiger Sumpffraktion der Niederdrucksäule zumindest teilweise kondensiert und das anfallende Kondensat zumindest teilweise als Rücklauf der Drucksäule zugeführt.

[0014] Das sauerstoffreiche flüssige Sumpfprodukt der Drucksäule wird zumindest teilweise als Kühlmedium in den Kondensator der Rohargonsäule und/oder als Rücklauf in die Niederdrucksäule eingespeist.

[0015] Die in die Niederdrucksäule eingespeisten Medien werden unter einem Druck von üblicherweise 1,1 bis 1,6 bar mittels Rektifiziereinrichtungen in Form von unterschiedlich angeordneten konventionellen Böden und/oder geordneten Packungen oder Füllkörpern in ein stickstoffreiches dampfförmiges Kopfprodukt und in ein sauerstoffreiches flüssiges Sumpfprodukt zerlegt.

[0016] Soll in der Niederdrucksäule ein reines Stickstoffprodukt mit einem Restsauerstoffgehalt von 0,5 bis 10 ppm erzeugt werden, so wird einige Trennstufen unterhalb des Abgriffs für den Reinstickstoff ein gasförmiges mit bis zu 2 Vol.-% Sauerstoff verunreinigtes gasförmiges Stickstoffprodukt abgezogen.

[0017] Die mittels Hauptkondensator zumindest teilweise verdampfte Sumpfflüssigkeit steigt in der Niederdrucksäule auf und wird im Gegenstrom mit herabrieselnder Flüssigkeit rektifiziert.

[0018] Zur Gewinnung von Rohargon wird aus dem mittleren Bereich der Niederdrucksäule, dem sogenannten Argonbauch, ein argonreiches Argon-Sauerstoff-Sei-

tengas abgezogen und in die mit Rektifiziereinrichtungen in Form von unterschiedlich angeordneten geordneten Packungen und/oder Füllkörpern und Kopfkondensator ausgerüsteten Rohargonsäule eingespeist und unter einem Betriebsdruck, der nur geringfügig unter dem Betriebsdruck der Niederdrucksäule liegt, in ein gasförmiges Rohargonprodukt und in ein sauerstoffreiches flüssiges Sumpfprodukt zerlegt.

[0019] Das am Kopf der Rohargonsäule vorliegende gasförmige sauerstoffarme Rohargonprodukt mit maximal 6 Vol.-% Restsauerstoffgehalt wird durch indirekten Wärmeaustausch mit flüssigem Prozessmedium, wie beispielsweise mit Sumpfflüssigkeit der Drucksäule, zumindest teilweise zu flüssigem Rohargon kondensiert und zumindest teilweise als Rücklauf wieder der Rohargonsäule zugeführt. Mindestens ein Teil des Kopfprodukts wird entweder als dampfförmiges Produkt direkt vor Kopf oder als flüssiges Produkt aus dem Rohargonkondensator abgezogen oder eventuell nach weiteren 20 Behandlungsschritten, wie beispielsweise Anwärmen bis auf Umgebungstemperatur des gasförmigen Rohargonproduktes, Verdichtung auf ca. 4 bis 6 bar, katalytische Umsetzung des im Rohargon verbliebenen Restsauerstoffes, mit Hilfe von zugespeistem Wasserstoff zu Wasserdampf, Rückkühlen auf Umgebungstemperatur, adsorptiven Abtrennung des bei der Umsetzung mit Wasserstoff entstandenen Wasserdampfes in einem Molekularsieb, Rückkühlen des sauerstofffreien Rohargons im Gegenstrom mit dem aus der Rohargonsäule abgezogenen Rohargon, einer Reinargonsäule zur Gewinnung von stickstofffreiem Reinargonprodukt zugeführt. [0020] Der in die mit Rektifiziereinrichtungen in Form von unterschiedlich angeordneten geordneten Packungen und/oder Füllkörpern, Kopfkondensator und Sumpfverdampfer ausgerüsteten Reinargonsäule eingespeiste Rohargon wird unter einem Betriebsdruck von 1,1 bis 5 bar zu einem weitestgehend Sauerstoff und stickstoffarmen flüssigen Sumpfprodukt, von dem ein Teil als Reinargonprodukt mit weniger als 1 ppm Restsauerstoffgehalt und Reststickstoffgehalt aus der Reinargonsäule abgezogen und der in der Reinargonsäule verbleibende

5 [0021] Die in der Reinargonsäule rektifizierte Sumpfflüssigkeit wird mittels eines mit gasförmigem Prozessmedium betriebenen Sumpfverdampfers zumindest teilweise verdampft und das in der Reinargonsäule vorliegende dampfförmige stickstoffreiche Kopfprodukt mittels aus der Flüssigluftsäule eingespeister Sumpfflüssigkeit kondensiert.

produkt rektifiziert.

Teil zur Aufrechterhaltung der Rektifikation im Sumpfver-

dampfer verdampft wird, zu einem stickstoffreichen Kopf-

[0022] Der nicht kondensierbare gasförmige Inertanteil des stickstoffreichen Kopfprodukts der Reinargonsäule wird als Spülgas in die Anlagenumgebung abgeblasen.

[0023] Der beim Betrieb des Rohargonkondensators auf der Kühlmittelseite anfallende Dampf wird in die Niederdrucksäule gespeist.

[0024] Die in vorbeschriebener Weise in die Flüssigluftsäule eingespeiste dampfförmige und flüssige Prozessluft wird unter einem Druck, der zwischen dem Betriebsdruck der Druck- und der Niederdrucksäule liegt und der sich bei Einsatz von flüssiger Luft als Kühlmedium bei ca. 2,3 bis 2,6 bar einstellt, mittels der sowohl ober- als auch unterhalb der Einspeisestelle angeordneten, als konventionelle Böden und/oder geordnete Pakkungen oder Füllkörper ausgebildeten Rektifiziereinrichtungen in ein gasförmiges sauerstoffarmes Kopfprodukt und in eine sauerstoffreiche Sumpfflüssigkeit zerlegt.

[0025] Die in der Flüssigluftsäule rektifizierte Sumpfflüssigkeit wird in einem Sumpfverdampfer teilweise verdampft, um unterhalb der Einspeisestelle der verflüssigten Luft eine Rektifikation zu ermöglichen und dadurch den Sauerstoffgehalt der Sumpfflüssigkeit und damit die Ausbeute an Kopfprodukt zu steigern.

[0026] Vorteilhaft wird zur Beheizung des Sumpfverdampfers die latente Wärme eines überwiegend gasförmigen Prozessmediums und/oder die sensible Wärme einer aus dem Prozess ausgekoppelten Flüssigkeit genutzt.

[0027] Als Heizmedium zum zumindest teilweisen Verdampfen von in der Flüssigluftsäule vorliegenden Sumpfflüssigkeit findet ein aus dem Prozess ausgekoppelter Strom, wie beispielsweise Sumpfflüssigkeit der Drucksäule, ein dampfförmiger Seitengasstrom oder Kopfproduktstrom der Drucksäule und besonders bevorzugt ein dampfförmiger Seitenabzug der Rohargonsäule Verwendung, welche einzeln oder in Kombination in einen Sumpfverdampfer der Flüssigluftsäule eingespeist werden

[0028] Die als Heizmedium in dem Sumpfverdampfer der Flüssigluftsäule eingesetzte Sumpfflüssigkeit der Drucksäule wird anschließend als gekühlte Flüssigkeit der Niederdrucksäule und/oder dem Kondensator der Rohargonsäule zugeführt.

[0029] Der als Heizmedium in dem Sumpfverdampfer der Flüssigluftsäule eingesetzte Seitengasstrom oder Kopfproduktstrom der Drucksäule wird anschließend zumindest teilweise kondensiert - als Rücklaufflüssigkeit in die Niederdrucksäule und/oder als Kühlmedium in den Kopfkondensator der Rohargonsäule eingespeist.

[0030] Zudem wird aus der Flüssigluftsäule flüssiger Seitenabzug als Kühlmedium in den Kondensator der Flüssigluftsäule und/oder als Rücklaufflüssigkeit in die Druck- und Niederdrucksäule eingespeist.

[0031] Zum Verdampfen von Sumpfflüssigkeit in der Flüssigluftsäule kann auch der Einsatzstoff selber, also unter Druck stehende, tiefkalte gasförmige Prozessluft herangezogen werden, indem sie vor der Drosselung auf das Druckniveaus der Flüssigluftsäule durch den Sumpfverdampfer der Flüssigluftsäule geführt wird und dort durch Abgabe der in dem Gasstrom enthaltenen sensiblen Wärme Auftriebsgas für die Flüssigluftsäule erzeugt.

[0032] Das bei der Verflüssigung des dampfförmigen Kopfprodukts im Kondensator der Flüssigluftsäule zu-

mindest teilweise verflüssigte Prozessmedium wird als Rücklauf in die Druck- und Niederdrucksäule eingespeist bzw. als flüssiges Stickstoffprodukt abgezogen.

[0033] In einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung wird der aus dem Wärmetauschernetzwerk abgezogene Teilstrom der Prozeßluft, der nach der Drosselung auf das Druckniveau der Druck- bzw. Flüssigluftsäule in überwiegend flüssiger Form vorliegt, gedrosselt und als überwiegend flüssige Prozessluft direkt und vollständig in die Drucksäule eingespeist und aus der Drucksäule flüssige Seitenabzüge als Kühlflüssigkeit für den Kondensator und als Einsatzflüssigkeit für die Flüssigluftsäule sowie als Rücklauf für die Niederdrucksäule abgezogen.

[0034] Falls bei der Drosselung mit einer starken Dampfentwicklung zu rechnen ist, so hat es sich als günstig erwiesen, die Prozessluft vor der Drosselung in einem im Sumpf der Drucksäule angeordneten Verdampfer durch indirekten Wärmeaustauch mit dabei verdampfender Sumpfflüssigkeit der Drucksäule vorzukühlen.

[0035] Des Weiteren hat es sich als günstig erwiesen, die gesamte zu verflüssigende Luft direkt in die Flüssigluftsäule einzuspeisen und an der Einspeisestelle flüssige Seitenabzüge vorzusehen, um flüssige Luft sowohl als Kühlmedium zum Betrieb des Kondensators der Flüssigluftsäule als auch als Rücklaufflüssigkeit für die Niederdrucksäule abzuziehen, wenn aus apparativen Gründen auf eine vorhergehende Einspeisung des Flüssigluftstromes in die Drucksäule verzichtet werden soll.

[0036] In einer weiteren vorteilhaften Ausführungsform der Erfindung wird der gesamte aus dem Wärmetauschernetzwerk abgezogene und nach der Drosselung überwiegend flüssige Luftstrom in einem bei dem Betriebsdruck der Flüssigluftsäule betriebenen Abscheidebehälter, der über eine Gasleitung direkt mit der Flüssigluftsäule verbunden ist, hinein entspannt. Aus dem Abscheidebehälter werden der bei der Drosselung entstehende Dampf sowie ein Teil der flüssigen Luft als Einsatzströme in die Flüssigluftsäule eingespeist, ein weiterer Teil der flüssigen Luft wird als Kühlmedium zum Kondensator der Flüssigluftsäule geleitet und der verbleibende Teil der flüssigen Luft als Rücklaufflüssigkeit sowohl in die Niederdruck- als auch in die Drucksäule eingespeist. Dadurch dass der Behälter in ausreichender Höhe in der Coldbox angeordnet wird, ist es möglich, Flüssigkeit aus dem Abscheidebehälter allein unter Ausnutzung der geodätischen Höhendifferenz in die Drucksäule einzuspeisen. Diese Anordnung hat sich als besonders vorteilhaft erwiesen, wenn größere Mengen an Prozessluft verflüssigt werden und/oder bei der Drosselung mit hohem Dampfanfall zu rechnen ist.

[0037] Die Erfindung betrifft des Weiteren eine Vorrichtung nach den Merkmalen der Patentansprüche 17 bis 23.

