(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.[5]
B01D 53/00

(45) 공고일자 1991년05월18일
(11) 공고번호 특1991-0003111

| | | | |
|---|---|---|---|
| (21) 출원번호 | 특1989-0005645 | (65) 공개번호 | 특1989-0015774 |
| (22) 출원일자 | 1989년04월28일 | (43) 공개일자 | 1989년11월25일 |
| (30) 우선권주장 | 88-187, 682 1988년04월29일 미국(US) | | |
(71) 출원인 에어 프로덕츠 앤드 케미칼스 인코오포레이티드 윌리암 에프. 마쉬
미합중국 펜실베이니아 18087, 트렉슬러타운 루우트 #222

(72) 발명자 로버트 마이클 토로굳
미합중국 펜실베이니아 18062 메쿤지 밀크릭 로오드 1950
더글라스 레슬리 베네트
미합중국 펜실베이니아 18102, 알렌타운 메이플우드써클 1956
브루스 카일 도슨
미합중국 펜실베이니아 18015, 베들레헴, 피치트리로오드 9
알란 린드세이 프렌티스
영국 서비톤 서레이, 메너 크레센트 17
로드니 존 알람
영국 길드포드 서레이, 길다운로오드 33, 웨스타크로

(74) 대리인 나영환, 윤동열

*심사관 : 홍정표 (책자공보 제2295호)*

# (54) 산소 및 아르곤 회수를 위해 패크된 컬럼을 이용하는 공기 분리 방법

*요약*

내용 없음.

*대표도*

*도1*

*명세서*

[발명의 명칭]

산소 및 아르곤 회수를 위해 패크된 컬럼을 이용하는 공기 분리 방법

[도면의 간단한 설명]

제1도 및 제2도는 아르곤 및 산소를 생성하는 전형적인 병합 증류 시스템 분리 방법의 도면이다.

제3도는 이론 단계의 상대수에 대한 최고 이론치의 백분율로 아르곤 회수를 나타내는 도면이다.

제4도는 이론 단계의 상대수에 대한 최고 이론치의 백분율로 아르곤 회수증가를 나타내는 도면이다.

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 공기를 그것의 구성 성분으로 분리하는 방법에 관한 것이다. 더욱 명확하게, 본 발명은 병합 멀티 컬럼(multi-column) 증류 시스템의 저압 및 아르곤 측관 컬럼에서 내부 물질로 구조 팩킹을 이용하는 공기 분리 방법에 관한 것이다.

저온 증류에 의해 공기를 그것의 구성 성분으로 분리하기 위한 많은 방법이 공지되어 있는데, 그중에서 대표적인 것은 미합중국 특허 제3,729,943호, 제4,533,375호, 제4,578,095호, 제4,604,116호, 제4,605,427호, 제4,670,031호, 및 제4,715,874호이다.

본 발명은 저압 컬럼 및 아르곤 측관 컬럼을 갖는 병합 멀티-컬럼 증류 시스템에서 저온 증류함으로써, 산소, 질소 및 아르곤을 포함하는 혼합물의 분리를 위한 방법의 개선에 관한 것이다. 상기에서, 아르곤 측관 컬럼은 저압 컬럼과 전체적으로 통한다. 전형적인 병합 멀티-컬럼 증류 시스템은 세개의 컬럼을 포함한다. 이들 컬럼의 각각에서, 액체증류 및 증기층류는 밀접하게 접촉되어 있어서 물질 전달을 허용한다. 상기 개선이란 구조 팩킹을 이용하는 저압 컬럼 및 아르곤 측관 컬럼에서 액체 및 증기층류의 긴밀한 접촉을 뜻한다.

본 발명은 공기처럼 산소, 질소 및 아르곤을 포함하는 혼합물을 저온 증류함으로써 분리하는 방법

및 장치에 관한 것이다. 예컨대 질소, 산소 및 아르곤 생성물을 얻기 위한 공기의 저온 분리는 일반적으로 병합 멀티-컬럼 증류 시스템에서 수행된다. 전형적인 병합 멀티-컬럼 증류 시스템은 세개의 컬럼을 갖고 있지만 세개 이상을 포함할 수도 있다. 3-컬럼 증류 시스템에 포함된 세개의 컬럼은 고압 컬럼, 저압 컬럼 및 아르곤 측관 컬럼이다. 본질적으로, 본 발명의 개선은 3-컬럼 증류 시스템의 저압 및 아르곤 측관 컬럼에서 증류단 대신에 구조 팩킹을 이용하는 것이다. 그 결과 아르곤 회수량을 증가시킨다.

본 발명은 아르곤 및 산소를 생성하는 어떠한 공기 분리 방법에도 작용 가능하다. 분리 생성물이 산소 및 아르곤인 공기 분리 방법의 예는 미합중국 특허 제3,729,943호; 제4,533,375호; 제4,578,095호; 제4,604,116호; 제4,605,427호 및 제 4,670,031호에 소개되어 있고 명세서에 참고로 삽입되어 있다.

본 발명은 전형적인 3-컬럼 공기 분리 방법에 의하여 잘 이해된다; 산소 및 아르곤을 생성하는 전형적인 3-컬럼 공기분리 방법을 위한 생성물 개요도를 제1도에 제시한다.

