

⑫ **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

⑰ Anmeldenummer: **82111608.4**

⑸ Int. Cl.³: **F 25 J 3/02**

⑱ Anmeldetag: **14.12.82**

⑳ Priorität: **16.12.81 DE 3149846**

⑦ Anmelder: **Linde Aktiengesellschaft,
Abraham-Lincoln-Strasse 21, D-6200 Wiesbaden (DE)**

④ Veröffentlichungstag der Anmeldung: **22.06.83**
Patentblatt 83/25

⑦ Erfinder: **Fabian, Rainer, Dipl.-Ing., Alpspitzweg 5,
D-8192 Geretsried (DE)**
Erfinder: **Schmid, Wolfgang, Dipl.-Ing.,
Stümpflingstrasse 13, D-8022 Grünwald (DE)**
Erfinder: **Landes, Herwig, Dipl.-Ing., Rotmarstrasse 3,
D-8070 Ingolstadt (DE)**

⑥ Benannte Vertragsstaaten: **DE FR GB IT NL**

⑦ Vertreter: **Schaefer, Gerhard, Dr., Linde
Aktiengesellschaft Zentrale Patentabteilung,
D-8023 Hölriegelskreuth (DE)**

⑤ **Verfahren und Vorrichtung zum Zerlegen von Syntheseabgas.**

⑤ Bei einem Verfahren zur Zerlegung von Syntheseabgas in zwei aufeinanderfolgenden Trennstufen ist ein Stickstoff-Kältekreislauf vorgesehen, bei dem Stickstoff auf einen Enddruck verdichtet, abgekühlt, durch Beheizung der beiden Trennstufen weiter abgekühlt, entspannt und teilweise verflüssigt wird. Gasförmiger und zurückverdampfter flüssiger Stickstoff werden dem Verdichter wieder zugeführt und erneut verdichtet. Ein Teil des Stickstoffes wird bereits einem unterhalb des Enddruckes liegenden Mitteldruck aus dem Verdichter entnommen und in Parallelführung mit dem auf Enddruck befindlichen Stickstoff abgekühlt, durch Beheizung der beiden Trennstufen weiter abgekühlt, entspannt, mindestens teilweise verflüssigt und mit dem auf Enddruck befindlichen Stickstoff nach dessen Entspannung vereinigt.

1

5

10

Verfahren und Vorrichtung zum Zerlegen
von Syntheseabgas

15

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Zerlegung von Syntheseabgas in zwei aufeinanderfolgenden Trennstufen mit einem Stickstoff-Kältekreislauf, bei dem Stickstoff auf einen Enddruck verdichtet, abgekühlt, durch Beheizung der beiden Trennstufen weiter abgekühlt, entspannt und teilweise verflüssigt wird, wobei gasförmiger und zurückverdampfter flüssiger Stickstoff erneut verdichtet wird, sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

25

Bei der Erzeugung von Ammoniak-Synthesegas nach dem Steam-Reforming-Verfahren entsteht ein Abgas, das neben Wasserstoff und Stickstoff reich an Argon und Methan ist. Gemäß einem bekannten Verfahren (Winnacker-Küchler, Chem. Technologie, Band 2 (1969), Seite 494) wird das Syntheseabgas in einem Tieftemperaturprozeß zerlegt, wobei einerseits der Wasserstoff zurückgewonnen und andererseits reines Argon erzeugt wird. Die Zerlegung erfolgt in zwei aufeinanderfolgenden Trennstufen. Zur Erzeugung der für die Zerlegung benötigten tiefen Temperaturen ist ein

1 Stickstoff-Kältekreislauf vorgesehen. Stickstoff vom Kopf
der zweiten Zerlegungsstufe sowie aus einem Speicherbehäl-
ter wird auf 150 bis 200 bar verdichtet, abgekühlt und
zum einen Teil arbeitsleistend entspannt und zur Sumpf-
5 beheizung der zweiten Trennstufe verwendet, und zum anderen
Teil durch Wärmetausch mit dem unverdichteten Stickstoff
weiter abgekühlt und zur Sumpfbeheizung der ersten Trenn-
stufe verwendet. Die beiden Teilströme werden anschließend
in teilweise verflüssigter Form in den Vorratsbehälter ent-
10 spannt. Aus dem Vorratsbehälter wird flüssiger Stickstoff
als Waschflüssigkeit für die zweite Trennstufe und zur
Kopfkühlung der ersten Trennstufe entnommen. Ein Teil des
gasförmig verbliebenen Stickstoffes wird zusammen mit Stick-
stoff vom Kopf der zweiten Trennstufe in Wärmetausch mit
15 Syntheseabgas angewärmt, während ein anderer Teil des gas-
förmig verbliebenen Stickstoffes in Wärmetausch mit Stick-
stoff für die Beheizung der ersten Trennstufe angewärmt
erneut verdichtet wird. Ein Teil des verflüssigten Stickstof-
fes wird, nachdem er rückverdampft worden ist, zusammen mit
20 einem Teil des gasförmigen Stickstoffes erneut verdichtet.
Überschüssiger Stickstoff wird nach Wärmetausch mit dem zu
zerlegenden Syntheseabgas aus der Anlage abgezogen.