[0038] Die erfindungsgemäße Tieftemperaturzerlegung von Luft zur Gewinnung von Stickstoff, Sauerstoff und Argon weist nachfolgend aufgeführte wesentliche Vorteile gegenüber dem bekannten Stand der Technik

auf:

[0039] Erfindungsgemäß wird in der Flüssigluftsäule ein rektifikatorisch nicht vorbehandelter Flüssigluftstrom eingesetzt, der einen höheren Stickstoffstoffanteil als die bisher gemäß US 5 715 706 eingesetzte Sumpfflüssigkeit der Drucksäule aufweist, wodurch bei gleichem Sauerstoffgehalt der Sumpfflüssigkeit in der Flüssigluftsäule und RL-Flash-Säule eine höhere Ausbeute an Stickstoff und durch den daraus resultierenden zusätzlichen Säulenrücklauf, eine Leistungsoptimierung der Flüssigluftsäule erzielt wird.

[0040] Die Erfindung ist besonders dann vorteilhaft einsetzbar, wenn flüssige Produkte, bevorzugt flüssiger Sauerstoff oder Stickstoff, aus den Rektifiziersäulen des Rektifiziersystems abgezogen werden sollen, um lediglich flüssige Produkte zu erzeugen oder um die flüssigen Produkte im Gegenstrom mit verdichteter Luft zu verdampfen (Innenverdichtungsanlagen und Flüssiganlagen mit integriertem Luftverflüssiger).

[0041] Die bei den bekannten Verfahren zur Luftzerlegung ebenfalls anfallende unter Druck stehende, tiefkalte Luft, die sich aufgrund der Drosselung auf das Druckniveau der verschiedenen Rektifiziersäulen zumindest teilweise verflüssigt, würde bei herkömmlicher Prozeßführung als Rücklaufflüssigkeit in die Druck- bzw. Niederdrucksäule eingespeist und würde dabei die Rücklaufverhältnisse in diesen Säulen nur unwesentlich verbessern.

[0042] Durch die erfindungsgemäße Vortrennung der verflüssigten Luft in der Flüssigluftsäule wird ein sauerstoffarmes Kopfprodukt erzeugt, dass oberhalb der Einspeisestelle für die flüssige Luft in die Niederdrucksäule als zusätzlicher Rücklauf eingespeist werden kann, wodurch sich die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren erzielbare Argonausbeute um 5 bis 10% verbessert.

[0043] Ein weiterer wesentlicher Vorteil der erfindungsgemäß mit Flüssigluft bespeisten Flüssigluftsäule liegt darin, dass in der Niederdrucksäule ein reines gasförmiges Stickstoffprodukt erzeugt werden kann, ohne dafür in der Drucksäule eine entsprechend sauerstoffarme Waschflüssigkeit erzeugen zu müssen.

[0044] Dadurch, dass die zur Erzeugung des reinen Stickstoffproduktes in der Niederdrucksäule erforderliche Rücklaufflüssigkeit vor Kopf der Flüssigluftsäule abgezogen wird, kann die Drucksäule mit bis zu 15 bis 20 Trennstufen weniger versehen und dementsprechend die Bauhöhe der Coldbox verringert und somit die Anlagenkosten wesentlich verringert werden.

[0045] Besonders bewährt hat sich eine Verfahrensweise, bei der - im Unterschied zu US 5 715 706 - zur Kühlung des Kopfkondensators der Flüssigluftsäule rektifikatorisch unbehandelte verflüssigte Prozessluft oder ein flüssiger Seitenabzug der Flüssigluftsäule, welcher an der Einspeisestelle der Flüssigluftsäule entnommen wird, Verwendung findet. Dazu wird die verflüssigte Prozessluft bzw. der flüssige Seitenabzug der Flüssigluftsäule direkt oder nach weiterer Vorkühlung auf das Druckniveau der Niederdrucksäule gedrosselt und dem

Kopfkondensators der Flüssigluftsäule zugeführt.

[0046] Durch den Betrieb des Kopfkondensators mit verflüssigter Luft wird erreicht, dass der Betriebsdruck der Flüssigluftsäule nur um etwa 1 bar über dem der Niederdrucksäule liegt, wodurch im Vergleich zur Drucksäule der Trennaufwand, d.h. die Anzahl der Trennstufen um bis zu 10 verringert und/oder die benötigte Rücklaufmenge gesenkt und damit die Stickstoffausbeute in der Flüssigluftsäule entsprechend gesteigert wird.

[0047] Vorteilhaft ergeben sich durch den druckreduzierten Betrieb der Flüssigluftsäule eine Vielzahl von, dem jeweiligen spezifischen Rektifiziersystem optimal angepaßte Integrationsmöglichkeiten für die Flüssigluftsäule.

[0048] Des Weiteren hat es sich als besonders günstig erwiesen, zusätzlich zu der bekannten Beheizung des Sumpfverdampfers der Flüssigluftsäule dampfförmiges Kopfprodukt der Drucksäule, auch die sensible Wärme aus dem Sumpfprodukt der Drucksäule und/oder eines aus dem Wärmetauschernetzwerk abgezogenen, unter Druck stehenden und bei der Drosselung auf das Druckniveau der Druck- bzw. der Flüssigluftsäule verflüssigten, tiefkalten Luftteilstrom einzusetzen.

[0049] Dazu wird die aus dem Anlagenprozess ausgekoppelte Wärme mittels des Sumpfverdampfers derart in die Flüssigluftsäule eingekoppelt, dass die Sauerstoffkonzentration in der Sumpfflüssigkeit der Flüssigluftsäule zwischen 45 und 70 Prozent beträgt. Auf diese Weise kann der Umsatz in der Flüssigluftsäule und damit die Ausbeute an sauerstoffarmes Kopfprodukt in der Flüssigluftsäule, besonders im Vergleich zur Drucksäule, so gesteigert werden, dass für die obere Sektion der Niederdrucksäule bis zu 12% mehr Rücklauf zur Verfügung steht.

35 [0050] Dadurch, dass aus der Rohargonsäule ein dampfförmiger Seitenstrom mit einem Sauerstoffgehalt von 30 bis 90% abgezogen und in der Sumpfheizung der Flüssigluftsäule durch indirekten Wärmetausch zumindest teilweise verflüssigt und wieder in die Rohargonsäule eingespeist wird, sind folgende wesentlichen Vorteile erzielbar:

- Verringerung der Irreversibilitäten bei der Luftzerlegung aufgrund der geringen Temperaturunterschiede der beim erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Heiz- und Kühlmedien;
- Variabilität hinsichtlich Anlagenkosten, Energieeinsatz und Produktausbeuten durch den einen optimalen Temperaturgradient in der Sumpfheizung der Flüssigluftsäule ermöglichenden Rohargonsäulen-Anstich;
- Senkung der Anlagenkosten für die Coldbox und für die Rektifiziersäule durch Verringerung der Rektifiziereinrichtungen und anderer Einbauten sowie Verringerung des Querschnitts der Rohargonsäule oberhalb des Seitengasabzugs;

45

50

20

Verringerung der Anlagenkosten durch Einsatz eines Kopfkondensators mit kleinerer Abmessung in der Rohargonsäule.

[0051] Es können zwischen 7 und 12% des in der Rohargonsäule aufsteigenden Dampfes als Heizmedium für die Sumpfheizung der Flüssigluftsäule eingesetzt werden, ohne dass die Argonausbeute bei gleicher Anzahl von theoretischen Trennstufen in der Rohargonsäule um mehr als 0,5% sinkt.

[0052] Erfindungsgemäß wird nicht nur die Ausbeute an sauerstoffarmen Kopfprodukt in der Flüssigluftsäule erhöht, sondern zudem auch die Irreversibilitäten in der Rohargonsäule vermindert.

[0053] Ein weiterer wesentlicher Vorteil der Erfindung besteht darin, dass ein flüssiger Seitenabzug oder ein Teil des Sumpfprodukts der Flüssigluftsäule zur Kühlung des Kopfkondensators der Reinargonsäule eingesetzt werden kann. Durch den Einsatz des Seitenabzugs bzw. Sumpfprodukts der Flüssigluftsäule als Kondensationsmedium in der Reinargonsäule kann das bei herkömmlicher Prozessführung zu diesem Zweck eingesetzte flüssige Kopfprodukt der Drucksäule substituiert und stattdessen als zusätzliche Rücklaufflüssigkeit in der Niederdrucksäule eingesetzt werden, wodurch sich die Argonausbeute noch einmal zusätzlich erhöht und/oder die Anzahl der Trennstufen in der Niederdrucksäule verringert werden kann.

[0054] Außerdem ist durch die im Reinargonkondensator erfolgende zusätzliche Auftrennung des an einer prozesstechnisch günstigen Stelle in die Niederdrucksäule aus der Flüssigluftsäule eingespeisten Sumpfprodukts eine weitere Verringerung des Trennaufwandes und damit eine Optimierung des Trennprozesses in der Niederdrucksäule möglich.

[0055] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird die verflüssigte Luft zunächst vollständig oder teilweise in die Drucksäule eingespeist und aus der Drucksäule in Form von flüssigen Seitenabzügen als Einsatzmedium für die Flüssigluftsäule, sowie als Kondensationsmedium für den Kopfkondensator der Flüssigluftsäule verwandt und der verbleibende Anteil der flüssigen Luft als Rücklaufflüssigkeit in die Niederdrucksäule eingespeist.

[0056] Besonders bewährt hat sich eine Verfahrensweise, bei der die verflüssigte Luft vor der Entspannung und Aufteilung auf die Druck-, Niederdruck- und Flüssigluftsäule durch einen im Sumpf der Drucksäule angeordneten Verdampfer geleitet und dort durch indirekten Wärmetausch vorgekühlt wird, wodurch sich die Irreversibilitäten des Drosselvorgangs minimieren lassen und durch den als nicht vollständige theoretische Trennstufe wirkenden Sumpfverdampfer die Ausbeute an Kopfprodukt in der Drucksäule erhöht wird.

[0057] In einer weiteren vorteilhafte Ausführungsform der erfindungsgemäßen Luftzerlegung wird der Flüssigluftsäule des Rektifiziersystems ein in möglichst großer Höhe in der Coldbox angeordneter Abscheidebehälter

vorgeschaltet. In den mit gleichem Betriebsdruck wie die Flüssigluftsäule arbeitenden Abscheidebehälter wird der tiefkalte unter Druck stehende Flüssigluftstrom hinein entspannt. Der bei der Entspannung in dem Abscheidebehälter entstehende Dampf wird mit einem Teilstrom der bei der Drosselung verflüssigten Luft in die nachgeschaltete Flüssigluftsäule eingespeist.

[0058] Es hat sich als günstig erwiesen, zusätzlich gekühlte Flüssigluft als Kühlmedium in den Kopfkondensator der Flüssigluftsäule hinein zu entspannen. Die nicht in die Flüssigluftsäule und als Kühlmedium für den Kopfkondensator der Flüssigluftsäule benötigte Flüssigluft wird in die Druck- und Niederdrucksäule eingespeist.

[0059] Da mit der Flüssigluftsäule eine zusätzliche Quelle von Rücklaufflüssigkeit für die Niederdrucksäule vorhanden ist, kann in der Niederdrucksäule ein reines Stickstoffprodukt mit einem Restsauerstoffgehalt von 0,5 bis 10 ppm erzeugt werden, ohne dass dafür in der Drucksäule ein entsprechend reine Rücklaufflüssigkeit erzeugt werden muß, wodurch in der Drucksäule weniger Trennstufen zur Erzeugung eines Kopfproduktes mit Restsauerstoffgehalten von 0,5 bis 2 Vol.-% benötigt werden, ohne dass die Argon- und Sauerstoffausbeute in der Niederdrucksäule davon negativ beeinflusst wird.

[0060] Die Erfindung wird nachfolgend anhand von in der Zeichnung dargestellten, bevorzugten Ausführungsbeispielen näher erläutert.