제1도에 대하여, 주위 온도에서 응축된 공기는 라인(10)을 통해서 열교환기(12)로 보내어져 그것의 이슬점 부근까지 냉각된다. 수분 및 이산화탄소는 분자체흡착에 의해 주입 공기로부터 제거된다(제시되지 않음). 열교환기(12), 즉, 역류 열교환기에서 환류하는 공기의 흐름 및 저압을 교대함으로써 제거될 수도 있다. 현재 라인(14)에 있는 냉각 응축되고 불순물이 제거된 공기를 두 부분으로 나눈다. 제1부분은 라인(16)을 통해서 고압 컬럼(18)의 하단부로 공급되고 라인(20)에 있는 제2부분은 다시 두 부분으로 나누어진다. 제1부분은 라인(21)을 통해 아르곤을 생성하는 증발기(94)로 보내어지고 제2부분은 생성물 증발기(22)로 보내져서 응축되어 생성물 증발기(22) 주위의 폐유통에서 액체 산소를 끓이고 라인(24)를 통해서 생성물 증발기(22)로부터 옮겨진다. 라인(24)의 응축 액체를 두 부분으로 분리하여 제1부분은 라인(26)을 통해서 고압 컬럼(18)의 중간 위치로 공급되며 라인(28)의 제2부분은 J-T 밸브(32)들에서 플래쉬(flash)되어 열교환기(30)에서 차냉각된 후 라인(334)을 통해서 저압 컬럼의 중간 위치로 공급된다.

상기 내용물은 라인(40)을 통해서 고압 컬럼(18)으로부터 이동하여 다시 두 부분으로 나뉘어진다. 제1부분은 냉각되지 않도록 주열교환기(12)에서 가온되고 라인(44)을 통해서 고압질소 생성물로 나온다. 제2부분은 라인(46)을 통해서 저압 컬럼(36)의 바닥에 위치한 리보일러(reboiler)/냉각기(48)로 보내져서 응축된후 라인(50)을 통해 보내진다. 응축 순수 질소류는 다시 세 부분으로 나뉘어진다. 제1부분은 환류되기 위해 라인(52)을 통해 고압 컬럼(18)의 상단부로 공급된다. 제2부분은 라인(54)을 통해 액체 질소 생성물로 나오게 되며 라인(56)으로 보내어진 제3부분은 열교환기(30)에서 차냉각되고 J-T 밸브(58)에서 플래쉬되어 라인(60)을 통해서 저압 컬럼(36)의 상단부로 공급된 후 저압 컬럼(36)의 상단부로 순수 질소 환류를 제공한다. 선택적으로, 라인(54)에 있는 제2부분은 생성물로 보내지기 전에 차냉각기(30)에서 차냉각될 수도 있다.

고압 컬럼(18)으로부터 산소가 풍부한 액체를 라인(62)을 통해서 이동한다. 상기류는 류(100)와 혼합되어 산소가 풍부한 액체류(64)를 형성한다. 류(100)은 아르곤 생성물 증발기(94)로부터 응축된 공기류이다. 혼합 액체류는 열교환기(30)에서 차냉각된 후 두개의 하부류로 분리된다. 제1하부류인 라인(66)은 J-T 밸브(68)에서 플래쉬된 후 저압 컬럼(36)의 중상부로 보내어진다. 제2하부류인 라인(70)은 J-T 밸브(71)에서 플래쉬되어 냉각기(86)에 대한 냉각을 위해 아르곤 컬럼(72)의 상단에 위치한 냉각기(86) 주위의 폐유통으로 보내어진다. 기체 오버헤드는 라인(74)을 통해서 냉각기(86) 주위의 폐유통 상단부로 옮겨져 냉각기(86) 부근의 폐유통으로부터 마찬가지로 옮겨진 소액체류(76)와 합쳐져 혼합류(78)를 형성한다. 류(76)는 안정상 이유로 회수된다; 회수함으로써 냉각기(86)주위의 폐유통에 탄화수소가 축적됨을 방지한다. 혼합류(78)는 다시 저압 컬럼(36)의 중간 위치로 보내어진다.

측류는 라인(80)을 통해서 저압 컬럼(36)의 중하부로부터 옮겨져 아르곤 컬럼(72)의 하단부로 보내어진다. 아르곤 컬럼(72)의 바닥액체에는 측류(80)의 중간 컬럼 환류를 위해 끌어올려진 저압 컬럼(36)의 동일위치로 라인(82)을 통해서 보내진다. 오버헤드 아르곤은 라인(84)을 통해서 아르곤 컬럼으로부터 내보내져 냉각기(86)에서 응축된 후 두 부분으로 나뉜다. 제1부분은 아르곤 컬럼(72)에 환류를 제공하기 위해 라인(90)을 통해 아르곤 컬럼(72)의 상단부로 되돌려진다. 제2부분은 아르곤 생성물 증발기(94)로 라인(92)을 통해서 이동, 공급된다. 아르곤 기체 생성물은 라인(96)을 통해서 생성물 증발기(94)로부터 제거되고 아르곤 기체 생성물은 라인(98)은 통해서 생성물 증발기(94)로부터 제거된다.

바닥 액체류는 저압 컬럼(36)(리보일러/냉각기(48) 주위의 바닥 폐유통)으로부터 옮겨져 라인(102)를 통해서 생성물 증발기(22) 주위의 폐유통으로 보내어진다. 기체 산소 생성물은 라인(106)을 통해서 생성물 증발기(22)주위의 오버헤드로부터 옮겨져 주열교환기(12)에서 냉각을 방지하기 위해 가열되며 라인(108)을 통해서 기체 산소 생성물로 나온다. 액체 상소 생성물은 라인(104)을 통해서 생성물 증발기(2)주유의 폐유통의 하단부로부터 액체 산소 생성물로 제거된다.

액체 측류는 고압 컬럼(18)의 중간 위치로부터 라인(110)을 통해서 이동된다. 이 불순한 액체 측류는 열교환기(30)에서 차냉각되어 압력이 감소되고 환류로서 라인(112)을 통해서 저압 컬럼(36)의 상단부로 공급된다. 한편 기체 측류는 고압 컬럼(18)의 유사위치로부터 라인(114)을 통해서 옮겨진다. 이 측류는 냉각되지 않도록 주열교환기(12)에서 가열되고 익스팬더(116)에서 팽창된다.

