



УКРАЇНА

(19) UA (11) 85167 (13) C2
(51) МПК (2006)
F25J 3/04МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ І УСТАНОВКА ДЛЯ ВИРОБНИЦТВА ІНЕРТНИХ ГАЗІВ І КИСНЮ ШЛЯХОМ КРІОГЕННОЇ ПЕРЕГОНКИ ПОВІТРЯ

1

(21) а200501992
(22) 30.07.2003
(24) 12.01.2009
(86) PCT/FR2003/002420, 30.07.2003
(31) 02/10922
(32) 04.09.2002
(33) FR
(46) 12.01.2009, Бюл.№ 1, 2009 р.
(72) ЖАУАНІ ЛАСАД, ЖЮДА ФРЕДЕРІК, СОЛЬНІС БЕРНАР
(73) Л'ЕР ЛІКІД, СОСЬЕТЕ АНОНІМ А ДІРЕКТУАР Е КОНСЕЙ ДЕ СЮРВЕЙОНС ПУР Л'ЕТЮД Е Л'ЕКСПЛУАТАСЬОН ДЕ ПРОСЕДЕ ЖОРЖ КЛОД
(56) DE 2605305 A1, 18.08.1977
DE 19855486 A1, 10.06.1999
US 5063746 A, 12.11.1991
DE 10000017A, 29.06.2000
US 4401448 A, 30.08.1983
(57) 1. Спосіб виробництва кисню та інертних газів шляхом перегонки в системі колон, що містить одну колону (K01) середнього тиску, одну колону (K02) низького тиску і принаймні одну допоміжну колону (K05), де у способі:
i) принаймні один потік охолодженого і очищеного повітря (1) спрямовують до колони середнього тиску, де воно розділяється;
ii) принаймні перший збагачений азотом потік (11) відводять від колони середнього тиску, і принаймні одну частину цього потоку спрямовують безпосередньо або непрямо до колони низького тиску; проміжного рівня колони середнього тиску відводять проміжний потік (RL1);
iv) потік (RL2), збагачений киснем порівняно з проміжним потоком, відводять від нижньої частини колони середнього тиску і спрямовують у нижню частину допоміжної колони;
v) збагачений азотом потік (WN2) відводять від верху колони низького тиску;
vi) від колони низького тиску відводять, як продукт, потік збагаченої киснем рідини (РІДКИЙ КИСЕНЬ), як варіант, після етапу випаровування, щоб утворився газоподібний продукт; та
vii) від допоміжної колони відводять збагачений киснем потік (ПРОДУКТИ ОЧИЩЕННЯ), що збагачений також криптоном і ксеноном порівняно з другим збагаченим киснем потоком, який відрізняється тим, що проміжний потік (RL1)

2

спрямовують до колони низького тиску, а принаймні один потік рідини (5, 15), котрий містить щонайменше 78 мол.% азоту, спрямовують, як зрошення, до допоміжної колони.
2. Спосіб за п. 1, у якому третій збагачений киснем потік (ПРОДУКТИ ОЧИЩЕННЯ) спрямовують у верхню частину колони (K90) очищення, а четвертий збагачений киснем потік (СУМІШ), що являє собою суміш, збагачену криптоном і ксеноном, відводять принаймні на кілька теоретичних ступенів нижче по колоні.
3. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, у якому потік (5) рідини, спрямований як зрошення до допоміжної колони (K05), є зрідженим повітрям та/або рідиною, збагаченою азотом порівняно з потоком зрідженого повітря, який спрямовано до колони середнього тиску.
4. Спосіб за одним із попередніх пунктів, у якому осад нижньої частини допоміжної колони нагрівають газом, що надходить з верху аргонової колони (K10).
5. Спосіб за пунктом 3 або 4, в якому зріджене повітря (5) та/або рідину, збагачену азотом порівняно з повітрям, виробляють шляхом теплообміну із збагаченим киснем потоком рідини (РІДКИЙ КИСЕНЬ), що надходить від нижньої частини колони низького тиску, як варіант, після етапу підвищення тиску.
6. Спосіб за п. 3, в якому збагачена азотом рідина (15) містить щонайменше 80 мол.% азоту.
7. Спосіб за п. 3, в якому зріджене повітря (5) не надходить від колони середнього тиску.
8. Спосіб за одним із попередніх пунктів, у якому потік (5, 15) рідини, спрямований до верхньої частини допоміжної колони, сильніше збагачений азотом, ніж проміжний потік.
9. Спосіб за одним із попередніх пунктів, у якому від колони низького тиску щонайменше 10 % виробленого кисню відводять у вигляді рідини.
10. Установа для виробництва кисню та інертних газів шляхом перегонки в системі колон, що містить принаймні одну колону середнього тиску (K01), одну колону низького тиску (K02) і одну допоміжну колону (K05), де установа містить:
i) засоби (1) для спрямування принаймні одного потоку охолодженого і очищеного повітря до колони середнього тиску, де воно розділяється;

