

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.⁷
F25J 3/04

(11) 공개번호 특2000-0035406
(43) 공개일자 2000년06월26일

(21) 출원번호	10-1999-0049862
(22) 출원일자	1999년11월11일
(30) 우선권주장	19852019.0 1998년11월11일 독일(DE) 19924375.1 1999년05월27일 독일(DE)
(71) 출원인	린데 악티엔게젤샤프트 라이너 카섹케르트, 베른하르트 오베르몰러 독일연방공화국, 82049 휠리켈스크로이스, 데에르.-카알-폰-린데-스트라쎄, 6-14
(72) 발명자	로트만, 디트리히 독일81737원헨오스카-마리아-그라프-링33 쿤츠, 크리스티안 독일81479원헨이름가르트슈트라쎄5
(74) 대리인	남상선

심사청구 : 없음

(54) 초고순도 질소를 생성시키는 방법

요약

본 발명은 하나 이상의 정류 칼럼을 갖는 정류 시스템에서 공기의 저온 분류법에 의해 초고순도 질소를 생성시키는 방법으로서, 압축되고 정제된 공급 공기가 압력 칼럼으로 유도되며, 가압된 산소 비함유 질소 분획이 압력 칼럼으로부터 생성되어, 저압 칼럼으로 유도되고, 저압 칼럼에서 일산화탄소 비함유 저압 질소가 오버헤드 가스로서 생성되는 방법에 관한 것이다.

본 발명에 따르면, 가압된 산소 비함유 질소 분획(1)이 압력 칼럼의 상부 영역으로부터 액체 상태로 제거되거나 저장된 산소 비함유 질소를 함유하는 액체 탱크(22)로부터 제공되며, 가압된 산소 비함유 질소 분획(1)이 바닥 가열된 저압 칼럼(2)내로 팽창된다. 이러한 공정 동안, 상승 증기가 저압 칼럼(2)에서 형성되고 저압 칼럼(2)의 상부에서 적용된 초고순도 질소의 환류물을 사용함으로써 일산화탄소로부터 유리되며, 일산화탄소 비함유 오버헤드 가스(5)로서 저압 칼럼(2)의 상부에서 제거되고, 압력 증가 후(5), 부분적으로 액화된다. 액화된 부분(17, 18)은 초고순도 질소(19)가 액체 상태로 제거되는 바닥 가열된 He-Ne-H₂ 칼럼(4)내로 팽창된다.

대표도

도1

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 액체 질소 탱크로부터 처리용 산소 비함유 질소를 제공하는 본 발명에 따른 공정을 도시하는 도면이다.

도 2는 정류 시스템의 압력 칼럼으로부터 처리용 산소 비함유 질소를 제공하는 본 발명에 따른 공정을 도시하는 도면이다.

도 3은 추가의 증발기/응축기를 갖는 도 1과 같은 공정을 도시하는 도면이다.

도 4는 추가의 증발기/응축기를 갖는 도 2와 같은 공정을 도시하는 도면이다.

도 5는 본 발명의 공정에 따른 정류 시스템이 개장된 도 2와 같은 공정을 도시하는 도면이다.

도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명

1 : 가압된 액체 질소 분획 2 : 저압 칼럼

3 : 초고순도 질소 4 : He-Ne-H₂ 칼럼

5 : 일산화탄소 비함유 오버헤드 가스

6 : 오버헤드 가스

7 : 일산화탄소 비함유 냉각 가스 스트림
 8,24,28 : 열교환기 9 : 압축기
 10 : 냉각된 가스 스트림 13,14 : 바닥
 15,16 : 잔류 스트림 17,18 : 액화 스트림
 19 : 일산화탄소 비함유 초고순도 질소
 20 : 초고순도 액체 질소 생성물 21 : 생성물 탱크
 22 : 액체 탱크 23 : 압력 상승 펌프
 25 : 압력 칼럼 26 : 펌프
 27 : 응축기 30 : 응축기/증발기

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 하나 이상의 정류 칼럼을 갖는 정류 시스템에서 공기의 저온 분별에 의해 초고순도의 질소를 생성시키는 방법으로서, 압축되고 정제된 공기가 압력 칼럼내로 유도되고, 가압된 산소 비함유 질소 분획이 압력 칼럼으로부터 생성되어 저압 칼럼으로 유도되고, 저압 칼럼에서 일산화탄소 비함유 저압 질소가 오버헤드(overhead) 가스로서 생성되는 방법에 관한 것이다.