기체 측류는 저압 컬럼(36)의 상단부로부터 라인(120)을 통해서 이동되며 두 부분으로 나뉜다. 라인(112)에 있는 제1부분은 냉각되지 않도록 열교환기(12)에서 가열되고 재활성화 기체로 사용되며 라인(124)을 통해서 그 과정으로부터 제거된다. 재활성화 기체는 응축 주입 공기로부터 수분 및 이산화탄소를 없애는 데 사용되는 분자체 흡착 유니트를 재활성화시킨다. 재활성화 기체가 필요하지 않다면, 류(124)는 폐기류로 공기중으로 빠지게 된다. 측류의 제2부분인 라인(126)은 냉각되지 않도록 열교환기(30)에서 가열되고 팽창된류(118)와 합쳐져서 혼합류(130)를 형성한다. 이 혼합류(130)는 다시 냉각되지 않도록 열교환기(12)에서 가열되며 라인(132)을 통해서 폐기류로 빠지게 된다.

마침내, 저압 컬럼(36)의 오버헤드는 라인(134)를 통해 옮겨지며 냉각되지 않도록 열교환기(30)에서 가열된다. 현재 라인(136)에 있는 가온된 오버헤드는 냉각되지 않도록 열교환기(12)에서 더 가열되고 라인(138)을 통해서 저압질소 생성물로 보내어진다.

3-컬럼 방법의 대안이 제2도에 제시되어 있다. 산소가 공기응축 증발기를 이용하지 않고 저압 컬럼으로부터 직접 생성물로 기화되는 3-컬럼 방법을 묘사하고 있다. 제1도 및 제2도의 일반류는 동일 숫자이다.

제2도에 대하여 주위 온도에서 응축된 공기는 라인(10)을 통해서 열교환기(12)로 공급되며, 거기서 이슬점 근처로 냉각된다. 수분 및 이산화탄소는 분자체 흡착(제시되지 않음)에 의해 주입 공기로부터 제거된다.

이런 제거는 또한 공기의 흐름 및 저압을 교대하고, 열교환기(12) 즉 역류열 교환기에서 흐름을 되돌려 놓여짐으로써도 가능하다. 라인(14)에 있는 냉각 응축되고 불순물 없는 공기는 다시 두 부분으로 나뉜다. 제1부분은 라인(16)을 통해서 고압 컬럼(18)의 하단부로 공급된다. 제2부분은 응축류가 라인(100)을 통해서 되돌려져 라인(62)과 합쳐진 아르곤 생성물 증발기(22)로 라인(200)을 통해서 공급된다.

오버헤드는 라인(40)을 통해서 고압 컬럼(18)로부터 옮겨진 후 두 부분으로 나뉜다. 제1부분인 라인(42)은 두 하부류로 나뉜다. 제1하부류는 냉각되지 않도록 주열교환기(12)에서 라인(44)을 통해서 고압질소 생성물로 제거된다. 제2하부류인 라인(206)은 냉각되지 않도록 열교환기(12)에서 가열되고 익스팬더(116)에서 팽창되어 라인(208)을 통해서 라인(136)에 있는 저압질소와 합쳐진다. 제2부분은 라인(46)을 통해서 저압 컬럼(36)의 바닥에 위치한 리보일러/냉각기(48)로 공급되며 거기에서 응축되어 라인(50)을 통해서 옮겨진다. 이 응축 순수 질소류는 다시 세 부분으로 나뉜다. 제1부분은 라인(52)을 통해서 고압 컬럼(18)의 상단부로 공급되며 고압 컬럼(18)으로 환류된다. 제2부분은 라인(54)을 통해서 액체 질소 생성물로 제거되고 라인(56)을 통해서 옮겨진 제3부분은 열교환기(30)에서 차냉각되고 J-T 밸브(58)에서 플래쉬되어 라인(60)을 통해서 저압 컬럼(36)의 상단부로 공급됨으로써 순수질소가 저압컬럼(36)의 상단부로 환류된다. 선택적으로, 라인(54)에 있는 제2부분은 생성물로 제거되기 전에 차냉각기(30)에서 차냉각될 수도 있다.

고압 칼럼(18)의 산소가 풍부한 바닥액체는 라인(62)을 통해서 이동하여 열교환기(30)에서 차냉각된다.

이 액체류는 다시 두 하부류로 나뉜다. 제1부분인 라인(66)은 J-T 밸브(68)에서 플래쉬되어 저압 컬럼(36)의 중상부로 공급된다. 제2하부류인 라인(70)은 J-T 밸브(71)에서 플래쉬 된 후 아르곤 컬럼(72)의 상단부에 위치한 냉각기(86) 주위의 폐유통으로 공급되어 냉각기(86)를 냉각한다. 기체 오버헤드는 라인(74)을 통해서 냉각기(86) 주위의 폐유통 오버헤드 부분으로부터 옮겨져서 냉각기(86) 주위의 폐유통으로부터 마찬가지로 옮겨진 소액체류(76)와 합쳐짐으로써 혼합류(78)를 형성한다. 류(76)는 안정상의 이유로 제거된다. 제거함으로써 냉각기(86) 주위의 폐유통에 탄화수소의 축적을 방지한다. 상기 혼합류(78)는 다시 저압 컬럼(36)의 중간위치로 공급된다. 측류는 라인(80)을 통해서 저압 컬럼(36)의 중하부로부터 아르곤 컬럼(72)의 하단부로 옮겨진다. 아르곤(72)의 바닥액체는 라인(82)을 통해서 측류(80)의 중간 컬럼 환류되도록 끌어 올려진 동일 위치에서 저압 컬럼(36)으로 돌아간다. 오버헤드 아르곤은 라인(84)을 통해서 아르곤 컬럼으로부터 옮겨져서 냉각기(86)에서 응축된 두 부분으로 나뉜다. 제1부분은 라인(90)을 통해서 아르곤 컬럼(72)의 상단부로 돌려 보내져 아르곤 컬럼(72)으로 환류된다. 제2부분은 라인(92)을 통해서 아르곤 생성물 증발기(94)로
옮겨진다. 아르곤 기체 생성물은 생성물 증발기(94)로부터 라인(96)을 통해서 내보내지며 아르곤 액체 생성물은 라인(98)을 통해서 생성물 증발기(94)로부터 빠져 나간다.

