



NORGE

(19) [NO]

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) № 160432

(51) Int. Cl.⁴ C 01 B 3/52,
F 25 J 3/06, 3/08

(21) Patentsøknad nr. 821711

(22) Inngivelsesdag 24.05.82

(24) Løpedag 24.05.82

(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.

(86) Internasjonal søknad nr. -

(86) Internasjonal inngivelsesdag -

(85) Videreføringsdag -

(41) Alment tilgjengelig fra 29.11.82

(44) Utlegningsdag 09.01.89

(71)(73) Søker/Patenthaver **AIR PRODUCTS AND CHEMICALS, INC.,** (72) Oppfinner **RICHARD O'REILLY,** Fetcham,
P.O. Box 538, Allentown, PA, Surrey, England.
USA.

(74) Fullmektig Siv.ing. Jan E. Helgerud,
Bryns Patentkontor A/S, Oslo.

(30) Prioritet begjært 26.05.81, GB, nr. 8115934.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **FREMGANGSMÅTE OG APPARATUR FOR GJENVINNING AV EN
HYDROGENRIK GASS FRA ET RÅSTOFF INNEHOLDENDE
METAN, ETYLEN, HYDROGEN OG ACETYLEN.**

(57) Sammendrag

Hydrogen gjenvinnes fra et råstoff inneholdende metan, etylen, hydrogen og acetylen ved først å avkjøle råstoffet og deretter å vaske det avkjølte råstoff med en vaskevæske valgt blant flytende etylen, flytende propan, flytende etan og blandinger derav for å fjerne i det vesentlige all acetylen. Den vaskede gass avkjøles deretter ytterligere for å kondensere ut metan og etylen for derved å oppnå gassformig hydrogen som produkt.

(56) Anførte publikasjoner USA (US) patent nr. 3607963.

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte og en apparatur for gjenvinning av en hydrogenrik gass fra et råstoff som inneholder metan, etylen, hydrogen og acetylen.

5 Ved industriell fremstilling av etylen f.eks. ved krakking av LPG, etan, nafta eller gassoljer, fremstilles det en strøm som inter alia inneholder acetylen. Konvensjonelt blir dette acetylen fjernet oppstrøms i anlegget og hydrogen gjenvinnes deretter ved avkjøling av de gjenværende gasser, vanligvis omfattende metan, etylen, etan og hydrogen inntil
10 alt bortsett fra hydrogen er gjort flytende.

Hvis acetylenet ikke fjernes, vil det oppstå et antall problemer, spesielt hvis det kreves høy renhet, f.eks. over
15 96 volum-%. Hvis således blandingen inneholdt acetylen og ble avkjølt til egnet temperatur for å oppnå hydrogen med så høy renhet, ville acetylenet bli fast i varmeveksleren.

Uheldigvis er det ingen åpenbar kommersielt akseptabel
20 løsning på dette problem. Således er f.eks. bruken av et adsorbsjonsmiddel uakseptabel fordi frigjøring av flere tonn gassformig acetylen pr. dag under regenerering presenterer åpenbar risiko i et raffineri. På samme måte er flytende-
gjøring og separering av acetylen upraktisk på grunn av
25 vanskelig prosesskontroll og ufleksibiliteten dette legger på driften av hydrogengjenvinningsenheten som en helhet.

US-PS 3 607 963 beskriver en fremgangsmåte for gjenvinning av en hydrogenrik gass fra et råstoff omfattende metan, etylen,
30 hydrogen og acetylen, en fremgangsmåte som omfatter avkjøling av råstoffet, vasking av det avkjølte råstoff med en vaskevæske valgt blant flytende etylen, flytende etan og blandinger derav, videre avkjøling av de vaskede råstoff i en varmeveksler for å kondensere i det minste en del av metanet
35 og etylenet og separering av kondensert metan og etylen fra ikke-kondensert hydrogenrik gass. Den ikke-kondenserte hydrogenrike gass føres gjennom varmeveksleren i motstrøm

160432

2

mot vasket råstoff. Den hydrogenrike gass som forlater varmeenden av varmeveksleren ekspanderes deretter og den kalde hydrogenrike gass som derved dannes tilføres til kaldenden av varmeveksleren i motstrømm med vasket råstoff. Det kondenserte metan og etylen føres gjennom varmeveksleren til vaskekolonnen.

I henhold til foreliggende oppfinnelse tilveiebringes det en fremgangsmåte for gjenvinning av en hydrogenrik gass fra et råstoff inneholdende metan, etylen, hydrogen og acetylen, omfattende avkjøling av råstoffet, vasking av det avkjølte råstoff med en vaskevæske valgt blant flytende etylen, flytende propan, flytende etan og blandinger derav for å absorbere i det minste en del av acetylenet, videre avkjøling av det vaskede råstoff i en varmeveksler for å kondensere i det minste en del av metanet og etylenet, og separering av kondensert metan og etylen fra ikke-kondensert hydrogenrik gass, og denne fremgangsmåte karakteriseres ved at den videre omfatter å ekspandere det kondenserte metan og etylen, ekspandere en del av den hydrogenrike gass og innføring av den inn i den ekspanderte metan og etylen for å danne en blanding, og å føre blandingen og resten av den hydrogenrike gass gjennom separate og distinkte passasjer i varmeveksleren for å avkjøle vasket råstoff.