공고될 예정인 독일특허출원 제 198 06 576호에는 하나 이상의 정류 칼럼을 갖는 정류 시스템에서 공기의 저온 분류법에 의해 초고순도 질소를 생성시키는 방법으로서, 압축되고 정제된 공급 공기가 압력 칼럼으로 유도되며, 가압된 산소 비함유 질소 분획이 압력 칼럼으로부터 생성되어, 저압 칼럼으로 유도되고, 저압 칼럼에서 일산화탄소 비함유 저압 질소가 오버헤드 가스로서 생성되는 방법이 기술되어 있다. 가압된 산소 비함유 질소 분획은 이러한 일산화탄소 비함유 압력 칼럼으로부터 가압된 질소를 제거하기 위해 적어도 160개의 이론단을 갖는 압력 칼럼으로부터 제거된다. 그러나, 160개의 이론단에도 불구하고, 이에 대한 에너지 요구량은 여전히 매우 높다. 초고순도 질소 대부분이 가스 상태로 생성되는 것은 단점이다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

따라서, 본 발명의 목적은 이러한 단점을 피하고 에너지 요구량을 감소시키는 데에 있다.

본 발명의 또 다른 목적은 압력 칼럼으로부터 또는 액체 상태의 압력-칼럼 질소를 함유하는 탱크로부터 직접 액체 상태의 가압된 질소 분획으로 임의로 작동되는 방법을 제공하는 데에 있다.

발명의 구성 및 작용

본 발명의 목적들은 가압된 산소 비함유 질소 분획이 압력 칼럼의 상부 영역으로부터 액체 상태로 제거되거나 저장된 산소 비함유 질소를 함유하는 액체 탱크로부터 제공되며, 가압된 산소 비함유 질소 분획이 바닥 가열된 저압 칼럼내로 팽창되어, 상승 증기가 저압 칼럼에서 형성되고 저압 칼럼의 상부에서 적용된 초고순도 질소의 환류물을 사용함으로써 일산화탄소로부터 유리되며, 일산화탄소 비함유 오버헤드 가스로서 저압 칼럼의 상부에서 제거되고, 압력 증가 후, 부분적으로 액화되며, 액화된 부분이 초고순도 질소가 액체 상태로 제거되는 바닥 가열된 He-Ne-H₂ 칼럼내로 팽창됨을 특징으로 하는 방법에 달성된다. 본 발명의 구체에는 종속 청구항들의 주제이다.

본 발명의 특징은 가압된 산소 비함유 질소 분획이 압력 칼럼의 상부 영역으로부터 액체 상태로 제거되거나 저장된 산소 비함유 질소를 함유하는 액체 탱크로부터 제공되며, 가압된 산소 비함유 질소 분획이 바닥 가열된 저압 칼럼내로 팽창되어, 저압 칼럼내에서 상승 기체가 형성되고, 저압 칼럼의 상부에서 적용된 초고순도 질소의 환류물을 사용함으로써 일산화탄소로부터 유리되고, 일산화탄소 비함유 오버헤드 가스로서 저압 칼럼의 상부에서 제거되며, 압력이 증가한 후 부분적으로 액화되고, 액화된 부분은 초고순도 질소가 액체 상태로 제거되는 바닥 가열된 He-Ne-H₂ 칼럼내로 팽창되는 것이다.

본 발명에 따른 방법에 의해, 초고순도 질소가 액체 상태로 생성되고, 이러한 형태로 보다 용이하게 수송될 수 있으므로 고객에게 보다 단순하게 유통될 수 있다. 더욱이, 이러한 방법은 보편적으로 사용될 수 있다. 그 이유는 공기 분별 플랜트(액체 질소 탱크의 존재 또는 부재하)와 결부시켜 사용되거나 단지 액체 질소 탱크(공기 분별 플랜트로부터 공간 분리된)만으로 사용될 수 있기 때문이다. 또한, 액체 질소 탱크를 갖는 공기 분별 플랜트에서, 초고순도 액체 질소는 작동 중인 공기 분별 플랜트 없이도 생성될 수 있다.