Dieses Verfahren hat zwar den großen Vorteil, daß es die
25 Rückgewinnung des Wasserstoffes und die Erzeugung von Argon
ermöglicht, aufgrund der hohen Drücke, die in dem Stickstoff-
Kältekreislauf benötigt werden, ist es jedoch apparativ
sehr aufwendig. Drücke in der Größenordnung von 150 bis 200
bar erfordern Verdichter und Wärmetauscher, die teuer, stör-
30 anfällig und aufwendig zu warten sind.

Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde,
ein Verfahren der eingangs genannten Art zu schaffen, bei
dem ohne energetische Einbußen der Hochdruck-Kältekreis-
35 lauf durch einen Mitteldruck-Kältekreislauf ersetzt werden
kann.

- 1 Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß ein Teil des Stickstoffes bereits bei einem unterhalb des Enddruckes liegenden Mitteldruck entnommen und in Parallelführung mit dem auf Enddruck befindlichen Stickstoff abge-
- 5 kühlt, durch Beheizung der beiden Trennstufen weiter abgekühlt, teilweise verflüssigt und mit dem auf Enddruck befindlichen Stickstoff nach dessen Entspannung vereinigt wird.
- 10 Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird ein Teil des Stickstoffes an einer Zwischenstufe des Verdichters entnommen. Beide Stickstoffströme - sowohl der auf Mitteldruck, als auch der auf Enddruck befindliche - werden gemeinsam abge-
- 15 kühlt und zur Sumpfbeheizung der ersten und der zweiten Trennstufe verwendet. Anschließend werden die beiden Stickstoffströme entspannt und gemeinsam in teilweise verflüssigtem Zustand zusammengeführt, wobei der Flüssigstickstoff wie beim vorbekannten Verfahren zum Teil als Waschflüssigkeit auf die zweite Trennstufe aufgegeben und zum Teil zur Kopf-
- 20 kühlung der ersten Trennstufe verwendet wird. Während bisher der Stickstoff auf sehr hohen Druck verdichtet wurde und ein Teil des Stickstoffes unter dem hohen Druck zur Sumpfbeheizung der ersten Trennstufe verwendet wurde und der restliche Stickstoff arbeitsleistend entspannt und zur
- 25 Sumpfbeheizung der zweiten Trennstufe verwendet wurde, wird erfindungsgemäß ein Stickstoffstrom, der auf einen weitaus niedrigeren Druck verdichtet worden ist, zur Sumpfbeheizung beider Trennstufen herangezogen und gleichzeitig ein weiterer Stickstoffstrom, der sich auf einem noch niedrigeren
- 30 Druckniveau befindet, parallel zu dem ersten Stickstoffstrom zur Sumpfbeheizung der beiden Trennstufen verwendet.

Durch den Erfindungsgegenstand ist es überraschenderweise möglich, den Enddruck des Stickstoffes drastisch zu senken,

35 und dabei dennoch die für den Prozeß erforderliche Kälte-

1 leistung bereitzustellen.

Gemäß einer bevorzugten Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens beträgt der Mitteldruck zwischen 6 und 20 bar.

5 Vorzugsweise beträgt der Mitteldruck zwischen 10 und 16 bar, insbesondere etwa 13,5 bar.

Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens beträgt der Enddruck zwischen 30
10 und 50 bar, vorzugsweise zwischen 35 und 45 bar und insbesondere etwa 40,5 bar.

Mit den angegebenen Druckbereichen für den Mitteldruck und den Enddruck wird eine ausreichende Kälteleistung für
15 den Prozeß erzielt. Die jeweiligen Druckwerte hängen von äußeren Verfahrensbedingungen, wie Gaszusammensetzung und Gasdruck ab. In jedem Fall aber liegen die Drücke bei dem erfindungsgemäßen Verfahren in einem Druckbereich, der deutlich unter den bisher für den Kältekreislauf er-
20 forderlichen hohen Drücken liegt. Dadurch können mit Vorteil anstelle der bisher benötigten gewickelten Wärmetauscher nunmehr Plattenwärmetauscher verwendet werden, die wesentlich preisgünstiger hergestellt werden können. Selbst wenn sich der auf Enddruck befindliche Stickstoff
25 noch oberhalb des kritischen Punktes befindet und daher beim Abkühlen in der ersten Trennstufe nicht verflüssigt wird, so wird er beim Beheizen der ersten Trennstufe doch über den steilen Teil der Enthalpiekurve abgekühlt. In diesem Bereich sind bereits relativ kleine Stickstoffmengen
30 für die erforderliche Heizleistung ausreichend.