(13) C2

(11) 85167

(19) UA

- ii) засоби для відведення принаймні першого збагаченого азотом потоку (11) від колони середнього тиску і засоби для спрямування принаймні однієї частини цього потоку безпосередньо або непрямо до колони низького тиску;
- iii) засоби для відведення збагаченого азотом потоку (WN2) від верху колони низького тиску;
- iv) засоби для відведення проміжного потоку (RL1) з проміжного рівня колони середнього тиску;
- v) засоби для спрямування потоку, який сильніше збагачений киснем, ніж проміжний потік, від колони середнього тиску в нижню частину допоміжної колони;
- vi) засоби для спрямування потоку рідини (5, 15), як зрошення, до допоміжної колони;
- vii) засоби для відведення потоку збагаченої киснем рідини (РІДКИЙ КИСЕНЬ), як продукту, від нижньої частини колони низького тиску, як варіант, після етапу випаровування, щоб утворився газоподібний продукт; та
- viii) засоби, щоб відвести від допоміжної колони третій збагачений киснем потік (ПРОДУКТИ ОЧИЩЕННЯ), що збагачений також криптоном і ксеноном порівняно з другим збагаченим киснем потоком,

ном порівняно з другим збагаченим киснем потоком,

який **відрізняється** тим, що вона містить засоби для спрямування, як потік зрошення до допоміжної колони, зрідженого повітря або потоку рідини, збагаченої азотом порівняно з потоком рідкого повітря, спрямованим до колони середнього тиску.

11. Установка за п. 10, яка містить колону (K90) очищення, засоби для спрямування третього збагаченого киснем потоку (ПРОДУКТИ ОЧИЩЕННЯ) у верхню частину колони очищення і засоби (СУ-МІШ) для відведення четвертого збагаченого киснем потоку, що являє суміш, збагачену криптоном і ксеноном, принаймні на кілька теоретичних ступенів нижче по колоні.

12. Установка за пунктом 10 або 11, яка містить лінію обміну, в котрій зріджене повітря та/або рідина, збагачена азотом відносно повітря, виробляється шляхом теплообміну з потоком збагаченої киснем рідини, що надходить від нижньої частини колони низького тиску, як варіант, після етапу підвищення тиску.

Даний винахід стосується способу і установки для виробництва кисню і благородних газів шляхом перегонки повітря.

Розбавлену суміш криптону/ксенону звичайно виробляють з продуктів очищення в головному випарнику колони подвійного розділення повітря [див. "Техніка низьких температур" авторів Хойзен і Лінде, вид. 1985 р., стор. 337-340 та "Розділення газів" автора Ісальські, вид. 1989 р., стор. 96-98]. Далі з колони низького тиску, кількома ступенями вище випарника, відводиться вироблений кисень. Якщо кисень відводять у формі газу, то таке компонування пристрою дозволяє виділити суттєву частку наявного в повітрі криптону та весь ксенон.

Проте, у випадку установки, що виробляє кисень способами, які називаються "нагнітальними", при видаленні рідкого кисню з колони низького тиску "втрачається" близько 30% наявних у повітрі криптону і ксенону.

В документі DE-A-2603505 показано установку для розділення повітря, в якій рідина, що містить криптон і ксенон, виробляється в очищувальній колоні, куди від колони середнього тиску подають два потоки збагаченої рідини, при цьому повторне випаровування в очищувальній колоні забезпечується випарником, в який подається газ, що відбирається з верха аргонної колони.

Однією задачею даного винаходу є запропонувати системи для збільшення виходу криптону і ксенону з установок, які виробляють газоподібний кисень шляхом нагнітання й випаровування рідкого кисню (або, більш загально, такі, в яких з осаду на дні колони низького тиску видаляється суттєва кількість рідкого кисню) та виробляють, переважно, також аргон.

Інша задача даного винаходу полягає в тому, щоб знову мати головний випарник з високим вмістом кисню і серйозно очищений, і таким чином,

щоб сильно обмежити концентрацію вуглеводнів/домішок (перевага нагніченого "oxytrophe"), чого не можна досягти при звичній схемі виробництва розбавленої суміші криптону і ксенону.

Однією задачею винаходу є спосіб виробництва кисню та інертних газів шляхом перегонки в системі колон, яка містить принаймні одну колону середнього тиску, одну колону низького тиску і одну допоміжну колону, причому в даному способі:

i) принаймні один потік охолодженого і очищеного повітря спрямовують до колони середнього тиску, де воно розділяється;

ii) принаймні перший збагачений азотом потік відводять від колони середнього тиску і принаймні одну частину цього потоку спрямовують безпосередньо або непрямо до колони низького тиску;

iii) з проміжного рівня колони середнього тиску відводять проміжний потік;

iv) потік, збагачений киснем відносно проміжного потоку, відводять від осаду на дні колони середнього тиску і спрямовують до осаду на дні допоміжної колони;

v) збагачений азотом потік відводять від верха колони низького тиску;

vi) як продукт, від колони низького тиску відводять потік збагаченої киснем рідини, як варіант, після етапу випаровування, щоб утворився газоподібний продукт; та

vii), збагачений киснем потік, що збагачений також криптоном і ксеноном порівняно з другим збагаченим киснем потоком, відводять від допоміжної колони,

який відрізняється тим, що проміжний потік спрямовують до колони низького тиску, а потік рідини, що містить щонайменше 78 мол.% азоту, спрямовують, як зрошення, до допоміжної колони.