본 발명의 방법의 구체예에서, 일산화탄소 비함유 오버헤드 가스 및 He-Ne-H₂ 칼럼의 오버헤드 가스가 혼합되어 일산화탄소 비함유 냉각 가스 스트림을 형성할 수 있다.

대안적으로, 일산화탄소 비함유 오버헤드 가스는 이러한 과정에서 증발되는 액체 냉매 및 액체 냉매의 증발시에 생성되는 가스 스트림에 대하여 응축기/증발기에서 부분적으로 액화될 수 있으며 He-Ne-H₂ 칼럼의 오버헤드 가스는 혼합되어 일산화탄소 비함유 냉각 가스 스트림을 형성할 수 있다.

두가지 경우 모두에서 유리하게, 일산화탄소 비함유 냉각 가스 스트림은 열교환기에서 가온되고, 압축되

고, 동일한 열교환기에서 역류로 다시 냉각된 후, 일부는 저압 칼럼에서 사용되고 다른 일부는 바닥을 가열시키기 위한 He-Ne-H₂ 칼럼에서 사용되며, 가스 상태로 잔류하는 잔류 스트림을 제외하고 이러한 과정 동안 액화되고, 액체 냉매로서 응축기/증발기로 공급된다.

He-Ne-H₂ 칼럼 및 저압 칼럼의 가열 중에 액화되는 스트림은 환류물로서 He-Ne-H₂ 칼럼으로 공급될 수 있다.

He-Ne-H₂ 칼럼 및 저압 칼럼을 가열하는 동안 액화되는 스트림을 사용하는 대안으로서의 상기된 응축기/증발기를 사용하는 경우에, 저압 칼럼의 일산화탄소 비함유 오버헤드 가스는 잔류 스트림을 제외하고 저압 칼럼의 증발기/응축기에서 액화될 수 있으며, 환류물로서 He-Ne-H₂ 칼럼으로 적어도 부분적으로 공급될 수 있다. 응축기/증발기의 추가의 자본 비용의 단점을 극복하는 것은 일산화탄소 비함유 가스 스트림의 압축 동안 공기 누출의 경우에 최고순도 액체 질소의 어떠한 오염도 일어날 수 없다는 장점이며, 이는 간과해서는 않되는 장점이다.

최고순도 질소가 He-Ne-H₂ 칼럼으로부터 액체 상태로 회수될 수 있으며 부분적으로는 저압 칼럼의 환류물로서 생성되고, 부분적으로는 최고순도 액체 질소 생성물로서 생성된다.

최고순도 액체 질소 생성물은 생성물 탱크로 공급될 수 있다.

최고순도 액체 질소 생성물은 펌프를 사용하여 가압되고, 가압된 산소 비함유 질소 분획의 생성시에 냉각 함유물을 사용하여 증발되고, 가온되고, 특정 용도의 기체상태의 가압된 생성물로서 공급된다.

이러한 경우에, 기체상태의 최고순도 질소 생성물은 또한 최고순도 액체 질소 생성물을 생성시키는 방법에 의해 생성될 수 있으며, 이러한 경우에 본 발명의 액체 생성물의 냉각은 정략적으로 사용될 수 있다.

본 발명은 5개의 도면을 사용하는 5개의 구체예를 참조로 보다 상세하게 기술될 것이다.