Es ist von Vorteil, wenn gemäß einer Weiterbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens ein Teil des verdichteten, abgekühlten Stickstoffes arbeitsleistend entspannt und
35 dem gasförmigen Anteil des teilweise verflüssigten Stick-

1 stoffes zugeführt wird.

Zur Kälteerzeugung wird entweder auf Mitteldruck oder auf Enddruck befindlicher Stickstoff arbeitsleistend entspannt.

5 Wird ein Teil des Mitteldruck-Stickstoffes arbeitsleistend entspannt, so wird mit Vorteil der Austrittsdruck gleich dem Druck des rückverdampften Stickstoffs gewählt. Wird Enddruck-Stickstoff arbeitsleistend entspannt, wird zweckmäßigerweise ein höherer Austrittsdruck eingestellt, damit ein optimales
10 Druckgefälle an der Entspannungsmaschine erreicht wird.

Gemäß einer bevorzugten Ausgestaltung des Erfindungsgegenstandes wird der arbeitsleistend entspannte Stickstoff auf einen Druck oberhalb des Eingangsdruckes des Verdichters ent-
15 spannt und dem Verdichter an einer Zwischenstelle zugeführt. Dabei liegt der Druck an der Zwischenstelle vorteilhafterweise unterhalb des Mitteldruckes des aus dem Verdichter abgezogenen Stickstoff-Teilstroms.

20 Bei einer zweckmäßigen Weiterbildung des Erfindungsgegenstandes wird ein Teil des nach der Entspannung gasförmig verbliebenen Stickstoffes zusammen mit Stickstoff vom Kopf der zweiten Trennstufe in Wärmetausch mit Syntheseabgas angewärmt und anschließend dem zu verdichteten Stickstoffstrom
25 beigemischt. Ein Teil des erneut verdichteten Stickstoffes wird bei dieser Verfahrensführung beispielsweise der Synthese zugeführt.

In Weiterbildung des Erfindungsgegenstandes wird vorgeschla-
30 gen, daß ein Teil des bei der Entspannung verflüssigten Stickstoffes durch Kühlen der ersten Trennstufe verdampft und dem im Wärmetausch mit Syntheseabgas anzuwärmenden Stickstoffstrom beigemischt wird.

35 Bei einer bevorzugten Ausgestaltung des Erfindungsgegen-

1 standes liefert der zur Beheizung der ersten Trennstufe ver-
wendete Stickstoff mit Mitteldruck zwischen 5 und 20% der
benötigten Gesamtheizleistung in der ersten Trennstufe. Vor-
zugsweise liefert der Mitteldruck-Stickstoffstrom etwa 10%
5 Heizleistung.

Bei einer weiteren bevorzugten Ausgestaltung des Erfindungs-
gegenstandes liefert der zur Beheizung der zweiten Trenn-
stufe verwendete Stickstoff mit Mitteldruck zwischen 60 und
10 90% der benötigten Gesamtheizleistung in der zweiten Trenn-
stufe. Insbesondere liefert dieser Mitteldruck-Stickstoff-
strom etwa 75% der benötigten Heizleistung.

In beiden Trennstufen wird die restliche Heizleistung durch
15 den auf Enddruck befindlichen Stickstoff geliefert.

Eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen
Verfahrens umfaßt zwei hintereinandergeschaltete Trennsäu-
len sowie einen Stickstoff-Kältekreislauf, der einen Ver-
20 dichter, einen Wärmetauscher, Aufkocher im Sumpf der beiden
Trennsäulen und einen Stickstoff-Vorratsbehälter enthält,
wobei der Ausgang des Verdichters mit dem Wärmetauscher
und dessen kaltes Ende mit den beiden Aufkochern in Ver-
bindung steht, und die Aufkocher ausgangseitig in den
25 Vorratsbehälter münden, und ist dadurch gekennzeichnet,
daß der Verdichter mindestens zweistufig ausgebildet ist,
wobei die Ausgänge der beiden Verdichterstufen getrennt
voneinander durch den Wärmetauscher und die beiden Aufko-
cher geführt sind und gemeinsam in den Vorratsbehälter mün-
30 den, und daß der Strömungsweg für den Stickstoff aus der
ersten oder zweiten Verdichterstufe mit einer Entspannungs-
maschine verbunden ist.