바닥 기체 산소류는 라인(204)을 통해서 리보일러/냉각기(48) 주위의 바닥 폐유통 위의 저압 컬럼(36)으로부터 옮겨져, 냉각되지 않도록 주열교환기(12)에서 가온되며 라인(108)을 통해서 기체 산소 생성물로 빠져 나간다. 액체 산소 생성물은 라인(104)을 통해서 액체 산소 생성물이 제거된 것처럼 리보일러-냉각기(48)의 주위의 폐유통 하단부로부터 제거된다.

액체 측류는 라인(110)을 통해서 고압 컬럼(18)의 증가위치로부터 제거된다. 이 불순한 액체 측류는 열교환기(30)에서 차냉각되어 압력이 감소하고 라인(112)을 통해서 저압 컬럼(36)의 상단부로 환류로서 공급된다.

기체 축류는 라인(120)을 통해서 저압 컬럼(36)의 상단부로부터 빠져나온 후 두부분으로 나뉜다. 라인(122)내의 제1부분은 냉각되지 않도록 열교환기(12)에서 가온되어 재활성화 기체로 사용되고 라인(124)을 통해서 그 과정에서부터 제거된다. 재활성화 기체는 응축 주입 공기로부터 수분 및 이산화탄소를 없애는데 이용되는 분자체 흡착 유니트를 재활성화 한다. 재활성화 기체가 필요하지 않다면, 류(124)는 폐기류로 공기중으로 내보내진다. 측류의 제2부분인 라인(126)은 냉각되지 않도록 열교환기(30) 및 (12)에서 가열되고 라인(132)을 통해서 폐기류로 내보내진다. 결국, 저압 컬럼(36)의 오버헤드는 냉각되지 않도록 라인(134)을 통해서 열교환기(30)에서 가온된다. 현재 라인(136)에 있는 가온된 오버헤드는 라인(208)내의 저압질소와 합쳐져서 냉각되지 않도록 열교환기(12)에서 더 가온된 후 라인(138)을 통해서 저압질소 생성물로 제거된다.

통상적으로, 상기 방법의 증류 컬럼은 증류단이 포함된 컬럼을 이용한다. 선택 경로, 생성물, 및 전력과 자본의 상대적 가치에 따라 변하지만, 고압 컬럼, 저압 컬럼 및 아르곤 컬럼의 전형적인 이론단수는 각각 50, 70 및 40이다. 분리 효능을 올리기 위해서, 컬럼내에 특별히 고안된 증류단을 이용한다. 이런 증류단은 일반적으로 4 내지 8인치 정도로 고안된 단이다. 큰 기계 장치용으로는 체단(sieve tray)이 일반적으로 사용된다. 홀(hole) 면적은 전형적으로 단 공간의 5 내지 15% 이다. 주어진 압력 감소를 최대화하기 위해서, 각 단에 다수의 위어(weir)를 포함하도록 구성된 단이 일반적이다. 최적 고안품으로 분리의 이론 단계당 1.5 내지 3.0인치의 액체를 분리하기 위한 이론 단계당 압력 감소를 얻는다.

저압 컬럼에서 이론 단계당 압력 저하의 감소는 리보일러-냉각기에서 동등한 온도 접근을 위해 고압 컬럼의 압력을 낮춘다. 고압 컬럼 압력 강하는 차례로 주입 공기 응축기의 전력소모를 줄인다.

저온 공업에서, 이론 단계당 압력 강하를 감소시키기 위한 한가지 방법은 증류단에서 개방 면적분을 증가시키는 것이다. 그러나 개방 면적율이 약 0.20 이상 증가되고, 겉보기 속도가 충분히 낮게 유지되어 적당한 단공간에서의 단 범람을 방해한다면, 실제로 스며나오게 될 것이다. 이 결과 컬럼 수행을 막대하게 저하시킨다.

본 발명의 분리는 구조 또는 오더화된(ordered) 팩킹을 사용한다. 구조 또는 오더화된 팩킹이란 팩킹에서 기체 흐름의 역류 방향으로 구조 표면상에서 액체가 흐르고, 표면은 일차 흐름 방향에 수직 방향으로 액체 및/또는 증기 혼합을 증진시키면서 저압 감소를 위해 고물질 전달되도록 배열된다. 오더화된 또는 구조 팩킹의 실시예는 미합중국 특허 제4,128,684호; 제4,186,259호; 제4,296,050호; 제4,455,339호; 제4,497,751호 ; 제4,497,752호 및 제4,497,753호의 명세서에 참고로 삽입되어 있다. 이들 특허는 구조(오더화된) 팩킹의 상세한 실시예를 공개하고는 있으나, 모든 실시예를 총망라한 것은 아니다. 여러 종류중에서 한 형태의 구조 팩킹을 선택하는 것이 본 발명의 목적이 아닌 것이 분명하다. 구조 팩킹의 모든 형태가 본 발명에 적용 가능하도록 생각된다. 팩킹 성분의 수행은 탄화수소 분리를 위해 논리적으로 잘 공지되어 있으나 사용에 대한 어떠한 제시도 공기의 저온 분리에 대한 기술 분야에 나타나 있지 않다.

