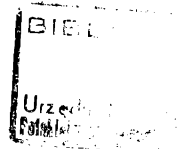


URZĄD PATENTOWY



F25ji 3104

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

№ 1515.

Kl. 17 g 2.

„L'Air Liquide“

Société Anonyme pour l'Étude et l'Exploitation des Procédés G. Claude
(Paryż, Francja).**Sposób rozkładu powietrza na tlen i azot przy jednoczesnem otrzymywaniu
wysokoprocentowego argonu.**

Zgłoszono 18 maja 1920 r.

Udzielono 3 lutego 1925 r.

Pierwszeństwo: 13 kwietnia 1917 r. (Francja).

Wiadomo, że w zwykłych przyrządach do oddzielania części składowych powietrza przez skroplenie, płynny tlen, zbierający się na spodzie kolumny rektyfikacyjnej, w części zwanej parownikiem, zostaje tam wyparowany pod działaniem powietrza ściśnionego, które się skrapla. Około $\frac{1}{5}$ tlenu w ten sposób odparowanego podnosi się w kolumnie rektyfikacyjnej w celu stopniowej zamiany spływającej cieczy na płynny tlen; pozostała zaś $\frac{1}{5}$ tlenu, odpowiadająca ilości tlenu, zawartego w przerabianem powietrzu, zostaje odprowadzona bezpośrednio z przyrządu i stanowi jeden z produktów fabrykacji. Podnoszące się do góry gazy, stopniowo ulegające zmianie podczas ich podnoszenia się w kolumnie rektyfikacyjnej przy zetknięciu się z cieczami, wychodzą z niej w części górnej i

zawierają znaczną ilość azotu.

Lecz skutek zwłaszcza zawartości argonu proces nie odbywa się w rzeczywistości tak prosto.

Argon, którego punkt wrzenia jest bardzo zbliżony do punktu wrzenia tlenu, oddziela się odeń bardzo trudno i dla otrzymania bardzo czystego tlenu, coraz bardziej poszukiwanego w przemyśle, należy odprowadzić wraz z azotem bardzo znaczną ilość argonu, który pociąg za sobą część tlenu z przerabianego powietrza. Z tego wynika zmniejszenie wydajności tlenu i mniejsza czystość azotu.

We francuskim patencie firmy L'Air Liquide, za № 437013, opisany jest sposób zarządzenia tej ostatniej wadzie i otrzymania bardzo czystego tlenu bez szkody dla czystości azotu. Środek ten polega na odpływie płynne-

go tlenu, odpowiadającego $\frac{1}{5}$ ilości, o której była mowa powyżej, do osobnego zbiornika (fig. 1 rysunku), gdzie tlen zostaje rozdzielony przez rektyfikację i odparowanie na nieznaczną część, zawierającą prawie cały azot i argon i część główną, utworzoną z bardzo czystego tlenu. Pierwsza część, odprowadzana osobno przez rurociąg *W*, nie będzie przeto zanieczyszczać swym tlenem i argonem azotu, wytwarzanego w głównej kolumnie rektyfikacyjnej. Stosownie do celów, opisanych w powyższym patencie, system w którym przerabiane powietrze sprężone skrapla się przy pośrednim zetknięciu się z płynnym tlenem poddanym odparowaniu, może być dowolnym i np. dla odparowania tlenu może być zastosowana węzownica (fig. 2).

Lecz sposób ten nie usuwa poprzednią wymienionej wady niezadawalniającej wydajności czystego tlenu, ponieważ znaczna część tego gazu wchodzi do *W*, zmieszana z azotem i argonem.

Nadto z ogólnego punktu widzenia, co do rozdziału powietrza na jego części składowe, sposób ten nie pozwala na otrzymanie argonu rzeczywiście uwolnionego od azotu, gdyż mieszanina gazowa, którą można otrzymać w *W*, zawiera prawie cały azot z początkowej mieszaniny, przelanej do dolnej kolumny rektyfikacyjnej.

Sposób, stanowiący przedmiot niniejszego wynalazku, dopełnia powyższy sposób przez przerobienie tlenu, zawierającego azot i argon, w taki sposób żeby zatrzymać tlen, który stara się odpłynąć wraz z azotem i argonem przez *W* i otrzymać pierwszą część, składającą się z prawie czystego tlenu, drugą część, zawierającą cały azot i ostatnią część, składającą się głównie z argonu, a nade wszystko prawie wolną od azotu.