Bei einer vorteilhaften Ausgestaltung der erfindungsge-
35 mäßen Vorrichtung ist die Entspannungsmaschine ausgangs-

- 1 seitig über einen Wärmetauscher mit einer zum Verdichter
führenden Rückführungsleitung für gasförmigen Stickstoff
verbunden.
- 5 Bei einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der erfin-
dungsgemäßen Vorrichtung ist ein Kühler im Kopf der ersten
Trennsäule eingangsseitig mit dem Stickstoff-Vorratsbehäl-
ter und ausgangsseitig mit einer weiteren zum Verdichter
führenden Rückführungsleitung für gasförmigen Stickstoff
10 verbunden.

Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung
werden anhand von schematisch dargestellten Ausführungs-
beispielen näher erläutert.

15

Hierbei zeigen:

- Figur 1 eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen
Verfahrens,
20 Figur 2 eine modifizierte Ausführungsform des erfin-
dungsgemäßen Verfahrens..

Ein Syntheseabgas (Purge-Gas) aus der Ammoniaksynthese weist
beispielsweise eine Zusammensetzung von 31 Mol % H_2 , 10 Mol %
25 N_2 , 19 Mol % Ar und 40 Mol % CH_4 auf. Dieses Gasgemisch soll
zerlegt werden, um Ammoniak-Synthesegas und flüssiges Argon
zu gewinnen.

Das Syntheseabgas, das bei 1 zugeführt wird, ist in einer
30 nicht dargestellten Verfahrensstufe von Wasser und Ammoniak
befreit worden. In einem Wärmetauscher 2 wird das Synthese-
abgas in Wärmetausch mit Wasserstoff-Produkt aus der Zerle-
gung und einem Stickstoff-Kältekreislauf auf etwa 85 K ab-
gekühlt und dabei teilweise verflüssigt. Der gasförmige
35 Anteil, der Wasserstoff mit Produktreinheit (etwa 94,7 Mol %)

1 enthält, wird über den Kopf eines nachfolgenden Abscheiders
3 abgezogen und nach Anwärmung im Wärmetauscher 2 entnommen.
Die flüssige Fraktion, die nahezu das gesamte Argon und
Methan sowie einen Großteil des Stickstoffes enthält, wird
5 über eine Leitung 4 in eine erste Trennsäule 5 (Methansäule)
eingeführt, aus der eine methanfreie Stickstoff-Argon-Frak-
tion (kopfseitig) und Methan (sumpfseitig) entnommen werden.
Die erste Trennsäule 5 wird mit einem Druck von ca. 2,2 bar
betrieben. Das Methan (ca. 97 Mol %) wird bei einer Tempera-
10 tur von etwa 122 K über Leitung 6 entnommen.

Die Stickstoff-Argon-Fraktion wird über Leitung 7 mit etwa
89 K in eine bei einem Druck von etwa 2 bar betriebene Trenn-
säule 8 (Argonsäule) eingeführt, in der eine Zerlegung in
15 Stickstoff (kopfseitig) und Argon-Produkt (sumpfseitig) er-
folgt. Das flüssige Argon verläuft die zweite Trennsäule 8
mit etwa 94 K, der Stickstoff mit etwa 83,5 K. Das Argon
hat eine Produktreinheit von nahezu 100 %, die Stickstoff-
reinheit beträgt ca. 94 %.

20 Zur Durchführung der Rektifikation in den Trennsäulen 5, 8
und zur Kälteerzeugung ist ein Stickstoff-Kältekreislauf
vorgesehen. Der Stickstoff vom Kopf der zweiten Trennsäule 8
wird zum Teil (Leitung 9) durch den Wärmetauscher 2 geleitet,
25 in dem er sich unter Abkühlung des Syntheseabgases erwärmt,
und der Saugseite der ersten Stufe eines dreistufigen Ver-
dichters 10 zugeführt. Der Druck am Verdichtereingang be-
trägt ca. 1,5 bar. Ein anderer Teil des Stickstoffes (Lei-
tung 11) wird in Wärmetauschern 12, 13 in Wärmetausch mit
30 zwei noch zu beschreibenden Stickstoff-Teilströmen des
Stickstoff-Kreislaufs angewärmt und anschließend ebenfalls
der ersten Verdichterstufe zugeführt.

Ein Teil der Sumpfflüssigkeit aus der zweiten Trennsäule 8
35 wird über eine Leitung 21 entnommen, im Wärmetauscher 12

1 verdampft und wieder in die zweite Trennsäule 8 zurückge-
leitet.