Переважно, потоком рідини, спрямованим до допоміжної колони як зрошення, є зріджене пові-

ря та/або рідина, збагачена азотом порівняно з потоком зрідженого повітря, який спрямували до колони середнього тиску.

Згідно з необов'язковими аспектами:

- осад на дні допоміжної колони нагрівають газом, який відбирають з верха аргонної колони;
- зріджене повітря та/або рідину, збагачену азотом відносно повітря, виробляють за рахунок теплообміну з потоком збагаченої киснем рідини, який надходить від осаду на дні колони низького тиску, як варіант, після етапу підвищення тиску;
- збагачена азотом рідина містить щонайменше 80 мол.% азоту;
- зріджене повітря не надходить від колони середнього тиску, потік рідини, спрямований до верха допоміжної колони, сильніше збагачений азотом, ніж проміжний потік; щонайменше 10% виробленого кисню видаляють у рідкому вигляді з колони низького тиску.

Іншим предметом винаходу є установка для виробництва кисню та інертних газів шляхом перегонки в системі колон, яка містить принаймні одну колону середнього тиску, одну колону низького тиску і одну допоміжну колону, де установка містить:

- i) засоби для спрямування принаймні одного потоку охолодженого і очищеного повітря до колони середнього тиску, де воно розділяється;
- ii) засоби для відведення принаймні першого збагаченого азотом потоку від колони середнього тиску і засоби для спрямування принаймні однієї частини цього потоку безпосередньо або непрямо до колони низького тиску;
- iii) засоби для відведення збагаченого азотом потоку від верха колони низького тиску;
- iv) засоби для відведення проміжного потоку з проміжного рівня колони середнього тиску;
- v) засоби для спрямування потоку, який сильніше збагачений киснем, ніж проміжний потік, від осаду на дні колони середнього тиску в осад на дні допоміжної колони;
- vi) засоби для спрямування потоку рідини, як зрошення, до допоміжної колони;
- vii) засоби для відведення потоку збагаченої киснем рідини, як продукт, від осаду на дні колони низького тиску, як варіант, після етапу випаровування, щоб утворився газоподібний продукт; та
- viii) засоби, щоб відвести від допоміжної колони, третій збагачений киснем потік, що збагачений також криптоном і ксеноном порівняно з другим збагаченим киснем потоком,

який відрізняється тим, що він містить засоби для спрямування, як потік зрошення до допоміжної колони, зрідженого повітря або потоку рідини, збагаченої азотом порівняно з потоком рідкого повітря, спрямованим до колони середнього тиску.

Згідно з іншим необов'язковими аспектами, до складу установки входять:

- колона очищення, засоби для спрямування третього збагаченого киснем потоку у верхню частину колони очищення, і засоби для відведення четвертого збагаченого киснем потоку, що являє собою суміш, збагачену криптоном і ксеноном, принаймні на кілька теоретичних ступенів нижче по колоні; та

- лінія обміну, в якій зріджене повітря та/або рідина, збагачена азотом відносно повітря, виробляється шляхом теплообміну з потоком збагаченої киснем рідини, що надходить від осаду на дні колони низького тиску, як варіант, після етапу підвищення тиску.

Далі винахід буде описано з посиланням на Фігури від 1 до 9, які є схемами, що показують принцип дії установок згідно з винаходом.

У прикладі, показаному на Фіг.1, колона подвійного розділення повітря містить колону K01 середнього тиску і колону K02 низького тиску, які в тепловому відношенні зв'язані з допомогою головного випарника E02, котрий використовується, щоб конденсувати принаймні частину газоподібного азоту, що надходить з верха колони K01, шляхом теплообміну з киснем, що надходить від осаду на дні колони K02.

В аргонну колону K10 подають збагачену аргонном рідину 7, яка надходить від колони K02 низького тиску, а з аргонної колони K10 до колони K02 низького тиску повертається збагачена аргонном рідина 9. З верха колони K10 відводять збагачений аргонном потік АРГОН.

У випадку установок з нагнітанням, частина сухого і зневуглецьованого повітря стискається в допоміжному повітряному компресорі (не показаний) до тиску, достатнього для того, щоб зробити можливим випаровування кисню, який може додатково нагнітатися. Далі він конденсується в головній лінії обміну (не показана). На холодному кінці головної лінії обміну цей потік розширюється в клапані або в гідравлічній турбіні. Далі рідка фаза РІДКЕ ПОВІТРЯ цієї рідини може бути розподілена на потоки 1, 3 і 5, відповідно, між колоною K01 середнього тиску, колоною K02 низького тиску і допоміжною колоною K05. Рідина містить 78 мол.% азоту.

Інша частина повітря середнього тиску ПОВІТРЯ СЕРЕДНЬОГО ТИСКУ охолоджується в головній лінії обміну і спрямовується до осаду на дні колони K01 середнього тиску.

Основним завданням даного винаходу є сконцентрувати криптон і ксенон у збагаченій рідині RL2, яка в подальшому буде оброблена в допоміжній колоні K05.