상기 언급한 대로, 본 발명은 구조 팩킹에 의한 저압 및 아르곤 컬럼의 모든 부분에 있어서 증류 단계로 이전에 사용된 단의 교체를 포함한다. 그러나 고압 컬럼내의 단은 또한 에너지 절약을 더욱 효과적으로 하기 위한 구조 팩킹에 의해 대체 가능하다. 구조 팩킹으로 단을 교체함으로써 얻는 예상밖의 장점을 하기에 기술한다.

구조 팩킹을 사용함으로써 얻는 장점은 증류단으로 달성 가능한 이론 단계당 최소치 이하로 압력 강하를 감소시킬 수 있다는 것이다. 증류단은 액체를 통한 기체 거품의 안정한 2층 유체 구조를 유지하기 위한 필요성으로 제한받지 않는다. 즉 액체의 역류를 방해하기 위해 발포장치(증류단)를 지나는 액체의 압력을 충분히 낮추어야 한다. 상기 역류는 상단에서 하단으로의 스며나옴 및 쏟아짐을 야기하기도 한다. 안정성을 얻기 위한 최소 압력 강하는 이론단계당 약 1.5인치의 액체이다. 구조 팩킹에서, 물질 전달은 액체 및 기체의 유동 필름 사이에서 일어나며, 쉽게 발포 안정성에 제한되지 않는다. 즉, 이론 단계당 0.2 내지 0.5인치 정도의 액체 압력 강하는 구조 팩킹을 이용하여 얻을 수 있다.

결과적으로, 산소 및 아르곤(또는 질소)의 생성을 위한 저온 증류 방법에서 낮은 주입 공기 압력을 얻을 수 있다. 압력을 강하시킴으로써 상기 방법에 대한 응축 에너지 소모를 낮춘다. 소량의 공기 응축 에너지 절약은 낮은 압력에서 사용 압력으로 응축되어야만 하는 방법에서 생성되는 산소에 대한 낮은 압력으로 상쇄된다. 상기 방법에서 생성된 아르곤은 낮은 생성 압력에 의해 영향받지는 않는데, 이것은 액체로 응축되어 액체 정전헤드(head)가 저장을 위한 전달 물질로 사용되기 때문이다.

증류 시스템의 압력이 강하됨으로써 얻을 수 있는 중요한 결과는 산소에 대한 아르곤 및 질소의 휘발성이 커진다는 것이다. 상기 결과는 증류 과정에서 아르곤의 분리를 향상시키고 시스템의 컬럼 사이에 조성물 분포를 변화시킨다. 분리를 향상시킴으로써 예상밖의 상승 효과를 얻는다. 컬럼 시스템에서 증류단을 사용하는 어떠한 유사상태 하에서도 상당히 높은 아르곤 회수율을 얻을 수 있다. 복합 증류 시스템으로 생성물 회수는 시스템의 증류단계수, 압력 및 성분분포의 효과에 따라 결정된다.

상기 장점을 입증하기 위해서, 하기 실시예들은 제2도의 방법에 대하여 측정되었다.

제2도의 방법은 아르곤의 회수를 극대화 하기 위해 바람직한 것으로 선택되는 반면 제1도의 방법은 산소의 최적 경제 생성에 적합하다. 제2도의 방법에 있어서, 질소류는 주입공기의 10% 정도와 함께 고압컬럼으로부터 이동되어 비교측정치를 위한 증류 시스템에 비교상태를 제공한다. 증류 단계수의 변화는 컬럼 시스템 전체에 균형있게 작용한다. 압력 변화로 인한 외부 냉각 박스의 작은 변화는 외부 출처로부터 냉각의 첨가 또는 감소에 의해 필요하다면 보충된다.

비교를 위해, 단을 이용하는 3-컬럼 분리 방법의 작용을 측정하고 하기 표 I에 산소회수 변화량으로 제시한다.

[표 1]

[99.7% 산소를 생성하는 3-컬럼장치의 산소 회수]

| 컬럼내 이론단계의 수 : 디자인(%) | 100 | 120 | 150 | 200 |
|---|---|---|---|---|
| 주입공기 흐름으로부터 생성물로 회수된 산소 백분율 | 20.83 | 20.90 | 20.91 | 20.92 |

모든 것이 정상적이라면 계속 증가될 것이다. 작은 변화는 산소 생성을 위한 방법의 효능을 높이기 위함이다.

아르곤 회수를 위한 증류단의 수가 증가함으로써 얻은 결과를 측정하여 하기의 표 II에 제시한다.

[표 2]

[아르곤 측관 컬럼을 포함하는 2-컬럼장치의 불순한 아르곤 회수]

(3-컬럼 시스템)

| 컬럼내 이론단계의 수 : 디자인(%) | 100 | 120 | 150 | 200 |
|---|---|---|---|---|
| 주입공기 흐름에 함유된 Ar로 생성물로 회수된 Ar의 백분율 | 74.8 | 83.2 | 85.9 | 80.5 |

아르곤 회수를 위한 증류단의 수가 증가함으로써 얻는 효과는 산소 회수를 위한 것과 상당히 다르다는 것을 알게 된다. 아르곤 회수는 초기에 증가한 후 최대 값을 통과한다.

구조 팩킹이 증류 시스템에서 단을 부분적 또는 전체적으로 대신하는데 사용될때, 매우 다른 결과를 얻는다. 아르곤 회수는 증류단계의 수에 따라 계속 증가하고 증류단으로 얻을 수 있는 최대치 보다 실제 더 높다.

증류단을 구조 팩킹으로 부분 교체 및 완전 교체함으로써 얻는 결과를 표 III에 제시하고 제3도에서 표 II와 비교된다. 팩킹에 의한 단의 부분 교체는 미합중국 특허 제07/132,535호에 제시된 조성물 범위와 일치한다. 조성물 범위는 아르곤 농도가 약 0.6 내지 75 부피% 정도 이내인 것이다. 표 III은 다음과 같다.