Um jede Verdichterstufe optimal auszunutzen wird der Stick-
5 stoff in jeder Stufe etwa um einen Faktor 3 verdichtet, d.h.
auf 4,5; 13,5 und schließlich auf 40,5 bar. Der auf den End-
druck verdichtete Stickstoff (Leitung 15) wird im Wärmetau-
scher 13 in Wärmetausch mit dem Stickstoffstrom 11 sowie mit
10 einem weiteren noch zu beschreibenden Niederdruck-Stickstoff-
strom 19 abgekühlt. Zusätzliche Kälte liefert ein Kältemit-
tel 14.

Ein Teil des auf Enddruck befindlichen Stickstoffes wird
in einem Aufkocher 16 im Sumpf der ersten Trennsäule 5 ab-
15 gekühlt. Der Stickstoff, der sich im überkritischen Zustand
befindet, wird dabei über den steilen Teil der Enthalpie-
kurve geführt (Quasi-Kondensation). Er gelangt anschließend
in den Wärmetauscher 12, in dem er unterkühlt wird, und
wird schließlich in einen Stickstoff-Vorratsbehälter 17,
20 der sich auf einem Druck von ca. 4,8 bar befindet, entspannt.

Der restliche Teil des auf Enddruck befindlichen Stickstoffes
wird vor Beendigung des Wärmetausches aus dem Wärmetauscher
13 abgezweigt und in einer Entspannungsmaschine 18 arbeits-
25 leistend entspannt, wobei sich sein Druck von ca. 40 bar
auf ca. 5bar und seine Temperatur von ca. 132 K auf ca. 84 K
senken. Bei Bedarf wird ein Teil des auf Enddruck befindli-
chen Stickstoffes über Leitung 26 abgezweigt und beispielswei-
se als Sperrgas für den Verdichter 10 oder als Synthesegas
30 weiter verwendet.

Der in der Entspannungsmaschine 18 entspannte Stickstoff
19 wird durch einen Teil des Wärmetauschers 12 geführt, in
dem er Wärme aufnimmt, im Wärmetauscher 13 weiter erwärmt
35 und dem Verdichter 10 an einer Zwischenstelle, nämlich auf

1 der Saugseite der zweiten Verdichterstufe, zugeführt.

Erfindungsgemäß wird aus dem Verdichter 10 an einer Zwischen-
stelle ein Stickstoffstrom entnommen, der sich auf einem
5 unterhalb des Enddruckes liegenden mittleren Druck befindet.
Dieser Mitteldruck-Stickstoffstrom wird über Leitung 20
mit einem Druck von 13,5 bar am Ausgang der zweiten Verdich-
terstufe entnommen und in Parallelführung zu dem unter End-
druck befindlichen Stickstoffstrom 15 im Wärmetauscher 13
10 abgekühlt, im Aufkocher 16 weiter abgekühlt, im Wärmetauscher
12 verflüssigt und unterkühlt und zuletzt ebenfalls in den
Stickstoff-Vorratsbehälter 17 entspannt.

Erfindungsgemäß decken somit die auf unterschiedlichen
15 Druckniveaus befindlichen Stickstoffströme 15 und 20 den
Wärmebedarf der beiden Trennsäule 5, 8. Der überwiegende
Teil der Heizleistung (ca. 90 %) in der ersten Trennsäule 5
wird von dem auf Enddruck befindlichen Stickstoff 15 gelie-
fert, während der größere Anteil der Heizleistung in der
20 zweiten Trennsäule 8 (ca. 75 %) von dem Mitteldruck-Stick-
stoff 20 geliefert wird.

Aus dem Vorratsbehälter 17 wird gasförmiger Stickstoff 22
entnommen und dem arbeitsleistend entspannten Stickstoff 19
25 vor dem Wärmetauscher 12 zugemischt. Der flüssige Stick-
stoff 23 aus dem Vorratsbehälter 17 wird zum Teil in einem
Wärmetauscher 27 verdampft, beispielsweise in Wärmetausch
mit Argon-Produkt (nicht dargestellt), und dem gasförmigen
Stickstoff 9 vor dem Wärmetauscher 2 zugeführt. Zum anderen
30 Teil wird der flüssige Stickstoff einerseits als Waschflüs-
sigkeit auf die zweite Trennsäule 8 aufgegeben (Leitung 24)
und andererseits durch einen Kühler 25 im Kopf der ersten
Trennsäule 5 geleitet, in welchem er verdampft, und anschlie-
ßend dampfförmig ebenfalls dem Stickstoffstrom 9 zugeführt.