W tym celu płynny tlen, wytworzony w zwykłej kolumnie rektyfikacyjnej, zawierający prawie cały argon z przerabianego powietrza oraz trochę azotu, zostaje poddany dodatkowemu procesowi skroplenia i rektyfikacji, w którym pewna część mieszaniny trzech gazów, zawierająca znaczną ilość argonu,

przebiega proces okrężny. Gaz ten zostaje sprężony, następnie skroplony, by być zużytkowany jako ciecz rektyfikująca parę zanieczyszczonego tlenu płynnego. Ta ostatnia ciecz opuszcza się wraz z cieczą osiągniętą przez rektyfikację dodatkową w panwie rektyfikacyjnej widocznej na fig. 1 i 2, co zwiększa czystość tlenu, podczas gdy argon, stanowiący główne zanieczyszczenie tlenu płynnego uchodzi, pociągając bardzo nieznaczną ilość tlenu do górnej części baterji, służąc do rektyfikacji dodatkowej, w stanie gazowym z argonem procesu dodatkowego. Co się tyczy azotu, zawartego w płynnym tlenie, początkowo nieczystym, to ten odchodzi wraz z argonem z dwóch poprzednich procesów; lecz można wybrać objętość gazu, zawierającego znaczną ilość argonu, przebiegającego zamknięty proces okrężny o tyle dostatecznie, by mała część azotu, która była zawartą w przerabianym nieczystym tlenie płynnym i która znajduje się w większości w odchodzącym argonie, tworzyła tylko praktycznie nieznaczną część tego argonu. Z tej to mieszaniny, obfitującej w argon, lecz zawierającej bardzo mało azotu, bierze się dla zebrania nazewnątrz taką ilość argonu, jaka zostaje doprowadzona przez nieczysty tlen płynny z kolumny głównej; pozostała mieszanina, nieodprowadzona nazewnątrz i wykonywująca zamknięty obieg, zostaje na nowo sprężona, skroplona i cofnięta zpowrotem dla wytworzenia z jednej strony cieczy obfitującej w argon, która służy znowu jako ciecz rektyfikująca, jak to powiedziano powyżej, a z drugiej strony dla utworzenia pozostałości, złożonej w największej części z azotu, który zostaje odprowadzony nazewnątrz, co czyni niepotrzebnym także gromadzenie tego ostatniego w czasie procesu.

Dla złożenia gazu procesu dodatkowego, zostaje zużytkowany poprostu podczas uruchomienia tego procesu, gaz wydany przez nieczysty tlen płynny, wychodzący z baterji głównej; gazy te zostają zgęszczone i skroplone w procesie dodatkowym, opisanym poprzednio, i dążą do wzbogacenia mieszaniny

w argon, przez znany dobrze sposób samoczyszczania, polegający na wzbogaceniu mieszaniny gazowej w jej najbardziej lotną część składową, które to wzbogacenie zostaje osiągnięte przez przemycie gazów zapomocą cieczy, pochodzących z ich ponownego skroplenia. Ma się rozumieć, że podczas tego działania, gaz nie jest odprowadzany nazewnątrz i argon zostaje zebrany tylko wówczas, gdy jego zawartość będzie dostatecznie zwiększoną.

Figura 3 rysunku przedstawia sposób wykonania urządzenia do rozkładu powietrza według niniejszego wynalazku. Część górna urządzenia przedstawia główną kolumnę rektyfikacyjną zwykłą, przeznaczoną do rozkładu powietrza zapomocą znanych środków. Przerabiane powietrze sprężone i uprzednio ochłodzone w wymiennikach ciepła, nie przedstawionych na rysunku, zostaje doprowadzone do dolnej części *K*, gdzie zostaje skroplone i podniesione do kolumny rektyfikacyjnej, część zaś powietrza zostaje skroplona w dolnej węzownicy *S* w drugiej części urządzenia, jak to będzie opisane poniżej, i następnie podniesiona w stanie ciekłym przez rurę *T'*. To powietrze zapomocą znanych środków zostaje rozdzielone w głównej kolumnie rektyfikacyjnej na gaz, obfitujący w azot i uchodzący do górnej części głównej kolumny, i na mieszaninę płynną, obfitującą w tlen, lecz zawierającą jeszcze argon i azot, która się zbiera w parowniku *K*.