Man skal her merke seg at fremgangsmåten ifølge foreliggende oppfinnelse skiller seg fra fremgangsmåten ifølge US-PS 3 607 963 i flere viktige henseende. Spesielt ser man at kjølingen ifølge US-patentet tilveiebringes ved ekspandering av ikke-kondensert hydrogenrik gass. Dette er en alvorlig mangel i mange prosesser der ikke-kondensert hydrogenrik gass burde være så nær matetrykket som praktisk mulig. Ifølge foreliggende oppfinnelse blir kondensert metan og etylen ekspandert og en andel av den hydrogenrike gass innføres i det ekspanderte metan og etylen for derved å danne en blanding. Blanding og resten av den hydrogenrike gass føres så gjennom separate og adskilte passasjer i varme-

veksleren for å avkjøle det vaskede råstoff. Det skal videre bemerkes at med dette hydrogen og den flytende blanding skjer det et entalpi tap som gir ytterligere avkjøling for varmeveksleren. Videre blir det hydrogenrike gassprodukt
5 tilbakeført ved nær atmosfærisk trykk.

Hvis den vaskede væske er flytende etylen, avkjøles råstoffet fortrinnsvis til mellom -82°C og -115°C og aller helst til -98°C før vasking.

10 Hvis vaskevæsken er flytende propan, avkjøles råstoffet fortrinnsvis til mellom 0 og -40°C og fordelaktig til -50°C før vasking.

15 Hvis vaskevæsken er flytende etan, avkjøles råstoffet fortrinnsvis til mellom 0 og -90°C og fordelaktig til -50°C før vasking.

Foreliggende oppfinnelse tilveiebringer også en apparatur for
20 gjennomføring av den ovenfor angitte fremgangsmåte for gjenvinning av en hydrogenrik gass fra et råstoff omfattende metan, etylen, hydrogen og acetylen, omfattende midler for å avkjøle råstoffet, en vaskekolonne der, i bruk, i det minste en del av acetylenet kan absorberes fra det avkjølte råstoff
25 ved kontakt med en væske valgt blant flytende etylen, flytende propan, flytende etan og blandinger derav, en varmeveksler, midler for å føre vaskeråstoff fra vaskekolonnen til varmeveksleren der, i bruk, en del av det vaskede råstoff fra vaskekolonnen kondenseres for å danne en
30 væske inneholdende kondensert metan og etylen og en hydrogenrik gass, en separator, midler for å føre partielt kondensert råstoff fra varmeveksleren til separatoren der, i bruk, den hydrogenrike gass er separert fra væsken, og denne apparatur karakteriseres ved midler for å ekspandere væsken for å danne
35 en blanding, midler for å transportere blandingen til varmeveksleren samt midler for å transportere resten av den hydrogenrike gass til varmeveksleren, idet varmeveksleren er

160432

4

utstyrt med separate og distinkte passasjer for derigjennom å føre nevnte hydrogenrike gass og blanding, og derved, i bruk, indirekte å avkjøle det vaskede råstoff.

5 For bedre forståelse av oppfinnelsen og for å vise hvordan den samme kan gjennomføres, skal det henvises ved hjelp av et eksempel til ledsagende tegning som viser et forenklet flytskjema for en apparatur ifølge oppfinnelsen.

10 Under henvisning til tegningen blir en gassråstoffstrøm 18 omfattende hydrogen, metan, etylen, etan, acetylen og karbonmonoksyd innført til en vaskekolonne 1.

15 Gassråstoffstrømmen 18 vaskes deretter med en strøm 80 av flytende etylen som tilføres på toppen av vaskekolonnen 1. Etter hvert som den stiger ned gjennom vaskekolonnen 1 absorberer det flytende etylen hovedandelen av det tilstedeværende acetylen og forlater vaskekolonnen som strømmen 83.

20 Temperaturen i råstoffstrømmen 18 og etylenet som går inn i vaskekolonnen 1 er ca. -98°C i hvert tilfelle.

25 Gasstrømmen 81 fra vaskekolonnen 1 avkjøles til -167°C i varmeveksleren 2 og den resulterende tofaseblanding separeres i en faseseparator 3. Væske fra bunnen av faseseparatoren 3 omfatter omtrent 69 volum-% metan og 29% etylen og denne blanding ekspanderes til 1,7 bar A over ventilen 4.

30 Gass inneholdende 97,2 volum-% hydrogen forlater den øverste del av faseseparatoren 3 gjennom rørledningen 5. Ca. 9% av gassen ekspanderes over ventilen 6 og blandes med tofaseblanding som forlater ventilen 4. Den kombinerte blanding blir deretter oppvarmet i en varmeveksler 2 som vist. Resten av gassen som forlater faseseparatoren 3 varmes også opp i
35 varmeveksleren 2 og føres ut som hydrogen med høy renhet.