35

1 In Figur 2, die eine modifizierte Ausführungsform des erfin-
dungsgemäßen Verfahrens gemäß Figur 1 zeigt, sind für analo-
ge Anlagenteile dieselben Bezugszeichen verwendet. Es soll
hier nur auf die unterschiedlichen Merkmale zu dem Verfahren
5 gemäß Figur 1 hingewiesen werden. Bei dem Verfahren gemäß
Figur 2 wird nicht der auf Enddruck befindliche Stickstoff,
sondern der auf Mitteldruck befindliche Stickstoff 20 nach
Passieren des Wärmetauschers 13 arbeitsleistend entspannt.
Um einen optimalen Wirkungsgrad an der Entspannungsmaschine
10 18 zu erreichen, wird der Stickstoff von etwa 13 bar auf
2 bar entspannt, wobei er sich von etwa 132 K auf ca. 84 K
abkühlt. Der Auspuff 19 der Entspannungsmaschine 18 wird dem
Stickstoff 22 aus dem Vorratsbehälter 17 zugeführt und strömt
nach Anwärmung in den Wärmetauschern 12 und 13 zum Verdich-
15 ter 10 zurück. Allerdings wird der Stickstoff hier im Gegen-
satz zu dem Verfahren gemäß Figur 1 bereits auf der Saug-
seite der ersten Verdichterstufe zugeführt. In dem Vorrats-
behälter 17 herrscht im Gegensatz zu dem oben beschriebenen
Verfahren ein Druck von etwa 2 bar.

20

25

30

35

1

5

10

Patentansprüche

- 15 1. Verfahren zur Zerlegung von Syntheseabgas in zwei aufeinanderfolgenden Trennstufen mit einem Stickstoff-Kältekreislauf, bei dem Stickstoff auf einen Enddruck verdichtet, abgekühlt, entspannt und teilweise verflüssigt wird, wobei gasförmiger und zurückverdampfter
20 flüssiger Stickstoff erneut verdichtet werden, dadurch gekennzeichnet, daß ein Teil des Stickstoffes (20) bereits bei einem unterhalb des Enddruckes liegenden Mitteldruck entnommen und in Parallelführung mit dem auf Enddruck befindlichen Stickstoff (15) abgekühlt, durch
25 Beheizung der beiden Trennstufen (5,8) weiter abgekühlt, entspannt, mindestens teilweise verflüssigt und mit dem auf Enddruck befindlichen Stickstoff (15) nach dessen Entspannung vereinigt wird.
- 30 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Mitteldruck zwischen 6 und 20 bar beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Enddruck zwischen 30 und 50 bar beträgt.

35

- 1 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch
gekennzeichnet, daß ein Teil des verdichteten, abge-
kühlten Stickstoffes arbeitsleistend entspannt und
dem gasförmigen Anteil (22) des teilweise verflüssig-
5 ten Stickstoffes zugeführt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß
der arbeitsleistend entspannte Stickstoff auf einen
Druck oberhalb des Eingangsdruckes des Verdichters (10)
10 entspannt und dem Verdichter (10) an einer Zwischen-
stelle zugeführt wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch
gekennzeichnet, daß ein Teil des nach der Entspannung
15 gasförmig verbliebenen Stickstoffes (22) zusammen mit
Stickstoff vom Kopf der zweiten Trennstufe (8) in Wär-
metausch mit Syntheseabgas (1) angewärmt und anschlie-
Bend dem zu verdichtenden Stickstoffstrom (9) beige-
misch wird.
- 20 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch
gekennzeichnet, daß ein Teil des bei der Entspannung
verflüssigten Stickstoffes (23) durch Kühlen der ersten
Trennstufe (5) verdampft und dem in Wärmetausch mit
25 Syntheseabgas (1) anzuwärmenden Stickstoffstrom (9)
beigemischt wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch
gekennzeichnet, daß der zur Beheizung der ersten
30 Trennstufe (5) verwendete Stickstoff mit Mitteldruck
(20) zwischen 5 und 20% der benötigten Gesamtheizlei-
stung in der ersten Trennstufe liefert.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch
35 gekennzeichnet, daß der zur Beheizung der zweiten