[0061] Es zeigen:

- Fig. 1 eine schematische Darstellung eines erfindungsgemäßen Verfahrens zur Luftzerlegung mit einer zur Luftvorrektifizierung eingesetzten Flüssigluftsäule mit Rohargongewinnung;
- 35 Fig. 2 eine schematische Darstellung des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Luftzerlegung mit einer zur Luftvorrektifizierung eingesetzten FLüssigluftsäule Rohargongewinnung;
- 40 Fig. 3 eine schematische Darstellung des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Luftzerlegung mit aus Abscheider und Flüssigluftsäule bestehender Luftvorrektifizierung mit Roh- und Reinargongewinnung;
 - Fig. 4 eine graphische Darstellung der Irreversibilitäten in der Rohargonsäule bei Abzug eines dampfförmigen Teilstromes;
- [0062] In ein in Fig. 1 schematisch dargestelltes Rektifiziersystem mit einer aus Druck- und Niederdrucksäule 1,3 mit gemeinsamen Hauptkondensator 2 bestehenden Rektifiziersäule, welche mit einer Rohargon- und Flüssigluftsäule 10, 17 verbunden ist, wird die gesamte Prozessluft vor ihrer Einspeisung in ein aus der Gesamtheit aller in der Coldbox angeordneten Wärmetauscher, wie beispielsweise Hauptwärmetauscher, Tiefkühler und/ oder weitere separate Wärmetauscher bestehendes

Wärmetauschernetzwerk auf ein nur geringfügig höheres Druckniveau als das der Drucksäule 1, welches sich üblicherweise zwischen 4 und 6 bar bewegt, verdichtet und auf Umgebungstemperaturniveau von störenden Nebenbestandteilen wie Wasserdampf und Kohlendioxid, gereinigt. Ein Teilstrom der so vorgereinigten Luft, dessen Anteil an der Gesamtluft von der Menge der flüssigen bzw. innenverdichteten gasförmigen Produkte abhängt, wird vor der Einspeisung in das Wärmetauschernetzwerk auf einen Druck, der sich nach dem geforderten Druckniveau der aus der Anlage abzuziehenden innenverdichteten Produktströme richtet und üblicherweise zwischen 10 und 80 bar liegt, nachverdichtet. Die auf dem Druckniveau der Drucksäule 1 zur Verfügung stehende verdichtete und gereinigte Prozessluft wird in dem Wärmetauschernetzwerk, bis in die Nähe ihres Taupunkts abgekühlt und als überwiegend dampfförmiger erster Teilstrom 4 über eine Leitung 63 direkt unterhalb von Rektifiziereinrichtungen 47 in die mittels des Hauptkondensators 2 mit der Niederdrucksäule 3 thermisch gekoppelten Drucksäule 1 eingespeist.

[0063] Der auf das höhere Druckniveau geförderte zweiteTeilstrom 5 der Prozessluft wird ebenfalls im Wärmetauschernetzwerk abgekühlt und in eine Leitung 64 mit Drossel 45 auf das Druckniveau der Drucksäule entspannt und als flüssiger Luftteilstrom 5b zusammen mit dem bei der Entspannung in der Drossel 45 entstandenen dampfförmigen Luftteilstrom 5c über eine Leitung 65 oberhalb der unteren Rektifiziereinrichtungen 47 in die Drucksäule 1 eingespeist. Mit dem Begriff der Drossel wird in diesem Zusammenhang jede zur Druckreduzierung geeignete Einrichtung, wie beispielsweise eine Armatur mit beweglichen Teilen, aber auch eine einfache Querschnittsverjüngung der Leitung, bezeichnet. Die in die mit Rektifiziereinrichtungen 47 in Form von unterschiedlich angeordneten konventionellen Böden und/ oder geordneten Packungen oder Füllkörpern ausgerüstete Drucksäule 1 unterhalb der unteren Rektifiziereinrichtungen 47 eingespeiste überwiegend dampfförmige Prozessluft 4 wird gemeinsam mit dem im unteren Bereich oberhalb der unteren Rektifiziereinrichtungen 47 der Drucksäule 1 eingespeisten flüssigen Luftteilstrom 5b und dem dampfförmigen Luftteilstrom 5c in ein sauerstoffreiches flüssiges Sumpfprodukt 6 und in ein sauerstoffarmes dampfförmiges Stickstoffprodukt 7 mit einem Restsauerstoffgehalt von üblicherweise 0,5 - 10 ppm zerlegt. Das am Kopf der Drucksäule 1 anfallende dampfförmige Stickstoffprodukt wird teilweise als dampfförmiges Druckstickstoffprodukt 7a über eine Leitung 40 abgezogen und der in der Drucksäule 1 verbleibende Produktanteil in dem Kondensator 2 mittels indirekten Wärmeaustausch mit dabei verdampfenden flüssigen Sumpfprodukt 8 der Niederdrucksäule 3 kondensiert. Das auf diese Weise erzeugte Kondensat wird über ein Leitung 9 als Rücklaufflüssigkeit auf die Druck- und Niederdrucksäule 1, 3 verteilt bzw. als flüssiges Stickstoffprodukt 7b über eine Leitung 41 mit einem Restsauerstoffgehalt von 0,5 bis 10 ppm abgezogen.

[0064] Der durch den Kondensator 2 an den Betriebsdruck der Niederdrucksäule 3 von üblicherweise 1,2 bis 1,6 bar gekoppelte Betriebsdruck der Drucksäule 1 liegt zwischen 4 und 6 bar. Die in der Drucksäule 1 rektifizierte Sumpfflüssigkeit 6 wird durch eine mit einer Drossel 48a ausgerüsteten Leitung 48 als Rücklauf in die Niederdrucksäule 3 und über eine weitere mit einer Drossel 49a versehenen Leitung 49 als Kühlflüssigkeit in den, bei gleichem Betriebsdruck wie die Niederdrucksäule 3 arbeitenden, in der Regel als Thermosiphon ausgebildeten Kopfkondensator 11 der Rohargonsäule 10 hinein entspannt. Die in die mit Rektifiziereinrichtungen 50 in Form von unterschiedlich angeordneten konventionellen Böden und/oder geordneten Packungen oder Füllkörpern ausgerüsteten Niederdrucksäule 3 zugeführten flüssigen und gasförmigen Ströme werden mit Hilfe des im Sumpf verdampfenden sauerstoffreichen flüssigen Sumpfprodukts 8 bei einem Betriebsdruck von üblicherweise 1,2 bis 1,6 bar in ein sauerstoffarmes dampfförmiges Stickstoffprodukt 12 mit einem Restsauerstoffgehalt von 0,2 bis 10 ppm und in das sauerstoffreiche flüssige Sumpfprodukt 8 mit einem Sauerstoffgehalt von mindestens 99,5 Vol.-% zerlegt.

[0065] Um gleichzeitig sowohl ein reines Stickstoffprodukt 12 als auch ein reines Sauerstoffprodukt 8a,b über Leitung 43, 42 aus der Niederdrucksäule 3 abziehen zukönnen, wird im oberen Abschnitt der Niederdrucksäule 3 auch ein mit Sauerstoff verunreinigt dampfförmiger Stickstoffstrom 12a mit einem Sauerstoffgehalt von 0,1 bis 2% abgezogen.

[0066] Das in der Niederdrucksäule 3 rektifizierte flüssige Sauerstoffprodukt 8a kann über eine Leitung 43 und das in der Niederdrucksäule 3 vorliegende dampfförmige Sauerstoffprodukt 8b über eine Leitung 42 aus der Niederdrucksäule 3 zur weiteren Verwendung abgezogen werden. Der in der Niederdrucksäule 3 verbleibende Restanteil an Sumpfflüssigkeit 8 wird zur Aufrechterhaltung der Rektifikation durch indirekten Wärmeaustausch in dem üblicherweise als Thermosiphon, in Sonderfällen auch als Fallstromverdampfer, ausgebildeten Kondensator 2 verdampft. Aus der Niederdrucksäule 3 wird im mittleren Säulenbereich, dem sogenannten Argonbauch, ein einem Anteil von etwa 30% der vom Kondensator 2 aufsteigenden Dampfmenge entsprechendes Argon-Sauerstoffgemisch 13 mit einem Argongehalt von üblicherweise 8 bis 12 Vol.-% abgezogen und über eine Leitung 13a in die Rohargonsäule 10 eingespeist. Das in die mit Rektifiziereinrichtungen 51 in Form von unterschiedlich angeordneten Böden und/oder geordneten Packungen oder Füllkörpern ausgerüstete Rohargonsäule 10 eingespeiste gasförmige Argon-Sauerstoff-Gemisch wird in ein sauerstoffreiches flüssiges Sumpfprodukt 15 und in ein sauerstoffarmes dampfförmiges Rohargonprodukt 14 rektifiziert. Das Rohargonprodukt 14 wird als dampfförmiges bzw. flüssiges Rohargonprodukt 14a, b mit einem Restsauerstoffgehalt von 0,2 bis 5 Vol.-% über eine Leitung 33a, 33b aus der Rohargonsäule 10 zur weiteren Verwendung abgezogen. Der nicht

als Produkt vor Kopf der Rohargonsäule 10 abgezogene dampfförmige Rohargonstrom wird in dem, üblicherweise als Thermosiphon ausgebildeten Kondensator 11 durch indirekten Wärmeaustausch mit dabei verdampfenden Kühlmedium, üblicherweise Sumpfflüssigkeit 6 der Drucksäule 1, kondensiert und als Rücklauf wieder in die Rohargonsäule 10 eingespeist. Der bei der Kondensation auf der Kühlmittelseite im Kondensator 11 erzeugte Dampf wird über eine Leitung 53 in dem mittleren Abschnitt der Niederdrucksäule 3 eingespeist. Das in der Rohargonsäule 10 rektifizierte sauerstoffreiche flüssige Sumpfprodukt 15 wird über eine Leitung 62 wieder in die Niederdrucksäule 3 eingespeist. Aus dem unteren Abschnitt der Rohargonsäule 10 werden zwischen 7 und 15% des in der Rohargonseite aufsteigenden Dampfes als Seitengas mit einem Sauerstoffgehalt von 20 bis 90 Vol.-% entnommen und über die Leitung 20 einem Sumpfverdampfer 21 der Flüssigluftsäule 17 zugeführt, in dem das Seitengas durch indirekten Wärmeaustausch mit dabei verdampfender Sumpfflüssigkeit kondensiert und als Rücklaufflüssigkeit über die Leitung 52 wieder in Rohargonsäule 10 eingespeist wird. Der nicht direkt in die Drucksäule 1 eingespeiste Teil des flüssigen Luftteilstroms 5b der Prozessluft wird mittels einer in einer Leitung 46 angeordneten Drossel 46a auf den Betriebsdruck der Flüssigluftsäule 17, welcher zwischen dem Betriebsdruck der Druck- und Niederdrucksäule 1, 3 liegt, entspannt und zumindest teilweise als flüssiger Luftteilstrom 5d zusammen mit dem bei der Entspannung erzeugten dampfförmigen Luftteilstrom 5e, in die mit Rektifiziereinrichtungen 54 in Form von unterschiedlich angeordneten konventionellen Böden und/oder geordneten Packungen oder Füllkörpern ausgerüsteten Flüssigluftsäule 17 eingespeist. Die in der Flüssigluftsäule 17 eingespeisten Luftteilströme 5d, e werden mittels der Rektifiziereinrichtungen 54 in ein sauerstoffarmes dampfförmiges Stickstoffprodukt 18 mit einem Restsauerstoffgehalt von 0,5 bis 10 ppm und in ein sauerstoffreiches flüssiges Sumpfprodukt 19 rektifiziert. Das in der Flüssigluftsäule 17 rektifizierte flüssige Sumpfprodukt 19 weist einen Sauerstoffgehalt von 40 bis 70 Vol.-% auf.

[0067] Der in die Flüssigluftsäule 17 eingespeiste flüssige Luftteilstrom 5d wird zu einem überwiegenden Teil in Höhe seiner Einspeisestelle aus der Flüssigluftsäule 17 wieder abgegriffen und über eine Leitung 23 mit Drossel 55 in einem Kopfkondensator 22 der Flüssigluftsäule 17 eingespeist. Die nicht in den Kopfkondensator 22 der Flüssigluftsäule 17 eingespeiste flüssige Luft wird als flüssiger Lufteilstrom 5f über eine Leitung 16 mittels Drossel 56 in den Bereich der oberen Rektifiziereinrichtungen 50 der Niederdrucksäule 3 hinein entspannt.