Druga część przyrządu, stanowiąca właśnie przedmiot niniejszego wynalazku, jest dodatkową kolumną rektyfikacyjną ze zbiornikiem *G*, baterją *F* do częściowego skroplenia i cofania cieczy, węzownicą skraplającą *S*, wymiennikiem ciepła *E* i sprężarką *C*. W tych to różnych częściach kolumny dodatkowej odbywa się wspomniany poprzednio rozkład mieszaniny płynnej, obfitującej w tlen, lecz zawierającej jeszcze argon i azot, zebrane w parowniku *K*.

W tym celu przerabiana płynna mieszanina przelewa się przez rurę *T* z głównej kolumny rektyfikacyjnej z panwi na panew w kierunku

przeciwnym do podnoszących się gazów, wzbogacając się w tlen. Odpyływ jej do parownika *G* zostaje wynagrodzony przez skroplenie w węzownicy *S* równoważnej ilości powietrza sprężonego, które zostaje doprowadzone, jak to powyżej opisano, w stanie płynnym przez *T''* do kolumny głównej.

Gazy wychodzące przez *W* z górnej części kolumny dodatkowej, po przejściu przez wymiennik ciepła *E* zostają sprężone w *C* i po przejściu w odwrotnym kierunku przez tenże wymiennik ciepła skraplają się częściowo zpowrotem w baterji rurowej *F*, zanurzonej w parowniku *G*. Otwór kurka *H*, reguluje się w ten sposób, że niewielka ilość gazu, powstała po tem skropleniu, odprowadzana przez *H*, składa się głównie ze wszystkiego azotu, zawartego w gazach wychodzących w *W* z kolumny dodatkowej, podczas gdy wytworzona ciecz jest praktycznie uwolniona od azotu i zawiera przeto głównie argon z niewielką ilością tlenu.

Ciecz ta zostaje odprowadzona przez rurę *T'* do górnej części kolumny dodatkowej; zauważono, że gdy, pomijawszy nieznaczne straty, istnieje równowaga między cieczą, wytworzoną w baterji *F* i gazem, ulotnionym nazewnątrz przez tę baterję i podnoszącym się w kolumnie rektyfikacyjnej, to nie istnieje żadne ograniczenie dla ilości cieczy, przepływającej przez *T'*, ani tem samem dla ilości gazu, przechodzącego przez *W*, *E*, *C* i *F*, i to jest właśnie ten zamknięty obieg dodatkowy, wykonywany bez końca przez jedną i tę samą ilość gazu, o którym mówiono powyżej. Ilość tego gazu może być przez to bez porównania większa, niż ilość poddanej działaniu cieczy przelewanej przez *T*, tak, że zjawiska rektyfikacji w kolumnie dodatkowej są głównie wywoływane przez pierwszą ciecz i w bardzo nieznacznym stopniu przez ciecz przelewana przez *T*. Ciecz zaś ta otrzymana w *F*, składa się głównie z argonu z niewielką ilością tlenu, jak to widać z powyższego. Z tego wynika, że przez dobrze znane działanie zjawisk samoczyszczania, wspomnianych powyżej gazy, uchodzące w *W*, wzbogacają się od

chwili uruchomienia coraz więcej w najbardziej lotną część składową systemu, to jest w argon.

Co się zaś tyczy azotu, zawartego w mieszaninie, przelewanej przez *T*, to wskutek znacznie większej jego lotności zbiera się on prawie całkowicie u góry kolumny dodatkowej w *W*, ilość jego pozostaje tam bardzo nieznaczną wskutek stosunkowo znacznej ilości mieszaniny obfitującej w argon i tlen z obiegu dodatkowego i również wskutek ciągłego jego odprowadzania przez kurek *H*, jako pozostałości gazowej w baterji *F*. Z tego wynika, że gazy odprowadzane przez *W*, jeżeli zawierają w rzeczywistości zawsze azot, to zawierają go w nadzwyczaj małej ilości, mniej niż 1% i tworzą przeto mieszaninę obfitującą w argon i praktycznie swobodną od azotu. Gdy proces jest w toku, można odprowadzać przez kurek *Y* część tej mieszaniny, obfitującej w argon, odpowiadającej dokładnie całej ilości argonu, wprowadzanemu przez *T* i stanowiącemu jeden z produktów fabrykacji.