[아르곤 측관 컬럼을 포함하는 2-컬럼장치의 불순한 아르곤 회수]

(3-컬럼 시스템)

| 컬럼내 이론단계의 수 : 디자인(%) | 100 | 150 | 200 |
|---|---|---|---|
| 단의 부분 교체 - 주입공기 흐름에 함유된 Ar로부터 생성물로 회수된 Ar 백분율 | 84.5 | 91.2 | 91.5 |
| 단의 완전 교체 - 주입공기 흐름에 함유된 Ar로부터 생성물로 회수된 Ar의 백분율 | 88.4 | 91.9 | - |

제3도 및 표 II 표 III의 분석으로부터 알 수 있듯이 단의 부분 교체를 위해 단계의 총수를 디자인의 단지 105%로 증가시킴으로써 모든 증류단으로 가능한 최대치보다 더 높은 아르곤 회수를 얻는다. 한편 저압 및 아르곤 측관 컬럼 전체에 팩킹의 사용은 가장 우수한 단 시스템보다 항상 더 바람직하다. 장점의 중요성은 주입공기에서 아르곤으로부터 이용 가능한 최대 이론 증가에 대한 아르곤 회수 증가를 비교함으로써 더욱 상세하게 설명된다.

백분율 증가를 표 IV 및 제4도에 제시한다.

[표 4]

[최대 이론 증가의 백분율로 단 디자인 증가의 기준으로 비교된 아르곤 회수]

| 컬럼내 이론단계의 수 : 디자인(%) | 100 | 120 | 150 | 200 |
|---|---|---|---|---|
| 이론 최대치에 대한 아르곤 회수의 % 증가 | | | | |
| 완전 단 | 0 | 44.8 | 60.2 | 30.0 |
| 부분 팩킹 | 52.2 | N/C | 88.4 | 90.4 |
| 완전 팩킹 | 73.5 | N/C | 92.5 | N/C |

N/C-측정되지 않음.

표 IV 및 제3도로부터 현저한 예상 밖의 결과는, 팩킹을 이용함으로써 이론 최대치의 90% 이상으로 아르곤 회수가 증가 가능하고 반면 이론 최대치의 단 60%만이 단 증류 단계의 수에 의해 얻을 수 있다.

공기중에 존재하는 소량의 아르곤은 저온성 산소 기계 장치로부터 생성되는 아르곤에 대해 매우 높은 가치를 준다. 암모니아 제거 기체와 같은 아르곤의 다른 출처는 분리를 효과있게 하기 위해 훨씬 더 많은 에너지 공급과 자본 소비를 요구한다. 즉, 공기 분리 방법으로부터 추가 아르곤 생성은 과정의 작동에 매우 큰 경제적 장점을 제공한다. 그러므로 아르곤은 그 과정으로부터 유사 산소 생성에 대하여 실제 예비량으로 평가된다.

공기 분리를 위한 생성비의 주요소는 주입 공기 및 생성물 응축을 위한 에너지 요구이다. 다른 과정의 상대적으로 경제적인 장점을 평가하는 편리한 방법은 생성물에 대한 상대적인 비전력을 측정하는 것이다. 아르곤에 대한 예비량 때문에, 산소에 대해 아르곤 고유 전력 요구량을 측정하는 것이 편리하다. 이것은 산소에 대한 아르곤 상대 중량 증배기를 적용함으로써 수행 가능하다. 그런 중량 증배기의 예는 산소에 대한 아르곤 생성을 (5)회 측정하는 것이다. 이렇게 함으로써 다른 과정의 생성물에 대한 단위 생성물 비전력을 측정할 수 있고, 상기 방법의 에너지 효율성을 비교한다.

본 발명의 장점을 나타내기 위해서, 제1도에 대한 계산을 실사하여 완전단, 부분팩킹 및 전팩킹에 관한 상대적인 에너지 소비를 비교하였다. 이러한 계산에 대하여는 증류 시스템으로 진입하는 공기

의 응축 등온 에너지를 결정하고 상기 시스템을 이탈하는 산소 부과-압력에 대한 유사 기준표를 만듦으로써 오직 증류 방법에 관한 에너지 비교표를 만든다는 것을 가정한다. 14.5 프사이의 기준압력을 가정하였다. 따라서, 생성물 산소 및 아르곤의 단위당 비에너지 ε를 하기 일반식과 같이 계산하였다.

$$\varepsilon = \frac{RT_0}{r_{O_2} - Zr_{Ar}} \left[ \ln \frac{P_{air}}{P_{ref}} - r_{O_2} \ln \frac{P_{O_2}}{P_{ref}} \right]$$

상기식에서 Z는 5로 가정된, 상소에 대한 아르곤 측정값의 중량 인자이고, $T_0$는 응축힘을 결정하기 위한 주위 온도이고, R은 기체 상수이고, $P_{ref}$는 14.5프사이로 가정된, 기체 응축용 기준압력이고, $P_{air}$ 및 $P_2$는 각각 밀폐 컬럼에서 공기 및 산소의 압력이고, $r_2$ 및 $r_{AR}$은 각각 공기 주입흐름의 몰분율로서 표시된 산소 및 아르곤 회수치이다.

ε의 값을 모든 단을 갖춘 증류 시스템에 대한 디자인인 경우에 대하여 저압 컬럼에서의 0.0766프사이/이론 단 및 아르곤 측관 컬럼에서의 0.095프사이/이론 단의 압력 강하에서 계산하였다. 팩킹에 대한 상응하는 압력강하는 각각 0.0175 및 0.0148프사이/이론단계이었다. 증류 단계수의 기능치로서 ε의 백분율 변화에 대한 계산된 결과를 하기표(V)에 수록하였다.