[0068] Der kühlmittelseitige Betriebsdruck des üblicherweise als Thermosiphon ausgebildeten Kondensators 22 liegt nur geringfüg oberhalb des Betriebsdrucks der Niederdrucksäule 3, so dass der bei der Verdampfung der Flüssigluft entstehende Dampf über eine Leitung 25 in die Niederdrucksäule 3 eingespeist werden kann.

[0069] Durch den Betrieb des Kopfkondensators 22 mit der über Leitung 23 als Kühlmedium zugeführten, nur einen Sauerstoffgehalt von 15 bis 23 Vol.-% aufweisenden flüssigen Luft liegt das Flüssigbad des Kopfkondensators 22 in einem Temperaturbereich von ca. 87 bis 89 K, sodass die Flüssigluftsäule 17 bei einem Betriebsdruck von 2,2 bis 2,6 bar betrieben werden kann.

[0070] Das in der Flüssigluftsäule 17 vor Kopf anfallende sauerstoffarme dampfförmige Stickstoffprodukt 18 wird als gasförmiges, sauerstoffarmes Kopfprodukt 18 c aus der Flüssigluftsäule 17 abgezogen und/oder durch indirekten Wärmeaustausch im Kopfkondensator 22 mit dabei verdampfender flüssiger Luft kondensiert und teilweise als Rücklaufflüssigkeit wieder in die Flüssigluftsäule 17 eingespeist. Das nicht als Rücklaufflüssigkeit in die Flüssigluftsäule 17 eingespeiste Kondensat 18b wird über eine Leitung 24 mittels Drossel 57 als zusätzlicher Rücklauf oberhalb der Rektifiziereinrichtungen 50 in die Niederdrucksäule 3 eingespeist.

[0071] Der in einem Sumpfverdampfer 21 der Flüssigluftsäule 17 nicht verdampfte Anteil an sauerstoffreichen flüssigen Sumpfprodukt 19 wird über eine Leitung 58 der Niederdrucksäule 3 zugeführt.

[0072] Im Unterschied zu der in Figur 1 dargestellten Ausführungsform der Erfindung wird in Figur 2 ein Rektifiziersystem gezeigt, bei dem in der Niederdrucksäule 1 zwar ebenfalls ein reines Stickstoffprodukt 12 mit einem Restsauerstoffgehalt von 0,5 bis 10 ppm abgezogen wird, in dem aber die dazu benötigte Rücklaufflüssigkeit 18b ausschließlich aus der Flüssigluftsäule 17 abgezogen wird.

[0073] In der Drucksäule 1 wird kein Druckstickstoffprodukt mehr erzeugt und dafür die Anzahl der Trennstufen reduziert und vor Kopf ein flüssiger Stickstoffstrom 9a über die Leitung 9 mit einem Restsauerstoffgehalt von 0,5 bis 3 Vol.-% abgezogen und als Rücklaufflüssigkeit in die Niederdrucksäule 3 eingespeist.

[0074] Darüber hinaus wird in dem in Figur 2 dargestellten erfindungsgemäßen Rektifikationssystem, der aus dem Wärmetauschernetzwerk abgekühlte unter einem Druck von 10 bis 80 bar stehende zweite Luftteilstrom 5 nicht wie in Figur 1 gezeigt auf das Druckniveau der Drucksäule gedrosselt, sondern vor der Druckabsenkung in der Drossel 46a mittels einer Leitung 66 zum Sumpfverdampfer 21 geführt und durch indirekten Wärmetausch mit dabei verdampfender Sumpfflüssigkeit vorgekühlt und anschließend über die Leitung 46 zu der Drossel 46a geleitet und auf das Druckniveau der Flüssigluftsäule 17 entspannt. Die verflüssigte Luft 5d wird zusammen mit dem bei der Entspannung entstandenen Dampfstrom 5e vollständig in die Flüssigluftsäule 17 eingespeist. Ein Teilstrom der verflüssigten Luft wird aus einem Seitenabzug Flüssigluftsäule 17wieder abgezogen und als Kühlflüssigkeit für den Kondensator 22 sowie als Rücklaufflüssigkeit für die Niederdrucksäule 3 eingesetzt.

[0075] Figur 3 zeigt ein erfindungsgemäßes Rektifikationssystem, bei dem im Gegensatz zu dem in Figur 1

gezeigten Rektifikationssystem ein Teil des Sumpfprodukts 19 der Flüssigluftsäule 17 über eine Leitung 59 als Kühlmedium in einen Kondensator 31 einer mit herkömmlichen Rektifiziereinrichtungen 39 ausgerüsteten Reinargonsäule 32 eingespeist wird, wobei der kühlmittelseitige Betriebsdruck des üblicherweise als Thermosiphon ausgebildeten Reinargonkondensators 31 nur so geringfügig oberhalb des Betriebsdruckes der Niederdrucksäule 3 liegt, dass die eingesetzte verdampfende Sumpfflüssigkeit 19 zusammen mit dem Dampfstrom von dem Rohargonkondensator 11 wieder in die Niederdrucksäule 3 eingespeist werden kann. In die Reinargonsäule 32 wird dazu über die Leitung 33b ein flüssiges sauerstofffreies Rohargonprodukt 14b eingespeist, dass in ein stickstoff- und sauerstofffreies Sumpfprodukt 34 und ein stickstoffreiches Kopfprodukt 35 rektifiziert wird. Das Kopfprodukt 35 wird als gasförmiger Inertstrom 38 über eine mit einer Drossel 38a versehene Leitung 29 abgezogen und in die Umgebung abgeblasen. Über eine weitere Leitung 69 wird der auf der Kühlmittelseite des Kondensators 31 entstehende Dampf in Höhe der Rektifiziereinrichtungen 50 in die Niederdrucksäule 3 eingespeist. Zur Erzeugung des für die Rektifikation benötigten Auftriebsgases wird Sumpfflüssigkeit 34 durch indirekten Wärmeaustausch in einer Sumpfheizung 37 mit dabei kondensierenden dampfförmigen Stickstoff 7a, der über eine Rohrleitung 36 aus der Drucksäule 1 eingespeist wird, verdampft. Der nicht verdampfte Teil an Sumpfflüssigkeit 34 wird über eine Leitung 68 als Flüssigprodukt abgezogen und der bei der Kondensation im Sumpfverdampfer 37 kondensierte flüssige Stickstoff über eine Leitung 44 wieder in die Drucksäule 1 zurückgespeist.

[0076] Der weitere Unterschied des in Figur 3 dargestellten Rektifikationssystems zu dem Rektifiziersystem der Figur 1 besteht darin, dass der aus dem Wärmetauschernetzwerk abgezogene zweite Luftteilstrom 5 über eine mit einer Drossel 67a versehene Leitung 67 direkt und vollständig in einen Abscheidebehälter 27 hinein entspannt wird, dessen Betriebsdruck nur so geringfügig oberhalb dem der Flüssigluftsäule 17 liegt, dass der gesamte bei der Drosselung entstehende Dampf 5e aus dem Abscheidebehälter 27 über eine Leitung 28 direkt in die Flüssigluftsäule 17 eingespeist werden kann. Der Abscheidebehälter 27 wird so weit oben in der Coldbox angeordnet, dass ein Teil der flüssigen Luft 5d über die Leitung 59 aufgrund der geodätischen Höhendifferenz in die Drucksäule 1 eingespeist werden kann. Aus dem Abscheidebehälter 27 wird darüber hinaus noch mindestens ein weiterer Teil des flüssigen Luftteilstroms 5d über die Leitung 59 abgezogen und in die Flüssigluftsäule 17 eingespeist. Der Abzug von Kühlmedium für den Kondensator 22 der Flüssigluftsäule 17 sowie von Rücklaufflüssigkeit 5f erfolgt wie bereits in Figur 1 gezeigt als Seitenabzug aus der Flüssigluftsäule 17 könnte aber alternativ auch direkt aus dem Abscheidebehälter 27 erfolgen.

[0077] Figur 4 zeigt eine graphische Darstellung der Irreversibilitäten in der Rohargonsäule 10 bei Betrieb mit

und ohne Seitenkondensator 11. Dazu sind auf der Ordinate die einzelnen Böden und auf der Abzisse der Exergieverlust als Maß für die Irreversibilitäten auf jedem Boden aufgetragen. Man erkennt, daß die Fläche unter der Kurve für den Exergieverlust der Rohargonsäule 10 mit Seitenabzug deutlich kleiner ist, als die Kurve für eine Rohargonsäule 10 ohne Seitenabzug.

Bezugszeichen-Aufstellung

[0078]

	1	Drucksäule				
	2	Hauptkondensator				
5	3	Niederdrucksäule				
	4	erster Teilstrom Prozessluft (überwiegend				
		dampfförmig)				
	5	zweiter Teilstrom Prozessluft (10 bis 80 bar)				
	5a	überwiegend flüssiger Luftteilstrom (von 5)				
20	5b	flüssiger Luftteilstrom				
	5c	dampfförmiger Luftteilstrom				
	5d	flüssiger Lufttteilstrom				
	5e	dampfförmiger Luftteilstrom				
	5f	flüssiger Luftteilstrom				
25	6	sauerstoffreiches flüssiges Sumpfprodukt (1)				
	7	sauerstoffarmes dampfförmiges Stickstoffpro-				
		dukt (1)				
	7a	dampfförmig abgezogenes Stickstoffprodukt				
		(1)				
30	7b	flüssig abgezogenes Stickstoffprodukt (1)				
	8	sauerstoffreiches flüssiges Sumpfprodukt (3)				
	8a	dampfförmig abgezogenes Sauerstoffprodukt				
		(3)				
	8b	flüssig abgezogenes Sauerstoffprodukt (3)				
35	9	Flüssigleitung (Kondensat von7)				
	9a	flüssiger Stickstoffstrom				
	10	Rohargonsäule				
	11	Kondensator (10)				
	12	sauerstoffarmes dampfförmiges Stickstoffpro-				
10		dukt				
	12a	mit Sauerstoff verunreinigtes dampfförmiges				
		Stickstoffprodukt				
	13	gasförmiges argonreiches Argon-Sauerstoff-				
		Gemisch				
15	13a	Gasleitung (13)				
	14 sauerstoffarmes dampfförmiges Rohargonp					
		dukt (10)				
	14a	dampfförmig abgezogenes Rohargonprodukt				
	14b	flüssig abgezogenes Rohargonprodukt (10)				
50	15	sauerstoffreiches flüssiges Sumpfprodukt (10)				
	16	Flüssigleitung (5f)				
	17	Flüssigluftsäule				
	18	Gasförmiges sauerstoffarmes Kopfprodukt				
	40	(17)				
55	18a	als Flüssigkeit abgezogenes Stickstoffprodukt				
	401	(17)				
	18b	flüssig zur Niederdrucksäule (1) abgezogenes				

Stickstoffprodukt (17)