Отже, з колони K01 середнього тиску відводяться дві збагачені рідини RL1 і RL2, а саме, "звичайна" збагачена рідина, яка відведена з проміжного рівня, що знаходиться на кілька ступенів вище низу колони, й яка містить незначну кількість криптому і ксенону, RL1, та рідина збагаченого осаду з дна колони, в якій сконцентровані криптон і ксенон, RL2. Ця "звичайна" збагачена рідина RL1 в подальшому може бути спрямована до колони K02, після її переохолодження.

Рідкий збагачений осад RL2 з дна колони після переохолодження спрямовується до конденсатора E10 (не показаний) аргонної суміші K10. Щоб сконцентрувати криптон і ксенон в конденсаторі аргонної суміші, над цим обладнанням встановлюються ступені. Таке компонування являє собою колону K05. Частина зрошення з цієї колони забезпечується частиною 5 рідкого повітря РІДКЕ ПОВІТРЯ, що не подається до колони K01, після її

переохолодження. Інша частина зрошення забезпечується частиною 15 середньої рідини 11, яка звичайно спрямовується до колони K02 через лінію 13 і містить щонайменше 80 мол.% азоту. З проміжного рівня колони K05, нижче точок впорскування зрошення, відводиться газ 16, що являє собою перетворену на пару збагачену рідину. Далі він рециркулює в колоні K02. Газ WN2', що відбирається з верха колони K05, є частиною відхідного газу WN2, який залишає теплоізольований кожух.

Продукти очищення ПРОДУКТИ ОЧИЩЕННЯ з конденсатора E10 суміші містять більшу частину криптону і ксенону, які наявні в повітрі і були оброблені колонами K01 і K05. Цей потік подають у пристрій для концентрування інертних газів. Наприклад, його можна спрямувати в колону (K90) розбавленої суміші криптону/ксенону. Осад з дна цієї колони містить продукт, який потрібно збагачувати. Пару 17, що надходить з колони K90, спрямовують назад до осаду на дні колони K05.

Колона K90 нагрівається потоком повітря, який формує частину ПОВІТРЯ СЕРЕДНЬОГО ТИСКУ. Створене, таким чином, зріджене повітря, може бути спрямоване назад до колони K01 середнього тиску та/або до колони K02 низького тиску.

Вироблений рідкий кисень РІДКИЙ КИСЕНЬ вилучають у вигляді осаду з дна колони K02, на рівні головного випарника E02. На відміну від звичайної схеми виробництва криптону й ксенону, головний випарник, таким чином, серйозно очищається.

Рідкий кисень РІДКИЙ КИСЕНЬ, переважно, нагнітається насосом, а потім випаровується в лінії обміну або в спеціальному випарнику, за рахунок теплообміну з нагніченим повітрям. Альтернативно, для випаровування рідкого кисню РІДКИЙ КИСЕНЬ може прислужитися азотний цикл.

На наступних фігурах будуть представлені різні альтернативні варіанти здійснення винаходу, які є похідними від Фіг.1. Спільні з Фіг.1 елементи не будуть описуватися повторно.

У випадку Фіг.2 все рідке повітря РІДКЕ ПОВІТРЯ, що надходить від головної лінії обміну, спрямовується в колону K01. Проміжна рідина у вигляді рідини 1' відводиться від колони K01 (переважно на рівні, де входить рідке повітря або на рівні вище цього рівня). Потім, після переохолодження, вона розподіляється між колоною K02 і колоною K05 у вигляді двох потоків 3 і 5. У верхню частину колони K05 спрямовують потік 11, що містить щонайменше 80 мол.% азоту.

У випадку Фіг.3, в основі якої лежить Фіг.1, була видалена одна верхня секція колони K05. Зрошення від цієї колони забезпечується лише рідким повітрям 5, переважно, переохолодженим. Це рідке повітря виробляється випаровуванням рідкого кисню РІДКИЙ КИСЕНЬ, який нагнітається і випаровується в лінії обміну. Вся бідна рідина 13 спрямовується в колону K02 низького тиску.

Крім того, все рідке повітря РІДКЕ ПОВІТРЯ, наявне на виході лінії обміну може бути відведене

від колони K01 (переважно, в точці введення рідкого повітря), а потім розподілене між колоною K02 і колоною K05, після переохолодження, як показано на Фіг.4.

У випадку Фігур 5 і 6, в основі яких лежать Фігури 3 і 4, відхідний газ WN2' від колони K05 спрямовують назад в колону K02, нижче точки впорскування бідної рідини 13.

У випадку Фіг.7, в основі якої лежить Фіг.5, потік 16 виключений і замінений потоком відхідного азоту WN2', який спрямовується від верха допоміжної колони K05 до проміжної точки на колоні низького тиску.

На всіх описаних вище фігурах (Фігури від 1 до 7) установку можна зв'язати із звичайною схемою для виробництва криптону і ксенону. Аби зробити це, потрібно встановити ступені для збагачення осаду на дні колони K02. Рідкий кисень РІДКИЙ КИСЕНЬ виробляється кількома ступенями вище головного випарника E02. Продукти очищення 21 відводиться на рівні головного випарника E02. Вони містять близько 70 мол.% криптону і весь ксенон, наявний в колоні K02. Їх спрямовують до колони K90, щоб виділити інертні гази.