Fulle detaljer for sammensetninger, temperaturer og trykk i strømmene 18, 80, 81 og 83 er gitt i tabell 1.

Det skal være klart at strømmen 83 er flytende og f.eks. kan tilføres til en avmetaniseringskolonne, hensiktsmessig forbundet med et etylengjenvinningsanlegg. Dette kan oppnås med minimal sikkerhetsrisiko sammenlignet med regenerering av gassformig acetylen fra adsorbsjonsmidler sammen med forbundne problemer med anvendelse av gassformig acetylen og forurenset regenerasjonsgass benyttet ved regenerering av adsorbsjonsmidlet.

TABELL 1.

Strøm nr.	<u>80</u>	<u>18</u>	<u>81</u>	<u>83</u>
Trykk (bar A)	35,1	35,1	34,9	34,9
Temperatur (°C)	-98	-98	-98	-98

Strømningshastighet

(mol/time)

H ₂	0	542,1	541,1	1,0
CO	0	0,7	0,7	0,0
CH ₄	0	101,9	94,7	7,2
Etylen	45,5	26,9	33,8	38,6
Etan	0	4,07	0,07	4,0
Acetylen	0	0,75	0,05	0,7
Fase	Væske	Damp	Damp	Væske

160432

6

P a t e n t k r a v

1.

5 Fremgangsmåte for gjenvinning av en hydrogenrik gass fra et
råstoff inneholdende metan, etylen, hydrogen og acetylen,
omfattende avkjøling av råstoffet, vasking av det avkjølte
råstoff med en vaskeváske valgt blant flytende etylen,
flytende propan, flytende etan og blandinger derav for å
absorbere i det minste en del av acetylenet, videre avkjøling
10 av det vaskede råstoff i en varmeveksler for å kondensere i
det minste en del av metanet og etylenet, og separering av
kondensert metan og etylen fra ikke-kondensert hydrogenrik
gass, k a r a k t e r i s e r t v e d at den videre
omfatter å ekspandere det kondenserte metan og etylen,
15 ekspandere en del av den hydrogenrike gass og innføring av
denne inn i den ekspanderte metan og etylen for å danne en
blanding, og å føre blandingen og resten av den hydrogenrike
gass gjennom separate og distinkte passasjer i varme-
veksleren for å avkjøle vasket råstoff.

20

2.

Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
v e d at vaskevásken er flytende etylen og at råstoffet
avkjøles til mellom -82 og -115°C før vasking.

25

3.

Fremgangsmåte ifølge krav 2, k a r a k t e r i s e r t
v e d at det flytende etylen avkjøles til -98°C før
vasking.

30

4.

Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
v e d at vaskevásken er flytende propan og at råstoffet
avkjøles til mellom 0 og -40°C før vasking.

35

5.

Fremgangsmåte ifølge krav 4, k a r a k t e r i s e r t
v e d at den flytende propan avkjøles til -5°C før vasking.

5 6.

Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t
v e d at vaskevæsken er flytende etan og at råstoffet
avkjøles til mellom 0 og -90°C før vasking.

10 7.

Fremgangsmåte ifølge krav 6, k a r a k t e r i s e r t
v e d at vaskevæsken avkjøles til -50°C før vasking.

8.

15 Apparat for gjenvinning av en hydrogenrik gass fra et
råstoff omfattende metan, etylen, hydrogen og acetylen,
omfattende midler for å avkjøle råstoffet, en vaskekolonne
(1) der, i bruk, i det minste en del av acetylenet kan
absorberes fra det avkjølte råstoff ved kontakt med en væske
20 valgt blant flytende etylen, flytende propan, flytende etan
og blandinger derav, en varmeveksler (2), midler for å føre
vaskeråstoff fra vaskekolonnen (1) til varmeveksleren (2)
der, i bruk, en del av det vaskede råstoff fra vaskekolonnen
(1) kondenseres for å danne en væske inneholdende kondensert
25 metan og etylen og en hydrogenrik gass, en separator (3),
midler for å føre partielt kondensert råstoff fra varme-
veksleren (2) til separatorens (3) der, i bruk, den hydrogen-
rike gass er separert fra væsken, k a r a k t e r i s e r t
v e d midler (4) for å ekspandere væsken fra separatorens
30 (3), midler (6) for, i bruk, å ekspandere en del av den
hydrogenrike gass fra separatorens (3) og å innføre den
ekspanderte hydrogenrike gass til den ekspanderte væske for å
danne en blanding, midler for å transportere blandingen til
varmeveksleren (2) samt midler for å transportere resten av
35 den hydrogenrike gass til varmeveksleren, idet varmeveksleren
(2) er utstyrt med separate og distinkte passasjer for

160432

8

derigjennom å føre nevnte hydrogenrike gass og blanding, og derved, i bruk, indirekte å avkjøle det vaskede råstoff.

5

10

15

20

25

30

35

160432