18c	dampfförmig entnommenes sauerstoffarmes		68	Flüssigleitung (34)
4.0	Kopfprodukt (17)		69	Gasleitung (34-3)
19	Flüssiges sauerstoffreiches Sumpfprodukt (17)			
20	gasförmiger Seitenabzug (10-21)	_	D-4	antan ann'i ah a
21	Sumpfverdampfer (17)	5	Pat	entansprüche
22	Kopfkondensator (17)			Y/ ()
23	Flüssigleitung (17-22)		1.	Verfahren zur Tieftemperaturzerlegung von Luft zur
24	Flüssigleitung (17-3)			Gewinnung von Stickstoff, Sauerstoff und Argon, bei
25	Dampfstrom (22-3)	40		welchem in einem Rektifiziersystem mit mindestens
26	-	10		einer mittels Hauptkondensator (2) thermisch mit-
27	Abscheidebehälter			einander gekoppelten Druck- und Niederdrucksäule
28	Gasleitung (27-17)			(1, 3), mit mindestens einer Rohargonsäule (10) und
29	Gasleitung (32-Umgebung)			einer Flüssigluftsäule (17) verbundenen zweistufi-
30	- Kanflandanastar (22)	15		gen Rektifiziersäule:
31	Kopfkondensator (32)	15		a) vardichtata vargarajajata in ajaam Wärma
32	Reinargonsäule Gasleitung (14a)			a) verdichtete, vorgereinigte, in einem Wärme-
33a	• • •			tauschemetzwerk vorgekühlte Prozessluft in ei-
33b	Flüssigleitung (14b)			nem ersten überwiegend gasförmigen Teilstrom
34 35	Sumpfprodukt (32) Kopfprodukt (32)	20		(4) direkt in die Drucksäule (1) und in einem
	• • • • • • •	20		zweiten Teilstrom (5) nach Drosselung (45) auf
36 37	Gasleitung (1-32)			den Betriebsdruck der Drucksäule (1) überwie-
38	Sumpfverdampfer (32)			gend flüssigen Teilstrom (5a) zumindest teilwei- se als flüssiger Luftteilstrom (5b) in die Druck-
38a	Abgezogener gasförmiger Inertstrom (32) Drossel (38)			- · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
30a 39	Rektifiziereinrichtungen (32)	25		säule (1) und ein weiterer Teil des flüssigen Luft- teilstroms (5b) nach weiterer Drosselung (46a)
40	Gasleitung (7a)	20		auf den Betriebsdruck der Flüssigluftsäule (17)
41	Flüssigleitung (7b)			zumindest teilweise als flüssiger und gasförmi-
42	Gasleitung (8b)			ger Luftteilstrom (5d, e) in die Flüssigluftsäule
43	Flüssigleitung (8a)			(17) und aus der Flüssigluftsäule (17) als über-
44	Flüssigleitung (32-1)	30		wiegend flüssiger Luftteilstrom (5f) nach Dros-
45	Drossel (5)	00		selung (56) in die Niederdrucksäule (3) einge-
46	Flüssigleitung (5b)			speist werden;
46a	Drossel (in 46)			b) die in die Drucksäule (1) eingespeiste Pro-
47	Rektifiziereinrichtungen (1)			zessluft (4, 5a, b, c) mittels Rektifiziereinrichtun-
48	Flüssigleitung (6)	35		gen (47) in ein sauerstoffreiches flüssiges
48a	Drossel (in 48)			Sumpfprodukt (6) und in ein sauerstoffarmes
49	Flüssigleitung (6)			dampfförmiges Stickstoffprodukt (7) rektifiziert
49a	Drossel (in 49)			werden;
50	Rektifiziereinrichtungen (3)			c) das in der Drucksäule (1) rektifizierte dampf-
51	Rektifiziereinrichtungen (10)	40		förmige Stickstoffprodukt (7) mittels des Haupt-
52	Flüssigleitung (17-10)			kondensators (2) in indirektem Wärmeaus-
53	Dampfleitung (10-3)			tausch mit dabei verdampfendem sauerstoffrei-
54	Rektifiziereinrichtungen (17)			chen flüssigen Sumpfprodukt (8) der Nieder-
55	Drossel (23)			drucksäule (3) zumindest teilweise kondensiert
56	Drossel (16)	45		und das bei der Verdampfung anfallende Kon-
57	Drossel (in 24)			densat zumindest teilweise als Rücklauf (9) wie-
58	Flüssigleitung (17-3)			der in die Druck- und Niederdrucksäule (1, 3)
59	Flüssigleitung (17-31)			eingespeist wird;
59a	Drossel (59)			d) das sauerstoffreiche flüssige Sumpfprodukt
60	Flüssigleitung (27-17)	50		(6) der Drucksäule (1) als Kühlmedium für einen
61	-			Kondensator (11) der Rohargonsäule (10)
62	Flüssigleitung (15)			zugeführt wird;
63	Flüssigleitung (4)			e) aus den der Niederdrucksäule (3) zugeführ-
64	Flüssigleitung (5a,b,			ten Medien das sauerstoffreiche flüssige
65	Flüssigleitung (5a,b,c)	55		Sumpfprodukt (8) und ein sauerstoffarmes
66	Flüssigleitung (5)			dampfförmiges Stickstoffprodukt (12) rektifiziert
67	Flüssigleitung (5)			und aus dem Sumpf (8) der Niederdrucksäule
67a	Drossel (in 67)			(3) ein dampfförmiges und/oder flüssiges Sau-

10

25

erstoffprodukt (8a, b) abgezogen werden; f) das in der Niederdrucksäule (3) mittels Rektifiziereinrichtungen (50) rektifizierte Sumpfprodukt (8) gemäß Schritt 1c) zumindest teilweise zu Rektifikationsdampf für die Niederdrucksäule (3) verdampft und vor Kopf der Niederdrucksäule (3) als Stickstoffprodukt (12) abgezogen wird; g) aus der Niederdrucksäule (3) ein gasförmiges argonreiches Argon-Sauerstoff-Gemisch abgezogen (13) und in die Rohargonsäule (10) eingespeist und in dieser mittels Rektifiziereinrichtungen (51) in ein sauerstoffarmes dampfförmiges Rohargonprodukt (14) und in ein sauerstoffreiches flüssiges Sumpfprodukt (15) zerlegt

h) das am Kopf der Rohargonsäule (10) vorliegende sauerstoffarme dampfförmige Rohargonprodukt (14) durch indirekten Wärmeaustausch mit einem flüssigen Prozessmedium, wie beispielsweise mit flüssigem Sumpfprodukt (6) der Drucksäule (1), zumindest teilweise kondensiert und zumindest teilweise als Rücklauf der Rohargonsäule (10) zugeführt wird;

i) aus der Rohargonsäule (10) das Rohargonprodukt (14) zumindest teilweise als dampfförmiges oder flüssiges Produkt (14a, b) abgezogen und/oder zumindest teilweise in eine Reinargonsäule (32) zur Gewinnung von sauer- und stickstofffreiem Reinargonprodukt (34) eingespeist werden;

j) aus der gemäß Schritt 1 a) als flüssiger oder dampfförmiger Luftteilstrom (5d, e) in die oberund unterhalb der Einspeisestelle mit Rektifiziereinrichtungen (54) ausgerüsteten und mit einem zwischen dem der Druck- und Niederdrucksäule (1, 3) liegenden Betriebsdruck betriebenen Flüssigluftsäule (17) eingespeisten Prozessluft ein sauerstoffarmes dampfförmiges Kopfprodukt (18) und ein sauerstoffreiches flüssiges Sumpfprodukt (19) rektifiziert werden;

k) das in der Flüssigluftsäule (17) rektifizierte sauerstoffreiche flüssige Sumpfprodukt (19) teilweise mittels eines mit überwiegend gasförmigem Prozessmedium betriebenen Sumpfverdampfers (21) durch indirekten Wärmetausch verdampft wird;

I) das in der Flüssigluftsäule (17) vorliegende sauerstoffarme dampfförmige Kopfprodukt (18) mittels eines mit überwiegend flüssigem Prozessmedium betriebenen Kopfkondensators (22) zumindest teilweise verflüssigt und anfallendes Kondensat zumindest teilweise als Rücklauf in die Flüssigluft- und Niederdrucksäule (17, 3) eingespeist wird;

m) ein in dem Kondensator (22) der Flüssigluftsäule (17) bei der Verdampfung des überwiegend flüssigen Prozessmediums entstehender Dampfstrom (25) sowie zumindest ein Teil des

flüssigen Sumpfprodukts (19) in die Niederdrucksäule (3) eingespeist werden.

- Verfahren nach Anspruch 1, bei dem in Schritt d) das sauerstoffreiche flüssige Sumpfprodukt (6) der Drucksäule (1) als Rücklaufflüssigkeit der Niederdrucksäule (3) zugeführt wird.
- Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, bei dem in Schritt b) das am Kopf der Drucksäule (1) vorliegende sauerstoffarme Stickstoffprodukt (7) als gasförmiges und/oder flüssiges Produkt (40, 41) zumindest teilweise abgezogen wird.
- Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem in Schritt a) in einem zweiten Teilstrom (5) nach Drosselung (45) auf den Betriebsdruck der Drucksäule (1) überwiegend flüssigen Teilstrom (5a) zumindest teilweise als flüssiger Luftteilstrom (5b) 20 zusammen mit dem bei der Drosselung (45) entstehenden gasförmiger Luftteilstrom (5c) in die Drucksäule (1) eingespeist wird.
- Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zum zumindest teilweisen Verflüssigen des sauerstoffarmen dampfförmigen Kopfprodukts (18) der Flüssigluftsäule (17) eine, bevorzugt gekühlte und auf das Druckniveau der Niederdrucksäule (3) gedrosselte 30 Teilmenge des flüssigen Luftteilstroms (5d) Verwendung findet, wobei der bei der Verflüssigung des Kopfprodukts (18) entstehende Dampf (25) in die Niederdrucksäule (3) eingespeist wird.
- Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das sauerstoffarme dampfförmige Kopfprodukt (18) der Flüssigluftsäule (17) als flüssiges oder gasförmiges Stickstoffprodukt (18a, c) abgezogen wird. 40
 - 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Prozessmedium zum teilweisen Verdampfen von flüssigem Sumpfprodukt (19) der Flüssigluftsäule (17) das sauerstoffreiche flüssige Sumpfprodukt (6) der Drucksäule (1) Verwendung findet, welches anschließend als gekühlte Flüssigkeit der Niederdrucksäule (3) und/oder dem Kondensator (11) der Rohargonsäule(10) zugeführt wird.
 - 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Prozessmedium zum teilweisen Verdampfen von flüssigem Sumpfprodukt (19) der Flüssigluftsäule (17) ein aus der Rohargonsäule (10) in die Flüssigluftsäule (17) eingespeister gasförmiger Seitenabzug (20) Verwendung findet, welcher beim Verdampfen des flüssigen Sumpfprodukts (19) zumindest teilweise konden-

11

55

15

20

35

40

45

50

55

siert als Rücklauf (52) in die Rohargonsäule (10) wieder eingespeist wird.

- 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Prozessmedium zum teilweisen Verdampfen der Sumpfflüssigkeit (19) der Flüssigluftsäule (17) ein aus der Drucksäule (1) abgegriffener Seitengastrom, vorzugsweise das Kopfprodukt (7) der Drucksäule (1), Verwendung findet, welches zumindest teilweise kondensiert wieder als Rücklaufflüssigkeit in die Niederdrucksäule (3) und/oder als Kühlmedium in den Kopfkondensator (11) der Rohargonsäule (10) eingespeist wird.
- 10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein flüssiger Seitenabzug (23) der Flüssigluftsäule (17) als Kühlmedium für den Kondensator (22) der Flüssigluftsäule (17) und/oder als Rucklaufflüssigkeit in die Druck- und/oder Niederdrucksäule (1, 3) eingespeist wird.
- 11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der überwiegend flüssige zweite Teilstrom (5) der Prozessluft mindestens teilweise als Heizmedium in den Sumpfverdampfer (21) der Flüssigluftsäule (17) eingespeist, dort durch indirekten Wärmeaustausch mit verdampfender Sumpfflüssigkeit (19) vorgekühlt, auf den Betriebsdruck der Flüssigluftsäule (17) gedrosselt (46a) und mindestens ein Teilstrom der verflüssigten Luft (5d) zusammen mit dem bei der Drosselung entstehenden Dampf (5e) in die Flüssigluftsäule (17) eingespeist wird.
- 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der überwiegend flüssige zweite Teilstrom (5) der Prozessluft direkt in die Drucksäule (1) und aus der Drucksäule (1) mindestens ein flüssiger Seitenabzug (46) als Kühlflüssigkeit in den Kondensator (22) der Flüssigluftsäule (17), als Einspeisung in die Flüssigluftsäule (17) und ein weiterer Teilstrom (5f) als Rücklauf in die Niederdrucksäule (3) eingespeist wird.
- 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der zweite Teilstrom (5) der Prozessluft in einen Sumpfverdampfer der Drucksäule (1) durch verdampfendes Sumpfprodukt (6) gekühlt und auf das Druckniveau der Flüssigluftsäule (17) gedrosselt (46a) als flüssiger und dampfförmiger Luftteilstrom (5d, e) in die Flüssigluftsäule (17) sowie aus der Flüssigluftsäule (17) in die Niederdrucksäule (3) zumindest teilweise als flüssiger Luftteilstrom (5f) eingespeist werden.
- **14.** Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der überwiegend flüs-