Widzimy więc, że przerabiana płynna mieszanina tlenu, argonu i azotu, zostaje rozdzielona zapomocą powyższego procesu na jedną część, zawierającą praktycznie całą ilość azotu i uchodzącą przez *H*, drugą część, złożoną z praktycznie czystego tlenu i pobieraną przez *U* i wreszcie trzecią część złożoną z mieszaniny, obfitującej w argon i zawierającej cokolwiek tlenu oraz praktycznie swobodną od azotu, i pobieraną przez *Y*.

Dzięki temu sposobowi unika się znacznej straty tlenu, powstającej przy zastosowaniu sposobu według patentu francuskiego za № 437013, wspomnianego powyżej.

Rozumie się, że jeżeli odparowanie gazów, krążących w kolumnie rektyfikacyjnej jest należycie zabezpieczone ilościowo przez rozpuszczanie w płynnym tlenie sprężonego ponownie gazu, z wyjątkiem odprowadzonych ilości azotu i argonu, to odparowanie tlenu, stanowiącego jeden z produktów fabrykacji i który uchodzi przez *U*, musi być wywołane w węzownicy *S* kosztem części przerabianego

powietrza. $\frac{1}{5}$ tego powietrza zostaje skroplone w rurociągu *K, K'* głównej kolumny i około $\frac{1}{5}$ w rurociągu *S* zbiornika *G*, skąd otrzymana ciecz przechodzi przez *T''* do kolumny głównej, dla uzupełnienia odpływu tleno-płynnego przez rurę *T*.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób rozkładu powietrza na tlen i azot przy jednoczesnem otrzymywaniu wysokoprocentowego argonu, przy którym to sposobie zapomocą skraplania i rektyfikacji powietrza otrzymuje się czysty tlen i gazy bogate w argon, tem znamienny, że bogate w argon gazy zostają rektyfikowane zapomocą cieczy, obfitującej w tlen i zawierającej argon oraz nieznaczną ilość azotu, następnie sprężone i skroplone, przyczem skroplona część zostaje cofnięta zpowrotem, ażeby umożliwić doprowadzenie całego azotu zawartego w nich i dostarczyć potrzebnej wciąż cieczy rektyfikacyjnej, przyczem w ten sposób krążące gazy, bogate w argon, są przepuszczane w takich ilościach, by azot, pochodzący z bogatej w tlen cieczy, był tylko w nieznacznym ilościach.

2. Sposób według zastrz. 1. tem znamienny, że azot zostaje usuwany w stanie gazowym przy cofaniu mieszaniny obfitującej w argon, i że wytworzona ciecz zostaje równocześnie doprowadzona do dodatkowej kolumny rektyfikacyjnej do poziomu z którego uchodzi mieszanina gazowa, obfitująca w argon.

3. Sposób według zastrz. 1, tem znamienny, że otrzymany bardzo czysty tlen płynny służy do skroplenia odrazu części sprężonego powietrza przerabianego, która to ciecz zostaje następnie użytą dla głównej rektyfikacji, oraz rektyfikacji mieszaniny obfitującej w argon, a ciecz wytworzona z tej ostatniej mieszaniny i cofnięta, służy następnie do rektyfikacji dodatkowej.

4. Urządzenie do wykonania sposobu według zastrz. 1, 2 i 3, tem znamiennie, że oprócz znanej kolumny rektyfikacyjnej do rozkładu powietrza posiada dodatkową, zaopatrzoną w

dolnej części w dwa parowniki (*S*, *F*), umieszczone w zbiorniku tlenu (*G*), przyczem ciecz z parownika (*F*) cofa się przez rurę (*T'*), zaopatrzoną w kurek do górnej części dodatkowej kolumny, podczas gdy gazy uchodzące z górnej części tej dodatkowej kolumny są prowadzone poprzez wymiennik ciepła (*E*), do sprężarki (*C*), skąd po sprężeniu przechodzą przez przewód z umieszczonym na nim kurkiem (*Y*), dla odprowadzenia nazewnątrz gazu, obfitującego w argon, do wymiennika

(*E*), a następnie do parownika (*F*), ciecz zaś otrzymana w parowniku (*S*), podnosi się przez rurę (*T''*), zaopatrzoną w kurek, do odpowiedniego miejsca kolumny głównej.

„L'Air Liquide“ Société Anonyme pour l'Étude et l'Exploitation des Procédés Claude.

Zastępca: I. Myszczyński,
rzecznik patentowy.