- 1 Trennstufe (8) verwendete Stickstoff mit Mitteldruck
(20) zwischen 60 und 90% der benötigten Gesamtheiz-
leistung in der zweiten Trennstufe (8) liefert.
- 5 10. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach An-
spruch 1 mit zwei hintereinandergeschalteten Trenn-
säulen sowie mit einem Stickstoff-Kältekreislauf,
der einen Verdichter, einen Wärmetauscher, Aufkocher
im Sumpf der beiden Trennsäulen und einen Stickstoff-
10 Vorratsbehälter enthält, wobei der Ausgang des Ver-
dichters mit dem Wärmetauscher und dessen kaltes Ende
mit den beiden Aufkochern in Verbindung steht, und
die Aufkocher ausgangsseitig in den Vorratsbehälter
münden, dadurch gekennzeichnet, daß der Verdichter (10)
15 mindesten zweistufig ausgebildet ist, wobei die Aus-
gänge der beiden Verdichterstufen getrennt voneinander
durch den Wärmetauscher (13) und die beiden Aufkocher
geführt sind und gemeinsam in den Vorratsbehälter (17)
münden, und daß der Strömungsweg für den Stickstoff
20 aus der ersten oder zweiten Verdichterstufe mit einer
Entspannungsmaschine (18) verbunden ist.
11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet,
daß die Entspannungsmaschine (18) ausgangsseitig über
25 einen Wärmetauscher (12) mit einer zum Verdichter (10)
führenden Rückführungsleitung (11,19) für gasförmigen
Stickstoff verbunden ist.
12. Vorrichtung nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekenn-
30 zeichnet, daß ein Kühler (25) im Kopf der ersten
Trennsäule (5) eingangsseitig mit dem Stickstoff-Vor-
ratsbehälter (17) und ausgangsseitig mit einer wei-
teren zum Verdichter (10) führenden Rückführungslei-
tung (9) für gasförmigen Stickstoff verbunden ist.
- 35