- sige Teilstrom (5) direkt in einen der Flüssigluftsäule (17) vorgeschalteten Abscheidebehälter (27) hinein entspannt und der bei der Entspannung entstehende Dampf (5e) zusammen mit mindestens einem flüssigen Luftteilstrom (5b) aus dem Abscheidebehälter (27) in die Flüssigluftsäule (17) eingespeist wird.
- 15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß eine aus dem in die Reinargonsäule (32) eingespeisten Rohargon (14a, b) mittels Rektifiziereinrichtungen (39) in das sauerstoff- und stickstoffarme flüssige und teilweise als flüssiges Reinargonprodukt abziehbares Sumpfprodukt (34), mittels eines aus der Drucksäule (1) zugeführten gasförmigen Prozessmediums (36) betriebenen Sumpfverdampfers (37) teilweise verdampft und das aus dem Rohargon (14a, b) rektifizierte argonarme dampfförmige Kopfprodukt (35) mittels eines Teilstroms der aus dem Sumpfprodukt (19) der Flüssigluftsäule (17) abgezogenen Flüssigkeit kondensiert und der nicht kondensierbare gasförmige Inertanteil des Kopfprodukts als Spülung in die Anlagenumgebung abgeblasen wird.
- 25 16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigluftsäule (17) mit einem zwischen dem Druck der Druckund Niederdrucksäule (1, 3) liegenden Betriebsdruck, vorzugsweise mit einem Betriebsdruck von kleiner als 2,3 bar, betrieben wird;
 - 17. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 16 mit mindestens einer zweistufigen Rektifiziersäule, bestehend aus einer Druck- und Niederdrucksäule (1, 3) mit einem gemeinsamen Kondensator (2), welche mit einem Wärmetauschernetzwerk und mindestens einer Rohargonkolonne (10) sowie mindestens einer Flüssigluftsäule (17) mittels mit Mess-, Steuer- und Regel- und Fördereinrichtungen ausgerüsteten Leitungen verbunden sind.
 - **18.** Vorrichtung nach Anspruch 17, **dadurch gekennzeichnet, dass** die mit dem Wärmetauschernetz verbundene und mit Rektifiziereinrichtungen (54), Kopfkondensator (22) und Sumpfverdampfer (21) sowie Produktleitungen ausgerüstete Flüssigluftsäule (17) mittels Leitungen (46, 20, 52, 25, 24, 16, 58) mit der Druck-, Niederdruck- und Rohargonsäule (1, 3, 10) verbunden ist.
 - 19. Vorrichtung nach Anspruch 17 oder 18, dadurch gekennzeichnet, daß der Sumpfverdampfer (21) der Flüssigluftsäule (17) mittels Leitungen (20, 52, 66, 46) mit der Druck- und Rohargonsäule (1, 10) verbunden ist.
 - 20. Vorrichtung nach Anspruch 17, dadurch gekenn-

20

25

30

35

40

45

50

zeichnet, daß die mit Rektifiziereinrichtungen (51), Kopfkondensator (11) und Produktleitungen ausgerüstete Rohargonsäule (10) mittels Leitung (33b) mit einer Reinargonsäule (32) und mittels Leitungen (13a, 49, 53, 62) mit der Druck-, Niederdruck- und Flüssigluftsäule (1, 3,17) verbunden ist.

- 21. Vorrichtung nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß die mittels Leitung (33b) mit der Rohargonsäule (10) verbundene, Rektifiziereinrichtungen (39), einen Kopfkondensator (31), einen Sumpfverdampfer (37) und eine Produktleitung (38) aufweisende Reinargonsäule (32) mittels Leitungen (44, 36, 54, 69) mit der Druck-, Niederdruck- und Flüssigluftsäule (1, 3, 17) verbunden ist.
- 22. Vorrichtung nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß der Kopfkondensator (31) der Reinargonsäule (32) mittels Leitung (59) mit dem Sumpf der Flüssigluftsäule (17) verbunden ist.
- 23. Vorrichtung nach Anspruch 17, gekennzeichnet dadurch, daß ein Abscheider (27) mittels Leitung (67) mit dem Wärmetauschernetzwerk und über Leitungen (59, 28, 60) mit der Druck- Sund Flüssigluftsäule (1, 17) verbunden ist.

Claims

 Process for the cryogenic separation of air to obtain nitrogen, oxygen and argon, wherein, in a rectifying system comprising a two-stage rectifying column connected to at least one pressure column (1) and a low-pressure column (3), thermally coupled to each other by means of a main condenser (2), to at least one crude argon column (10) and to a liquid air column (17):

> a) compressed, precleaned process air that has been precooled in a heat exchanger network is fed in a first predominantly gaseous partial stream (4) directly into the pressure column (1) and in a second partial stream (5), after throttling (45) to the operating pressure of the pressure column (1) predominantly liquid partial stream (5a), is fed at least partially as a liquid air partial stream (5b) into the pressure column (1), and a further part of the liquid air partial stream (5b), after further throttling (46a) to the operating pressure of the liquid air column (17), is fed at least partially as a liquid and gaseous air partial stream (5d, e) into the liquid air column (17) and from the liquid air column (17) as a predominantly liquid air partial stream (5f) after throttling (56) into the low-pressure column (3);

b) the process air (4, 5a, b, c) fed into the pres-

sure column (1) is rectified by means of rectifying

devices (47) into an oxygen-rich liquid bottom product (6) and into an oxygen-poor vaporous nitrogen product (7);

c) the vaporous nitrogen product (7) rectified in the pressure column (1) is at least partially condensed by means of the main condenser (2) in indirect heat exchange with thereby evaporating oxygen-rich liquid bottom product (8) of the low-pressure column (3), and the condensate occurring in the evaporation is at least partially fed back into the pressure column (1) and the low-pressure column (3) as runback (9);

d) the oxygen-rich liquid bottom product (6) of the pressure column (1) is supplied to the crude argon column (10) as cooling medium for a condenser (11);

e) from the media supplied to the low-pressure column (3), the oxygen-rich liquid bottom product (8) and an oxygen-poor vaporous nitrogen product (12) are rectified, and a vaporous and/or liquid oxygen product (8a, b) is drawn off from the bottom (8) of the low-pressure column (3); f) the bottom product (8) rectified in the low-pressure column (3) by means of rectifying devices (50) according to step 1c) is at least partially vaporized into rectification vapour for the low-pressure column (3) and drawn off from the top of the low-pressure column (3) as nitrogen product (12);

g) a gaseous argon-rich argon-oxygen mixture is drawn off (13) from the low-pressure column (3) and fed into the crude argon column (10) and separated in the latter by means of rectifying devices (51) into an oxygen-poor vaporous crude argon product (14) and an oxygen-rich liquid bottom product (15);

h) the oxygen-poor vaporous crude argon product (14) present at the top of the crude argon column (10) is at least partially condensed by indirect heat exchange with a liquid process medium, such as for example with liquid bottom product (6) of the pressure column (1), and at least partially fed to the crude argon column (10) as runback;

i) the crude argon product (14) is drawn off at least partially as a vaporous or liquid product (14a, b) from the crude argon column (10) and/or at least partially fed into a pure argon column (32) for obtaining oxygen-free and nitrogen-free pure argon product (34);

j) from the process air fed according to step 1 a) as a liquid or vaporous air partial stream (5d, e) into the liquid air column (17) that is equipped with rectifying devices (54) above and below the feeding-in point and is operated at an operating pressure lying between that of the pressure column (1) and the low-pressure column (3), an oxygen-poor vaporous top product (18) and an

10

15

20

25

30

35

40

45

50

oxygen-rich liquid bottom product (19) are rectified;

k) the oxygen-rich liquid bottom product (19) rectified in the liquid air column (17) is partially vaporized by indirect heat exchange by means of a bottom vaporizer (21) operated with predominantly gaseous process medium;

- I) the oxygen-poor vaporous top product (18) present in the liquid air column (17) is at least partially liquefied by means of a top condenser (22) operated with predominantly liquid process medium, and condensate occurring is fed at least partially into the liquid air column (17) and the low-pressure column (3) as runback;
- m) a vapour stream (25) produced in the condenser (22) of the liquid air column (17) on evaporation of the predominantly liquid process medium and at least part of the liquid bottom product (19) are fed into the low-pressure column (3).
- 2. Process according to Claim 1, wherein, in step d), the oxygen-rich liquid bottom product (6) of the pressure column (1) is supplied as runback liquid to the low-pressure column (3).
- 3. Process according to Claim 1 or 2, wherein, in step b), the oxygen-poor nitrogen product (7) present at the top of the pressure column (1) is at least partially drawn off as gaseous and/or liquid product (40, 41).
- 4. Process according to one of the preceding claims, wherein, in step a), in a second partial stream (5) after throttling (45) to the operating pressure of the pressure column (1), predominantly liquid partial stream (5a) is fed into the pressure column (1) at least partially as liquid air partial stream (5b) together with the gaseous air partial stream (5c) produced in the throttling (45).
- 5. Process according to one of the preceding claims, characterized in that a partial amount, preferably cooled and throttled to the pressure level of the low-pressure column (3), of the liquid partial air stream (5d) is used for the at least partial liquefaction of the oxygen-poor vaporous top product (18) of the liquid air column (17), the vapour (25) produced in the liquefaction of the top product (18) being fed into the low-pressure column (3).
- 6. Process according to one of the preceding claims, characterized in that the oxygen-poor vaporous top product (18) of the liquid air column (17) is drawn off as liquid or gaseous nitrogen product (18a, c).
- 7. Process according to one of Claims 1 to 4, characterized in that the oxygen-rich liquid bottom product
 (6) of the pressure column (1) is used as process medium for the partial vaporizing of liquid bottom

- product (19) of the liquid air column (17) and is subsequently supplied as cooled liquid to the low-pressure column (3) and/or to the condenser (11) of the crude argon column (10).
- 8. Process according to one of Claims 1 to 4, characterized in that a gaseous side draw-off (20) fed from the crude argon column (10) into the liquid air column (17) is used as the process medium for the partial vaporizing of liquid bottom product (19) of the liquid air column (17) and, on evaporation of the liquid bottom product (19), is fed back at least partially in condensed form as runback (52) into the crude argon column (10).
- 9. Process according to one of Claims 1 to 4, characterized in that a side gas stream tapped off from the pressure column (1), preferably the top product (7) of the pressure column (1) is used as process medium for the partial vaporizing of the bottom liquid (19) of the liquid air column (17) and is fed back in at least partially condensed form as runback liquid into the low-pressure column (3) and/or as cooling medium into the top condenser (11) of the crude argon column (10).
- 10. Process according to one of the preceding claims, characterized in that at least one liquid side drawoff (23) of the liquid air column (17) is fed into the pressure column (1) and/or low-pressure column (3) as cooling medium for the condenser (22) of the liquid air column (17) and/or as runback liquid.
- 11. Process according to one of Claims 1 to 4, characterized in that the predominantly liquid second partial stream (5) of the process air is fed at least partially as heating medium into the bottom vaporizer (21) of the liquid air column (17), is precooled there by indirect heat exchange with evaporating bottom liquid (19), throttled (46a) to the operating pressure of the liquid air column (17) and at least a partial stream of the liquefied air (5d) is fed into the liquid air column (17) together with the vapour (5e) produced in the throttling.
- 12. Process according to one of Claims 1 to 4, characterized in that the predominantly liquid second partial stream (5) of the process air is fed directly into the pressure column (1) and from the pressure column (1) at least one liquid side draw-off (46) is fed as cooling liquid into the condenser (22) of the liquid air column (17), as feed into the liquid air column (17) and a further partial stream (5f) as runback into the low-pressure column (3).
- **13.** Process according to one of Claims 1 to 4, **characterized in that** the second partial stream (5) of the process air is cooled in a bottom vaporizer of the

15

20

30

35

pressure column (1) by evaporating bottom product (6) and throttled (46a) to the pressure level of the liquid air column (17), and fed as liquid and vaporous air partial streams (5d, e) into the liquid air column (17) and from the liquid air column (17) at least partially as liquid air partial stream (5f) into the low-pressure column (3).