Приклад, поданий на Фіг.8.

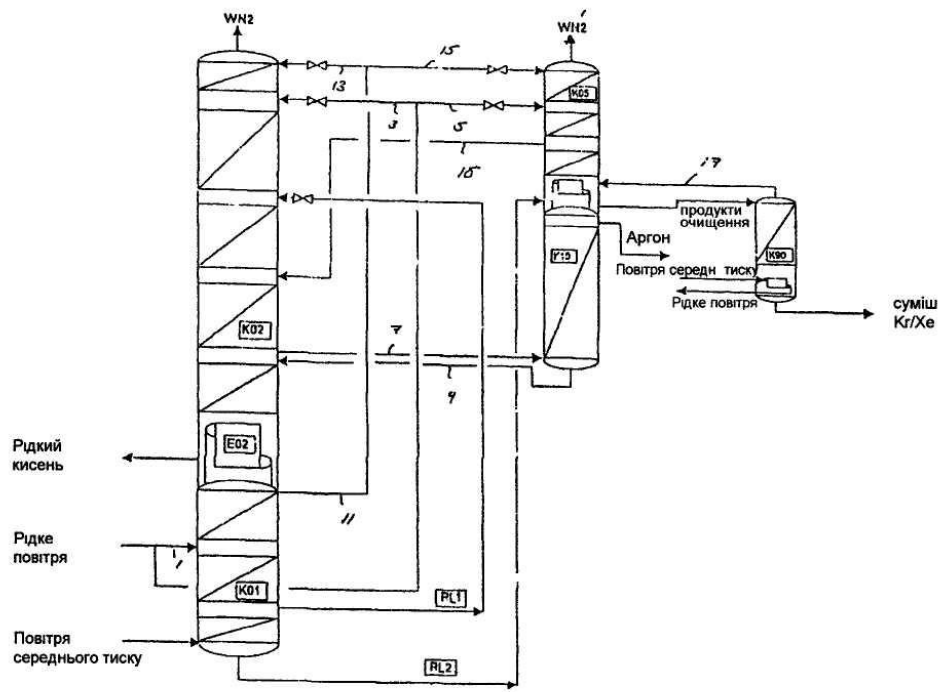
На всіх наведених вище фігурах (Фігури від 1 до 8) згадується одночасне виробництво аргону. Однак, описані вище установки можна змонтувати так, щоб вони не виробляли аргону. Наприклад, достатньо встановити обмінник для конденсації частини газу 7, видаленого з колони K02. Як тільки він зріджується, його спрямовують (9) у колону K02. Таким чином, це забезпечує повторне випаровування в колоні K05.

Приклад, поданий на Фіг.9.

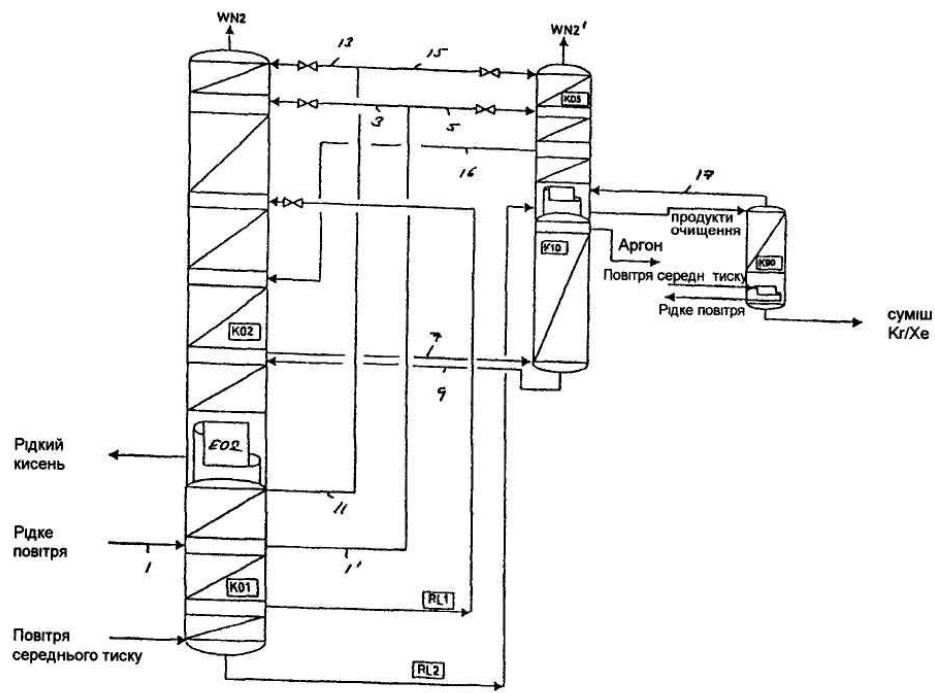
У випадку схеми з турбіною піддуву нагнане повітря спрямовується в осад на дні колони K05, щоб виділити криптон і ксенон, які там містяться.