[표 5]

[증류단계의 수기능으로 분자산소/아르곤 생성물 단위당 비에너지]

| 컬럼내 이론단계의 수 : 디자인(%) | 100 | 120 | 150 | 200 |
|---|---|---|---|---|
| 비에너지, $\varepsilon/TR_0$ : 완전단 | 7.115 | 7.121 | 7.266 | 7.609 |
| 부분 팩킹 | 6.627 | N/C | 6.669 | 6.791 |
| 완전 팩킹 | 6.395 | N/C | 6.395 | N/C |
| 증가된 물질전달 | 6.387 | 6.377 | @116% | |

[100% 디자인인 경우의 백분율로 비에너지]

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 절약 : 완전단 | 0 | −.08 | −2.1 | −6.9 |
| 부분 팩킹 | 6.9 | N/C | 6.3 | 4.6 |
| 완전 팩킹 | 10.1 | N/C | 10.1 | N/C |
| 증가된 물질전달 | 10.2 | 10.4 | @116% | |

N/C-계산되지 않음.

표(V)는 또 하나의 놀라운 결과를 보여준다. 증류방법에서 단계수가 늘어남에 따라 증가된 압력강하에 수반되는 불리한 에너지 조건이 있을 것이라고 일반적으로 생각된다. 단수가 두배로 될때, 증류된 시스템이 약 7%의 상대적인 에너지 불리를 갖는다는 것을 보여준다. 유사하게, 약 0.6 내지 75부피% 범위의 아르곤 조성물에서 팩킹으로 단을 부분 대체하여 얻는 에너지 장점은 단계의 수가 증가함에 따라 감소한다. 그러나 전팩킹의 경우, 10% 이상의 매우 크고 일정한 에너지 장점을 단계의 수 50% 증가까지는 관찰할 수 있다.

이것은 이론 최고치의 약 90%의 아르곤 회수량 증가는 최대 에너지 절약으로부터 이익을 보는한 얻을 수 있다는 것을 의미한다.

전술한 내용에 있어서 팩크된 컬럼은 현재 이론적 관계로부터 계산되듯이 압력 강하반응은 일으킨다고 생각되었다. 그러나 미합중국 특허 제07/132,535호에 산소/아르곤 회수용 팩킹은 예상물질 전달 수행보다 더 우수하고, 즉 높이에 대해 약 20% 정도이다. 이런 장점은 높이가 낮아짐으로써 감소된 압력강하로부터 단계의 디자인수에 에너지 절약을 결정하고 팩킹의 동일 높이의 비에너지 및 생성 장점을 계산함으로써 예비 계산에 첨가될 수도 있다.(물질전달의 증가없이 이론단계의 디자인수와 동일한 압력강하)

이 계산치들을 표(V)에 수록했다. 상기 결과로부터 최대 장점은 개선수행에 기인하고 추가단계를 이용함으로써 얻어지며 10.4%의 특별 절약을 얻을 수 있다.

본 발명은 그것의 상세한 구체화에 의해 설명될 수 있다. 이러한 구체화가 본 발명의 영역을 제한하는 것은 아니다. 본 발명의 영역은 하기 청구범위에 의해 확인되어야 한다.

## *(57) 청구의 범위*

### 청구항 1

산소, 질소 및 아르곤을 포함하는 혼합물을 저압 컬럼 및 아르곤 측관 컬럼을 갖는 병합 멀티-컬럼 증류 시스템에서 저온 증류에 의해 분리하고 상기 아르곤 측관 저압 컬럼과 완전히 연통하고, 병합

증류 시스템, 액체층류 및 기체층류의 각 컬럼은 밀접하게 접촉하여 물질 전달을 허용하는 분리 방법에 있어서, 아르곤 회수율의 증가를 위해 구조 팩킹을 이용함으로써 저압 및 컬럼 아르곤 측관 컬럼에서 액체 및 기체층류를 밀접하게 접촉시키는 것으로 구성되는 것을 특징으로 하는 방법.

**청구항 2**

제1항에 있어서, 병합 멀티-컬럼 증류 시스템이 저압 컬럼 및 아르곤 측관 컬럼과 함께 고압 컬럼을 포함하는 3-컬럼 증류 시스템인 방법.

**청구항 3**

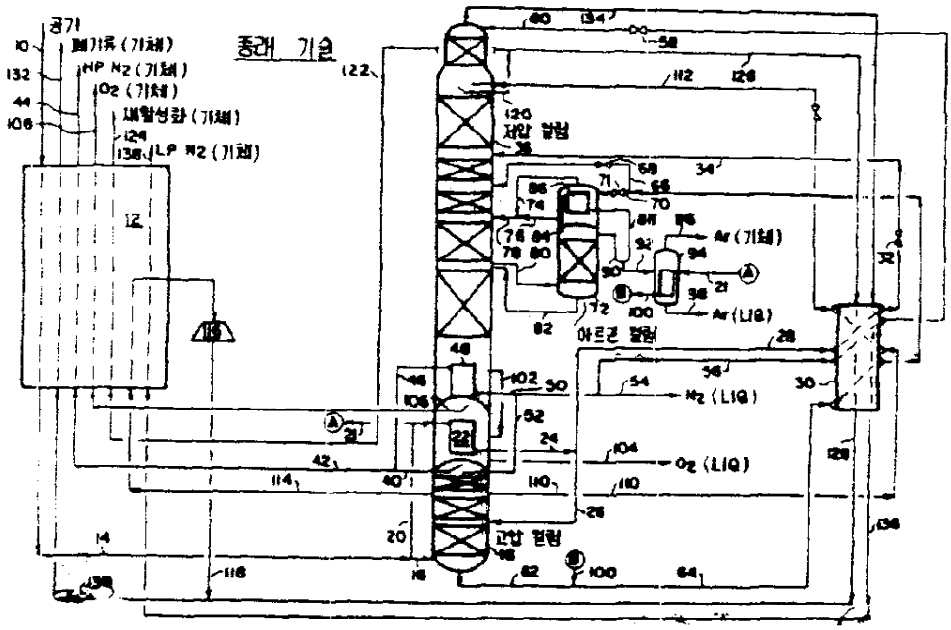
제2항에 있어서, 기체산소가 저압 컬럼으로부터 직접 생성되는 방법.