- 14. Process according to one of claims 1 to 4, characterized in that the predominantly liquid partial stream (5) is expanded directly into a separating tank (27) arranged upstream of the liquid air column (17), and the vapour (5e) produced in the expansion is fed into the liquid air column (17) together with at least one liquid air partial stream (5b) from the separating tank (27).
- 15. Process according to one of Claims 1 to 4, characterized in that a bottom product (34) that can be drawn off from the crude argon (14a, b) fed into the pure argon column (32) by means of rectifying devices (39) into the oxygen- and nitrogen-poor liquid pure argon product is partially vaporized by means of a bottom vaporizer (37) operated by means of a gaseous process medium (36) supplied from the pressure column (1), and the argon-poor vaporous top product (35) rectified from the crude argon (14a, b) is condensed by means of a partial stream of the liquid drawn off from the bottom product (19) of the liquid air column (17) and the gaseous inert fraction of the top product that cannot be condensed is blown off as scavenged discharge into the surroundings of the plant.
- **16.** Process according to one of the preceding claims, characterized in that the liquid air column (17) is operated at an operating pressure lying between the pressure of the pressure column (1) and the low-pressure column (3), preferably at an operating pressure of less than 2.3 bar.
- 17. Apparatus for carrying out the process according to one of Claims 1 to 16, with at least one two-stage rectifying column, comprising a pressure column (1) and a low-pressure column (3) with a common condenser (2), which are connected to a heat exchanger network and at least one crude argon column (10) as well as at least one liquid air column (17) by means of lines equipped with measuring, controlling and conveying devices.
- **18.** Apparatus according to Claim 17, **characterized in that** the liquid air column (17) connected to the heat exchanger network and equipped with rectifying devices (54), top condenser (22) and bottom vaporizer (21) as well as product lines is connected by means of lines (46, 20, 52, 25, 24, 16, 58) to the pressure column (1), the low-pressure column (3) and the

crude argon column (10).

- **19.** Apparatus according to Claim 17 or 18, **characterized in that** the bottom vaporizer (21) of the liquid air column (17) is connected by means of lines (20, 52, 66, 46) to the pressure column (1) and the crude argon column (10).
- 20. Apparatus according to Claim 17, characterized in that the crude argon column (10) equipped with rectifying devices (51), top condenser (11) and product lines is connected by means of line (33b) to a pure argon column (32) and by means of lines (13a, 49, 53, 62) to the pressure column (1), the low-pressure column (3) and the liquid air column (17).
- 21. Apparatus according to Claim 20, characterized in that the pure argon column (32), connected by means of line (33b) to the crude argon column (10) and having rectifying devices (39), a top condenser (31), a bottom vaporizer (37) and a product line (38), is connected by means of lines (44, 36, 54, 69) to the pressure column (1), the low-pressure column (3) and the liquid air column (17).
- **22.** Apparatus according to Claim 21, **characterized in that** the top condenser (31) of the pure argon column (32) is connected by means of line (59) to the bottom of the liquid air column (17).
- 23. Apparatus according to Claim 17, characterized in that a separator (27) is connected by means of line (67) to the heat exchanger network and by means of lines (59, 28, 60) to the pressure column (1) and the liquid air column (17).

Revendications

- 40 1. Procédé de séparation d'air par distillation cryogénique pour obtenir de l'azote, de l'oxygène et de l'argon, dans lequel dans un système de rectification avec au moins une colonne sous pression et une colonne à basse pression (1, 3) couplées thermiquement l'une à l'autre à l'aide d'un condenseur principal (2), avec au moins une colonne d'argon brut (10) et une colonne de rectification à deux étages reliée à une colonne d'air liquide (17) :
 - a) de l'air du processus comprimé, pré-épuré, pré-refroidi dans un réseau d'échangeurs de chaleur est alimenté dans un premier flux partiel (4), principalement gazéiforme, directement dans la colonne sous pression (1) et dans un deuxième flux partiel (5) après la réduction (45) sur la pression de service de la colonne sous pression (1), étant un flux partiel, principalement liquide (5a), alimenté au moins partiellement

20

25

30

35

40

45

comme flux partiel d'air liquide (5b) dans la colonne sous pression (1) et une autre partie du flux partiel d'air liquide (5b) après encore une réduction (46a) sur la pression de service de la colonne d'air liquide (17), alimentés au moins partiellement comme flux d'air liquide et gazéiforme (5d, e) dans la colonne d'air liquide (17) et hors de la colonne d'air liquide (17) comme flux partiel d'air principalement liquide (5f) après la réduction (56) dans la colonne à basse pression (3);

b) l'air du processus (4, 5a, b, c) alimenté dans la colonne sous pression (1) est rectifié à l'aide de dispositifs de rectification (47) en un produit de fond liquide et riche en oxygène (6) et en un composé azoté (7) en forme de vapeur pauvre en oxygène ;

c) le composé à l'état de vapeur, azoté (7) rectifié dans la colonne sous pression (1) à l'aide du condenseur principal (2) en échange de chaleur indirect avec le produit de fond liquide riche en oxygène et s'évaporant en même temps (8) de la colonne à basse pression (3), est au moins condensé partiellement et le condensé généré durant l'évaporation est au moins partiellement alimenté à nouveau en tant que reflux (9) dans la colonne sous pression et la colonne à basse pression (1, 3);

d) le produit de fond (6) liquide et riche en oxygène de la colonne sous pression (1) est alimenté dans la colonne d'argon brut (10) en tant que médium de refroidissement pour un condenseur (11);

e) à partir des médiums alimentés dans la colonne à basse pression (3) le produit de fond (8) liquide riche en oxygène liquide et un produit azoté (12) pauvre en oxygène et à l'état de vapeur sont rectifiés et un produit d'oxygène (8a, b) à l'état de vapeur et/ou liquide est prélevé du fond (8) de la colonne à basse pression (3). f) le produit de fond (8) rectifié dans la colonne à basse pression (3) à l'aide de dispositifs de rectification (50), s'évapore selon l'étape 1c) au moins partiellement en vapeur de rectification pour la colonne à basse pression (3) et est prélevé comme composé azoté (12) avant d'atteindre la tête de la colonne à basse pression (3); g) un mélange d'argon et d'oxygène riche en argon et gazéiforme est prélevé (13) de la colonne à basse pression (3) et est alimenté dans la colonne d'argon brut (10) et décomposé dans celle-ci à l'aide de dispositifs de rectification (51) en un produit d'argon brut (14) gazéiforme et pauvre en oxygène et en un produit de fond (15) liquide riche en oxygène ;

h) le produit d'argon brut (14) à l'état de vapeur, pauvre en oxygène se trouve en tête de la colonne d'argon brut (10), lequel condense au moins partiellement par échange de chaleur indirect avec un médium de processus liquide, comme par exemple avec un produit de fond liquide (6) de la colonne sous pression (1) et est amené au moins partiellement comme reflux jusqu'à la colonne d'argon brut (10);

i) le produit d'argon brut (14) est prélevé au moins partiellement de la colonne d'argon brut (10) comme produit à l'état de vapeur ou à l'état liquide (14a, b) et/ou est alimenté au moins partiellement dans une colonne d'argon pur (32) pour obtenir un produit d'argon pur (34) exempt d'oxygène et d'azote;

j) à partir de l'air de processus alimenté selon l'étape 1a) en tant que flux partiel d'air liquide ou à l'état de vapeur (5d, e) dans la colonne d'air liquide (17) équipée de dispositifs de rectification (54) au dessus et en dessous de la position d'alimentation et opérée avec une pression de service située entre la pression de la colonne sous pression et celle de la colonne à basse pression (1, 3);

k) le produit de fond liquide (19), riche en oxygène rectifié dans la colonne d'air liquide (17), étant évaporé partiellement par échange de chaleur indirect à l'aide d'un évaporateur de fond (21) opéré avec un médium de processus principalement gazéiforme;

I) le produit de tête (18) à l'état de vapeur pauvre en oxygène se trouvant dans la colonne d'air liquide (17) est liquéfié au moins partiellement à l'aide d'un condenseur de tête (22) opéré avec un médium de processus principalement liquide et le condensat se formant est alimenté au moins partiellement comme reflux dans la colonne d'air liquide et à basse pression (17,3); m) un flux de vapeur (25) généré dans le condenseur (22) de la colonne d'air liquide (17) durant l'évaporation du médium de processus principalement liquide ainsi au moins une partie du produit de fond liquide (19) sont alimentés dans la colonne à basse pression (3).

- 2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel dans l'étape d) le produit de fond (6) liquide, riche en oxygène de la colonne sous pression (1) est alimenté dans la colonne à basse pression (3) en tant que liquide de reflux.
- Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel dans l'étape b) le produit azoté (7) pauvre en oxygène, se trouvant en tête de la colonne sous pression (1) est prélevé au moins partiellement comme produit gazéiforme et/ou liquide (40, 41).
 - **4.** Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel dans l'étape a) un deuxième flux partiel (5) qui après la réduction (45) sur la pression

30

40

45

50

55

de service de la colonne sous pression (1) est un flux partiel principalement liquide (5a), est alimenté au moins partiellement en tant que flux partiel d'air (5b) communément avec le flux partiel d'air (5c) gazéiforme généré durant le réduction (45), dans la colonne sous pression (1).

- 5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que pour liquéfier au moins partiellement le produit de tête (18) pauvre en oxygène, à l'état de vapeur, de la colonne d'air liquide (17), une quantité partielle du flux partiel d'air (5d) est utilisée qui de préférence est refroidie et réduite sur le niveau de pression de la colonne à basse pression (3), la vapeur (25) générée lors de la liquéfaction du produit de tête (18) étant alimentée dans la colonne à basse pression (3).
- 6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le produit de tête (18) à l'état de vapeur et pauvre en oxygène de la colonne d'air liquide (17) est prélevé en tant que composé azoté liquide ou gazéiforme (18a, c).
- 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que comme médium de processus pour évaporer partiellement du produit de fond liquide (19) de la colonne d'air liquide (17) le produit de fond (6) liquide, riche en oxygène de la colonne sous pression (1) est utilisé, qui est ensuite amené en tant que liquide refroidi à la colonne à basse pression (3) et/ou au condenseur (11) de la colonne d'argon brut (10).
- 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que comme médium de processus pour l'évaporation partielle de produit de fond liquide (19) de la colonne d'air liquide (17) on utilise une extraction latérale gazéiforme (20) alimentée dans la colonne d'air liquide (17), laquelle est à nouveau alimentée dans la colonne d'argon brut (10) à l'état au moins partiellement condensé comme reflux (52), durant l'évaporation du produit de fond liquide (19).
- 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que comme médium de processus pour l'évaporation partielle du liquide de fond (19) de la colonne d'air liquide (17) un flux de gaz latéral prélevé de la colonne sous pression (1), de préférence le produit de tête (7) de la colonne sous pression (1), est utilisé, lequel produit de tête est alimenté, au moins partiellement condensé, à nouveau comme liquide de reflux dans la colonne à basse pression (3) et/ou comme médium de refroidissement dans le condenseur de tête (11) de la colonne d'argon brut (10).