Крім того, показані на Фігурах 1-9 схеми можуть містити також пристрої дистиляції, наприклад, колону Етьєна (колона, яка працює при проміжному тискові, між середнім і низьким тисками, і в яку подається збагачена рідина). В даному випадку можна видозмінити верхній конденсатор колони Етьєна, шляхом заміни аргонної колони K10 з Фігур 1-9 колоною Етьєна згідно з тим же принципом: додавання ступенів над конденсатором для того, щоб сконцентрувати інертні гази.

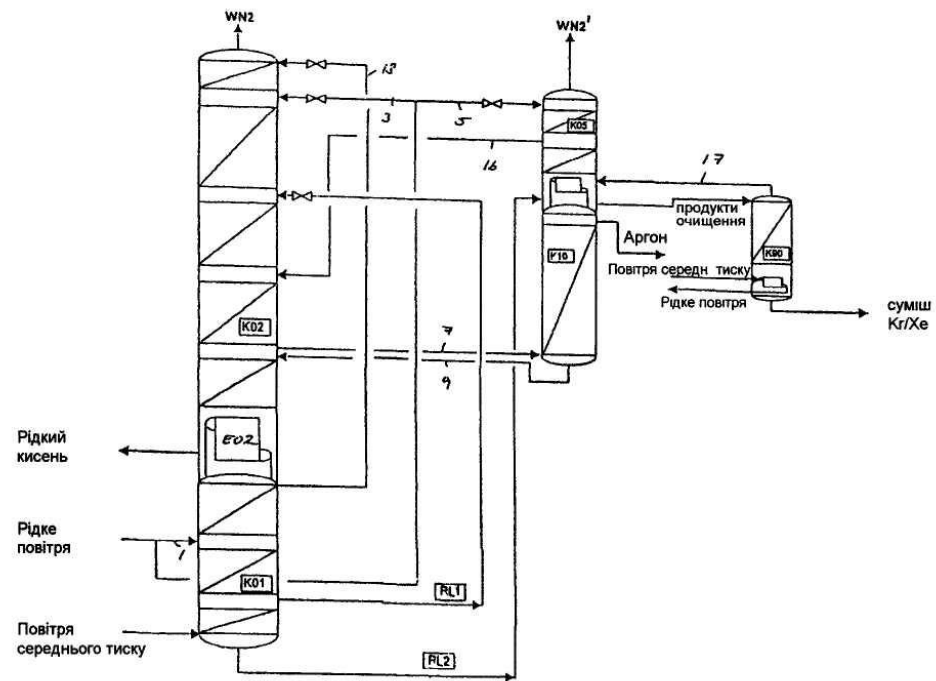
Може виявитися вигідним також не спрямовувати все рідке повітря у верхню частину допоміжної колони, а ввести, на цьому вході у колону, лише потік, який гарантує значення L/V (відношення інтенсивності подачі рідини, що зменшується, до інтенсивності подачі газу, що зростає, в секції дистиляції), яке потрібне, щоб сконцентрувати Kr і Xe в осаді на дні колони K05, обмежуючи, таким чином, концентрацію кисню в цьому осаді колони K05. Далі залишок потоку рідкого повітря спрямовується, разом із збагаченою рідиною RL2, в осад на дні допоміжної колони.