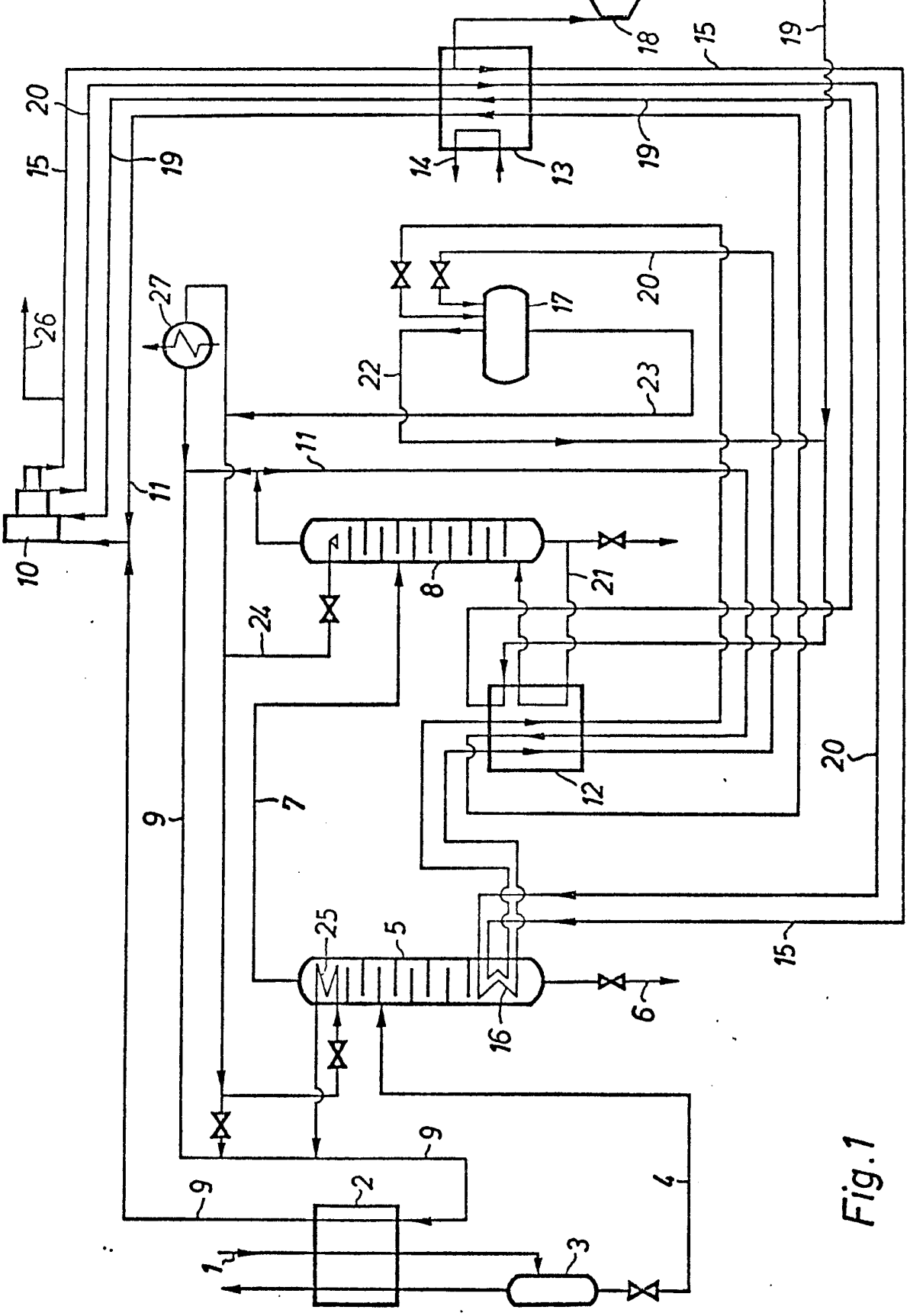


Fig. 1

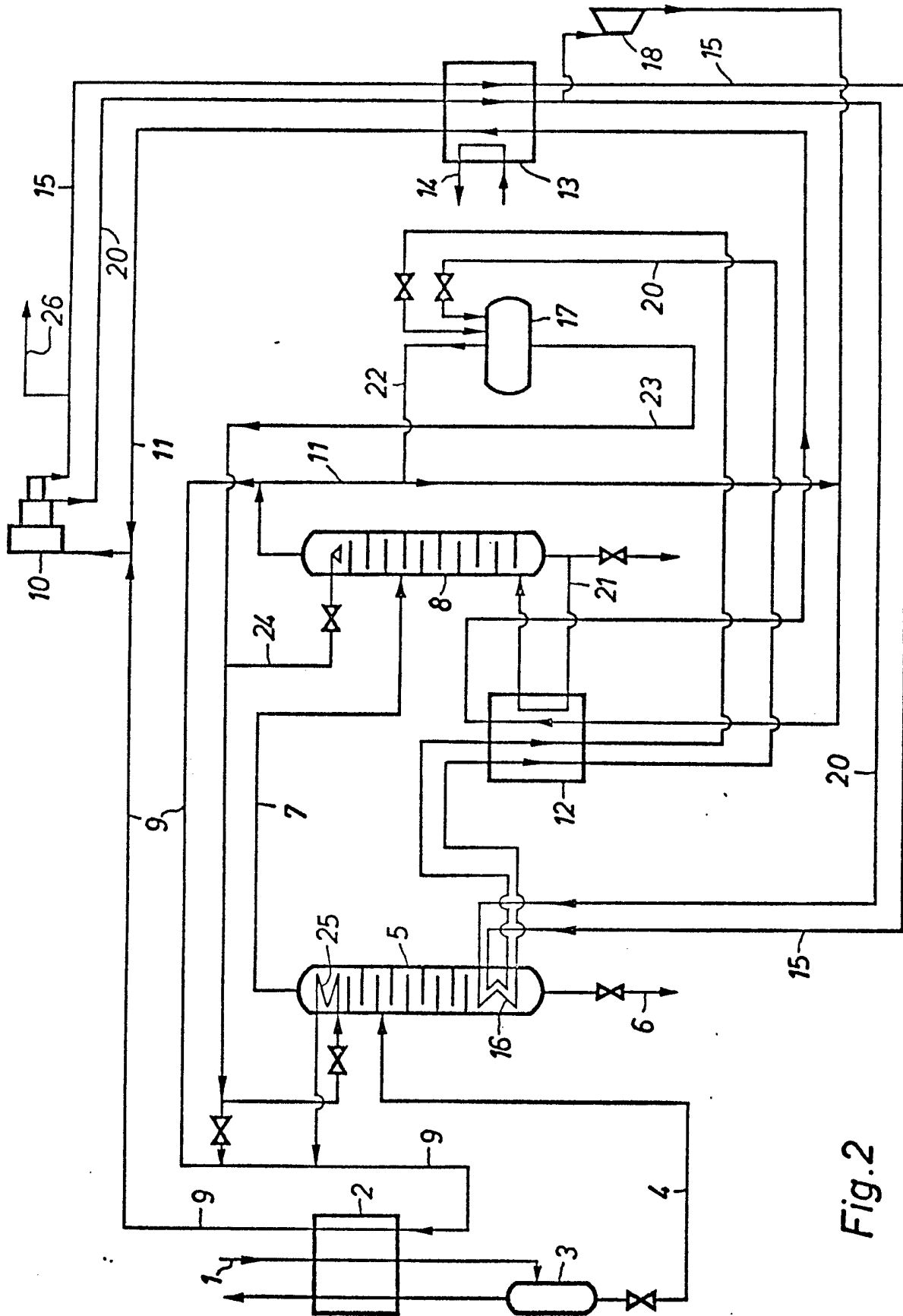


Fig. 2