**청구항 4**

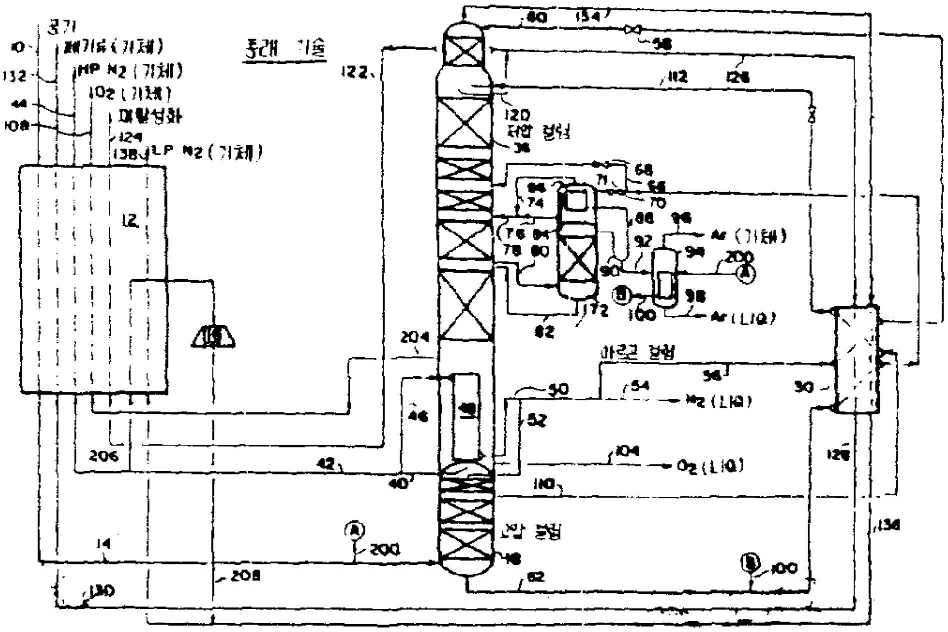
제2항에 있어서, 액체산소가 생성되어 저압 컬럼으로부터 이동된 후, 응축 주입 공기류에 의해 기화되는 방법.

*도면*

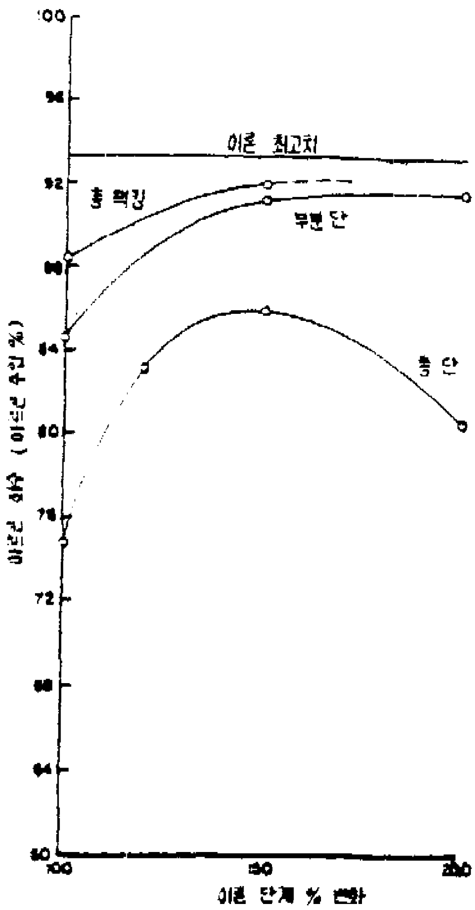
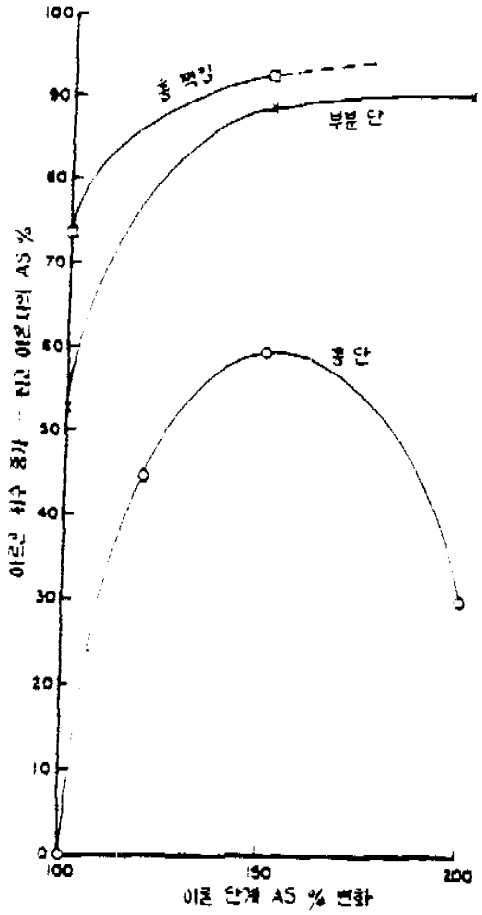
*도면1*



도면2


종래 기술
공기
폐기류(기체)
HP N2(기체)
102(기체)
재활성화
LP N2(기체)
저압 칼럼
아르곤 칼럼
Ar(기체)
Ar(LIQ)
N2(LIQ)
O2(LIQ)
고압 칼럼

도면3


이론 최고치
총 혜징
무변 단
총 단
아르곤 회수 (아르곤 수집 %)
이론 단계 % 변화
100
96
92
88
84
80
76
72
68
64
60
100
150
200

도면4