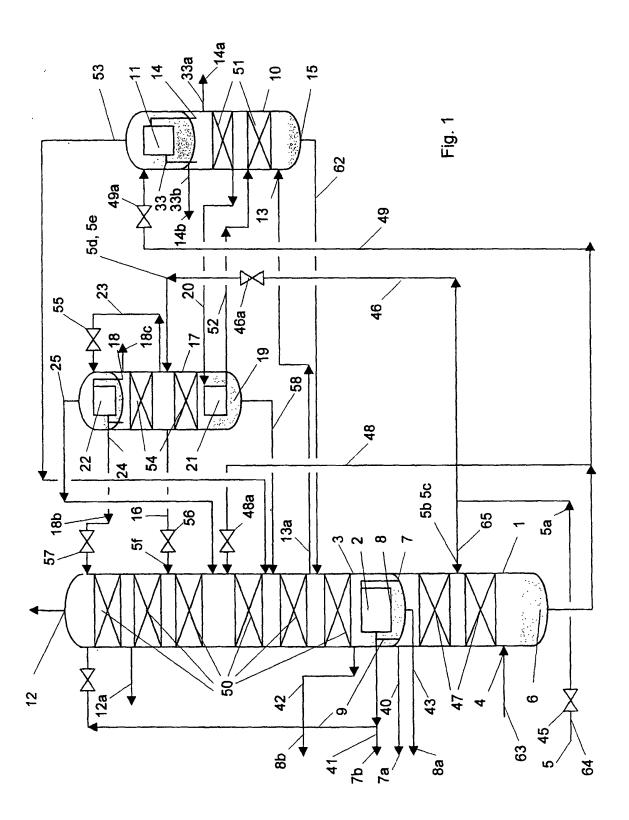
- 10. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'au moins une extraction latérale liquide (23) de la colonne d'air liquide (17) est alimentée comme médium de refroidissement pour le condenseur (22) de la colonne d'air liquide (17) et/ou comme liquide de reflux dans la colonne sous pression et/ou la colonne à basse pression (1, 3).
- 10 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le deuxième flux partiel (5) principalement liquide, de l'air de processus est alimenté au moins partiellement comme médium de chauffage dans l'évaporateur de fond (21) de la colonne d'air liquide (17), y est prérefroidi par échange de chaleur indirect avec du liquide de fond s'évaporant (19) la pression réduite (46a) à la pression de service de la colonne d'air liquide (17) et au moins un flux partiel de l'air liquéfié (5d) est alimenté communément avec la vapeur (5e) générée lors de la réduction de la pression dans la colonne d'air liquide (17).
 - 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le deuxième flux partiel principalement liquide (5) de l'air de processus est alimenté directement dans la colonne sous pression (1) et de la colonne sous pression (1) au moins une extraction latérale liquide (46) comme liquide de refroidissement dans le condenseur (22) de la colonne d'air liquide (17) comme alimentation dans la colonne d'air liquide (17) et un autre flux partiel (5f) comme reflux dans la colonne à basse pression (3).
 - 13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le deuxième flux partiel (5) de l'air de processus est refroidi dans un évaporateur de fond de la colonne sous pression (1) par du produit de fond (6) s'évaporant et est réduit (46a) sur le niveau de pression de la colonne d'air liquide (17) comme flux partiel d'air liquide et à l'état de vapeur (5d, e) alimentés dans la colonne d'air liquide (17) ainsi que de la colonne d'air liquide (17) dans la colonne à basse pression (3) au moins partiellement en tant que flux partiel d'air liquide (5f).
 - 14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le flux partiel (5) principalement liquide se détend directement dans un réservoir séparateur (27) agencé en amont de la colonne d'air liquide (17) et la vapeur (5e) générée durant la détente est alimentée communément avec au moins un flux partiel d'air liquide (5b) hors du réservoir séparateur (27) dans la colonne d'air liquide (17).
 - **15.** Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, **caractérisé en ce qu'**une colonne d'argon

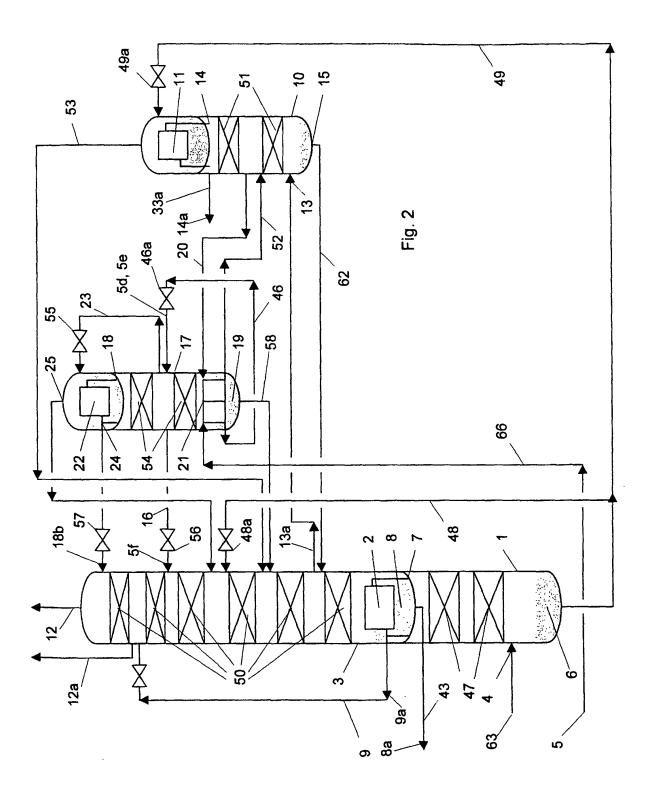
pur (32) alimentée d'argon pur (14a, b) à l'aide de dispositifs de rectification (39) dans le produit de fond (34) liquide, pauvre en oxygène et en azote et pouvant être prélevé partiellement comme produit d'argon pur liquide, s'évapore partiellement à l'aide d'un évaporateur de fond (37) opéré par le médium de processus (36) amené de la colonne sous pression (1) et le produit de tête à l'état de vapeur (35) rectifié à partir de l'argon brut (14a, b) et pauvre en argon, condense à l'aide d'un flux partiel du liquide prélevé du produit de fond (19) de la colonne d'air liquide (17) et la partie inerte du produit de tête ne pouvant pas être condensé, gazéiforme étant soufflée comme purge dans les environs de l'installation.

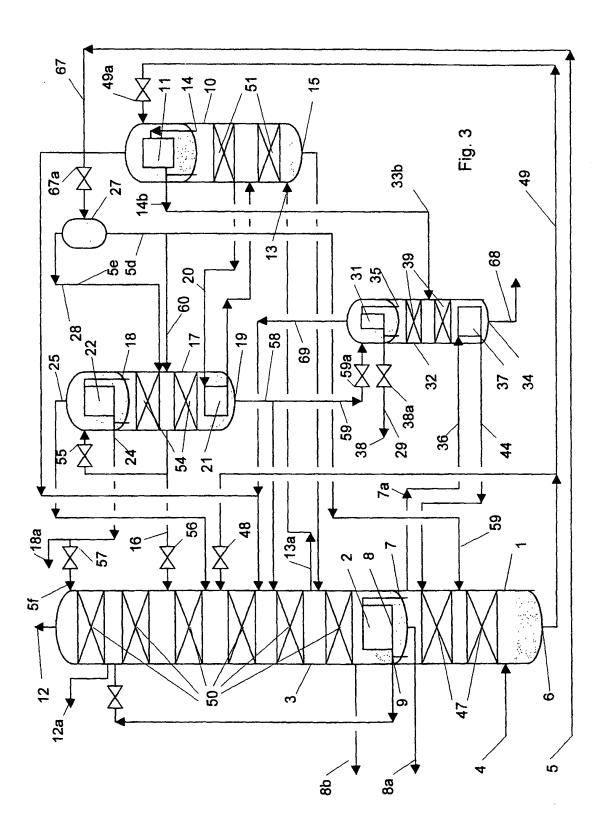
- 16. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la colonne d'air liquide (17) est opérée avec une pression de service se trouvant entre la pression de la colonne sous pression et la colonne à basse pression (1, 3), de préférence avec une pression de service en dessous de 2,3 bar.
- 17. Dispositif destiné à la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 16 avec au moins une colonne de rectification à deux étages, consistant en une colonne sous pression et une colonne à basse pression (1, 3), avec un condenseur commun (2), lesquelles sont reliées à un réseau d'échangeurs de chaleur et à au moins une colonne d'argon brut (10) ainsi qu'à au moins une colonne d'air liquide (17) à l'aide de conduites équipées de dispositifs de mesure, de commande et de réglage et de transport.
- **18.** Dispositif selon la revendication 17, **caractérisé en ce que** la colonne d'air liquide (17) reliée au réseau d'échangeurs de chaleur et équipée de dispositifs de rectification (54), de condenseur de tête (22) et d'évaporateur de fond (21) ainsi que de conduites de produits est reliée à l'aide de conduites (46, 20, 52, 25, 24, 16, 58) à la colonne sous pression, à basse pression et d'argon brut (1, 3, 10).
- 19. Dispositif selon la revendication 17 ou 18, caractérisé en ce que l'évaporateur de fond (21) de la colonne d'air liquide (17) est relié à l'aide de conduites (20, 52, 66, 46) à la colonne sous pression et à la colonne d'argon brut (1, 10).
- 20. Dispositif selon la revendication 17, caractérisé en ce que la colonne d'argon brut (10) équipée de dispositifs de rectification (51), du condenseur de tête (11) et de conduites de produit, est reliée à l'aide d'une conduite (33b) à une colonne d'argon pur (32) et à l'aide de conduites (13a, 49, 53, 62) à la colonne sous pression, à basse pression et à la colonne d'air liquide (1, 3, 17).
- 21. Dispositif selon la revendication 20, caractérisé en

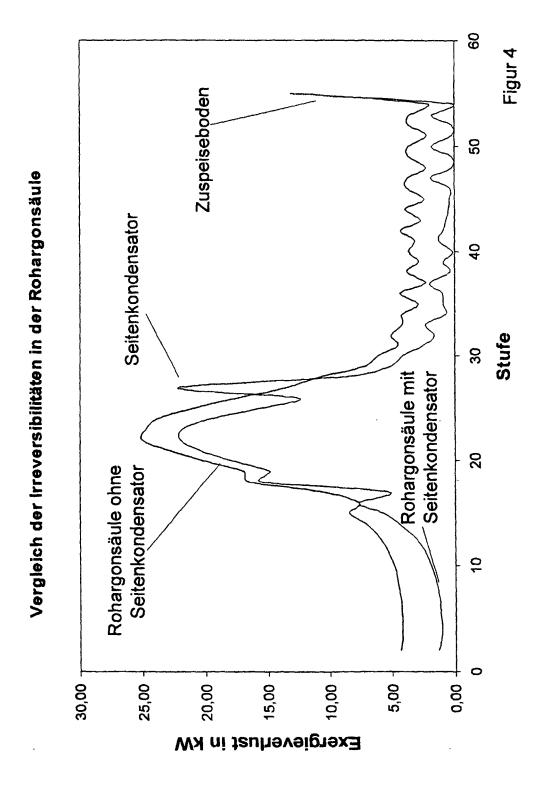
ce que la colonne d'argon pur (32) reliée à l'aide de la conduite (33b) à la colonne d'argon brut (10), présentant des dispositifs de rectification (39), un condenseur de tête (31), un évaporateur de fond (37) et une conduite de produit (38), est reliée à l'aide de conduites (44, 36, 54, 69) à la colonne sous pression, à basse pression et à la colonne d'air liquide (1, 3, 17).

- 22. Dispositif selon la revendication 21, caractérisé en ce que le condenseur de tête (31) de la colonne d'argon pur (32) est relié à l'aide de la conduite (59) au fond de la colonne d'air liquide (17).
- 23. Dispositif selon la revendication 17, caractérisé en ce qu'un séparateur (27) est relié à l'aide de la conduite (67) au réseau d'échangeurs de chaleur et à l'intermédiaire de conduites (59, 28, 60) à la colonne sous pression, et à la colonne d'air liquide (1, 17).









EP 1 231 440 B1

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 0752565 A [0003]

• US 5715706 A [0004] [0004] [0005] [0039] [0045]