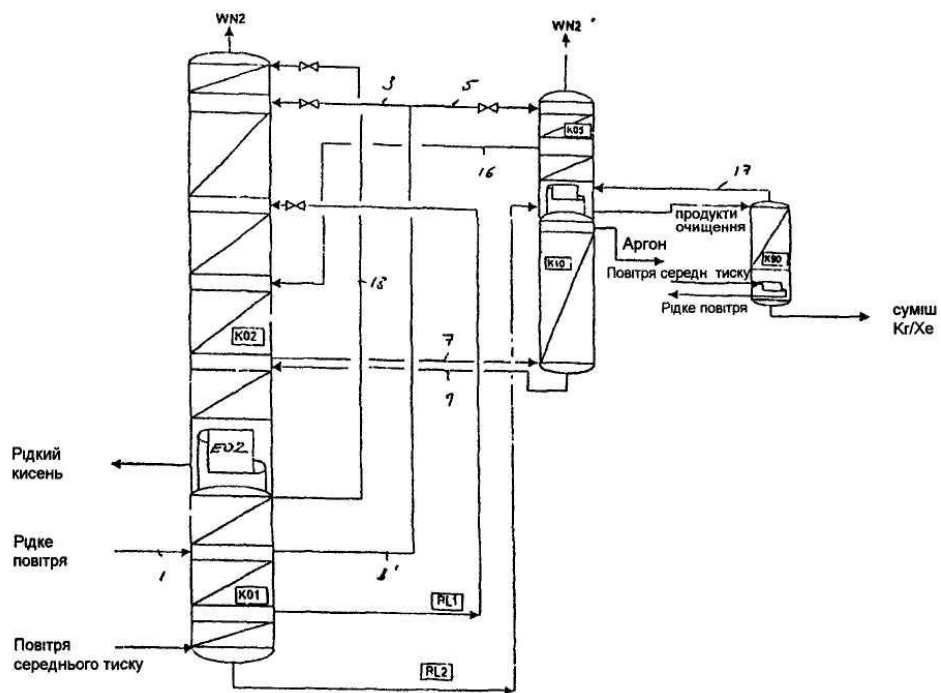
Фіг. 1



Фіг. 2



Фіг. 3



Фіг. 4

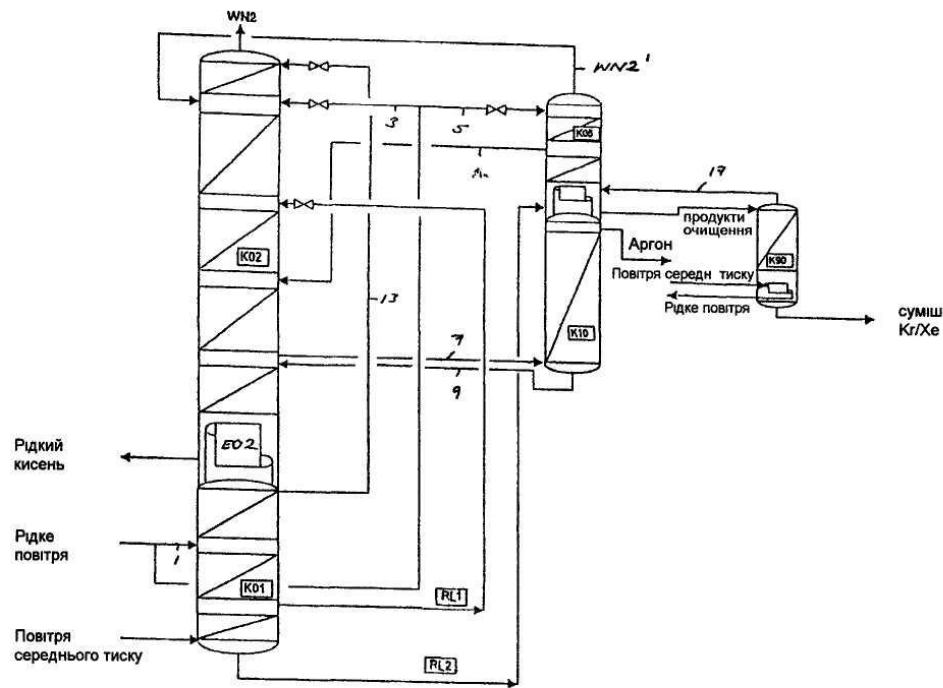


Fig. 5

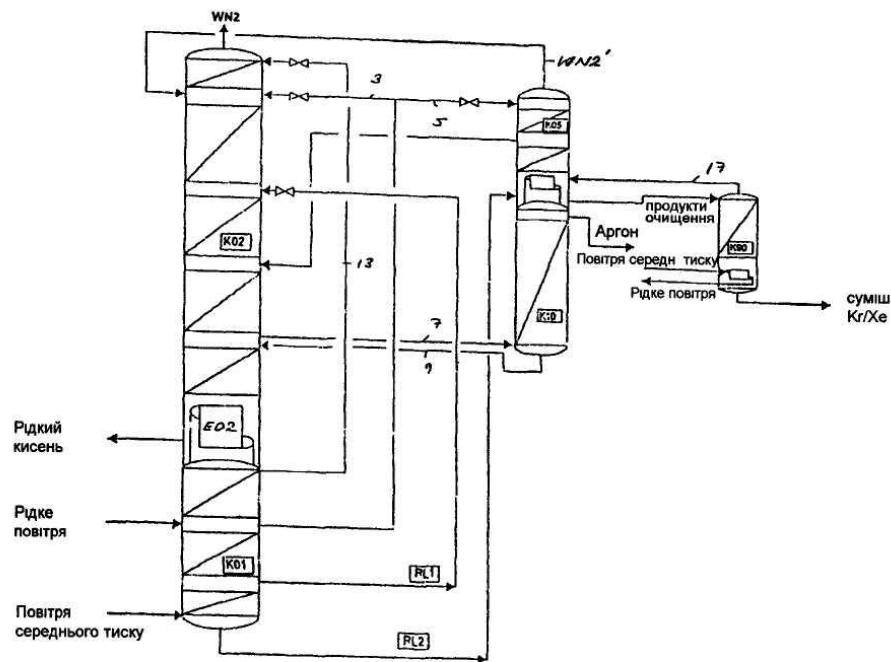
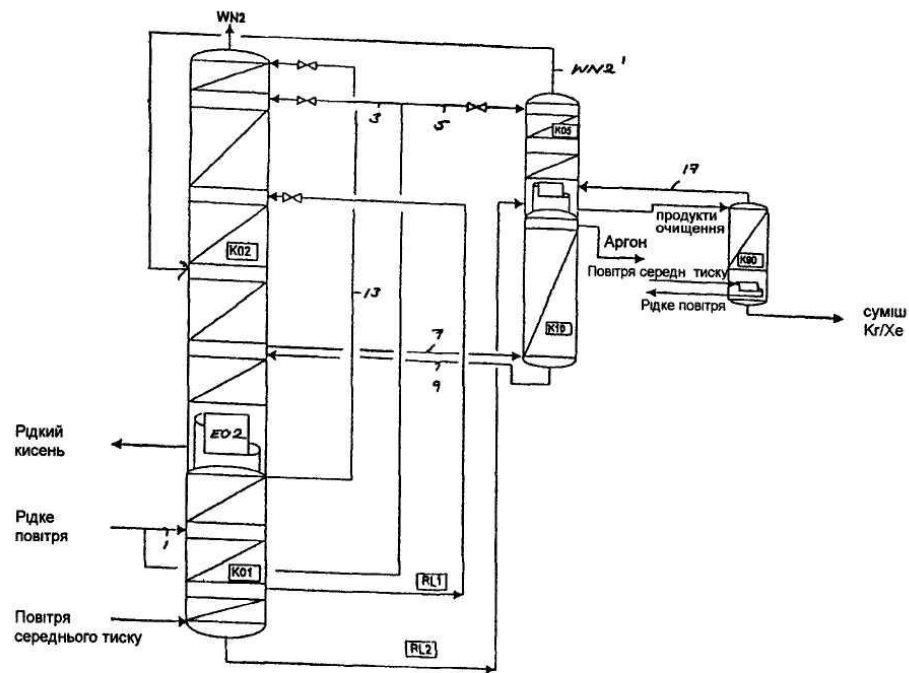
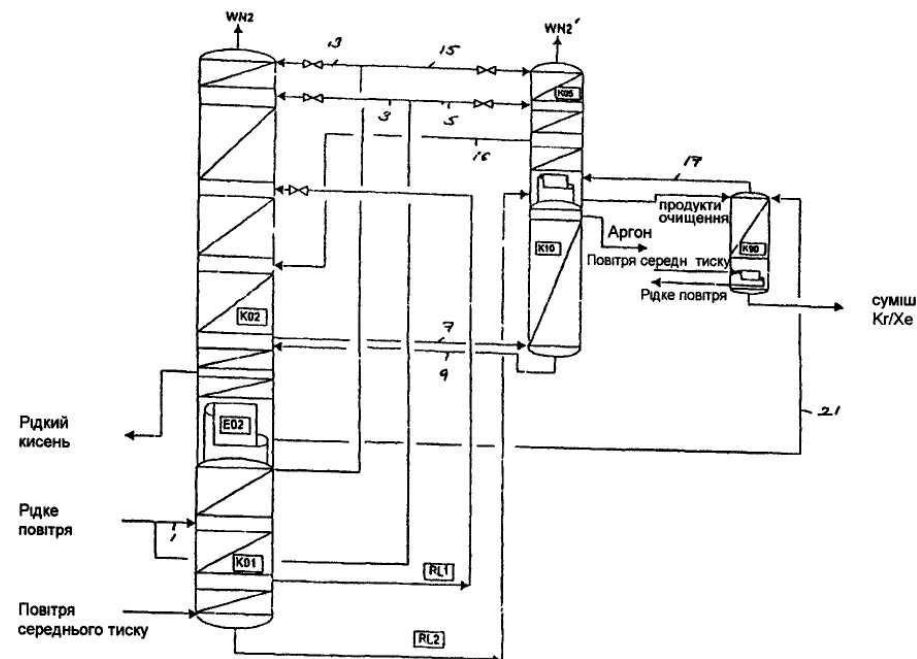


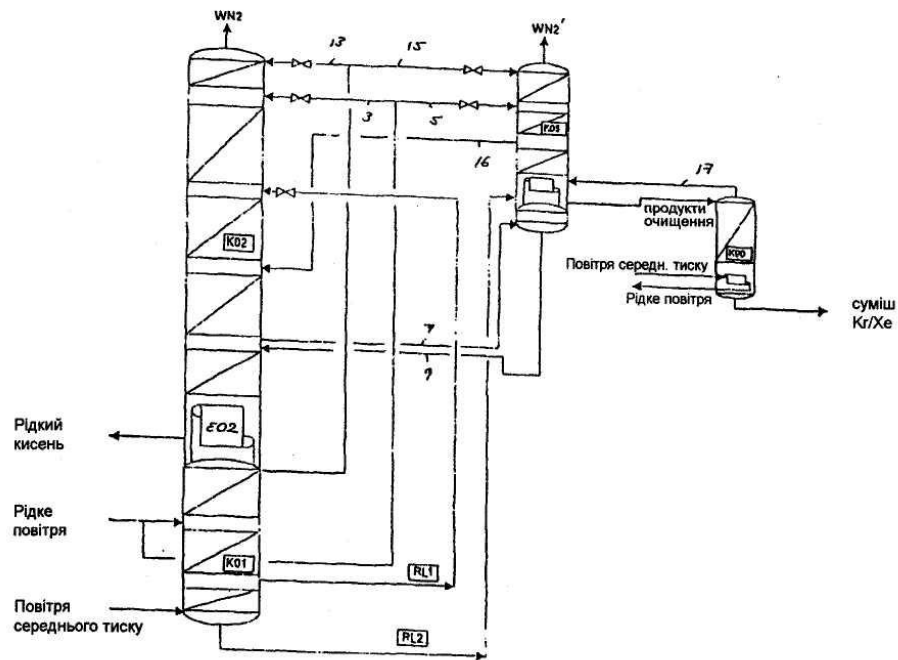
Fig. 6



Фіг. 7



Фіг. 8



Фіг. 9