도 1은 최고순도 질소를 생성시키기 위한 본 발명의 한 공정 구체예를 개략적으로 도시하고 있다. 잔류물 함량이 수 mol ppm 범위인 것을 제외하고는 가압된 산소 비함유 액체 질소 분획(1)은 4.5 내지 5.5bar의 압력에서 작동되는 가열된 저압 칼럼(2)내로 팽창된다. 저압 칼럼(2)에서 상승하는 증기는 상부에서 환류물로서 제공되는 He-Ne-H₂ 칼럼(4)으로부터의 최고순도 질소(3)에 의해 일산화탄소 및 수 mol ppb를 제외하고는 순도 요건에 따라서 아르곤 및 미량의 산소와 같이 일산화탄소 보다 비점이 높은 불순물로부터 유리된다. 일산화탄소 비함유 오버헤드 가스(5) 및 He-Ne-H₂ 칼럼의 오버헤드 가스(6)는 함께 혼합되어 일산화탄소 비함유 냉각 가스 스트림(7)을 형성하며, 열교환기(8)에서 가온되며, 압축기(9)에서의 압축 후에, 동일한 열교환기(8)에서 다시 냉각된다. 냉각된 가스 스트림(10)의 일부(11)는 저압 칼럼(2)에서 사용되고 다른 일부(12)는 바닥(13, 14)을 가열하기 위해 He-Ne-H₂ 칼럼(4)에서 사용되며, 가스 상태로 잔류하는 잔류 스트림(15, 16)을 제외하고는 이 과정에서 액화된다. 액화된 스트림(17, 18)은 환류물로서 He-Ne-H₂ 칼럼(4)에 공급된다. He-Ne-H₂ 칼럼으로부터, 일산화탄소 비함유 최고순도 질소(19)는 액체 상태로 회수된 후, 필요에 따라, 저비점의 네온 및 확실히 여전히 저비점의 성분 수소 및 헬륨을 수 mol ppb의 정도로 또한 함유하게 된다. 액체상태의 최고순도 질소(19) 중의 일부(3)는 환류물로서 저압 칼럼(2)에서 사용되고, 다른 일부는 최고순도의 액체 질소 생성물(20)로서 생성되어 생성물 탱크(21)로 공급된다.

도 1에서와 같은 본 발명에 따른 공정 구체예에서, 공급물로서 사용되는 가압된 액체 질소 분획(1)은 압력 상승 펌프(23)를 통해 액체 탱크(22)로부터 제거되고, 열교환기(24)를 통해 저압 칼럼(2)으로 유도된다. 열교환기(24)에서, 최고순도 액체 질소 생성물(20)은 하위 냉각된 후, 가스 상태의 팽창 손실 없이 생성물 탱크(21)내로 팽창된다. 액체 질소 생성물(20)의 하위 냉각 때문에, 생성물 탱크(21)는 대기압에서 작동되는 액체 탱크로서 설계될 수 있다.

도 2는 도 1에서와 같이 최고순도 액체 질소 생성물(20)의 생성을 개략적으로 도시하고 있다. 공급물로서 사용되는 액체 질소 분획(1)은 도 1에 따른 구체예와는 달리 정류 시스템의 압력 칼럼(25)으로부터 제거되고 열교환기(24)를 통해 저압 칼럼(2)으로 유도된다. 최고순도 액체 질소 생성물(20)은 펌프(26)에 의해 가압되고, 열교환기(24)를 통해 역류로 액체 질소 분획(1)으로 통과되고, 가압된 산소 비함유 질소 분획의 생성시에 응축기(27) 및 열교환기(28)에서 냉각 함유물을 사용하여 증발되고, 가온되고, 추가 사용을 위한 가스 상태의 가압된 최고순도 생성물(29)로서 공급된다.

도 3은 응축기/증발기(30)를 사용하는 본 발명에 따른 공정 구체예를 개략적으로 도시하고 있다. 도 3에 따른 구체예는 도 1에 따른 구체예와는 달리, 저압 칼럼(2)의 일산화탄소 비함유 오버헤드 가스(5)가 가스 상태로 잔류하는 잔류 스트림(32)을 제외하고는 응축기/증발기(30)에서 (액화된 스트림(17, 18)을 혼합 시킴으로써 형성되고 이 과정에서 증발하는 액체 냉매(31)에 대하여) 액화되며 He-Ne-H₂ 칼럼(4)에서 환류물(33)로서 사용된다. 액체 냉매의 증발시에 형성되는 가스 스트림(5')과 He-Ne-H₂의 오버헤드 가스(6)는 혼합되어 냉각된 일산화탄소 비함유 가스 스트림(7)을 형성한다.

추가 자본 비용이 응축기/증발기(30)와 결부됨에도 불구하고, 칼럼(2, 4)은 일산화탄소 비함유 가스(7, 10)로 압축되는 동안 공기 누출이 발생하는 경우에서조차 He-Ne-H₂ 칼럼(4) 및 그로 인한 최고순도 질소 생성물(20)이 오염되지 않도록 분리된다.

도 4는 도 2에서와 같은 본 발명에 따른 공정 구체예를 개략적으로 도시하고 있지만, 도 3에서와 같이 응축기/증발기(30)에 의해 수행되는 공정을 개략적으로 도시하고 있다.

도 5는 본 발명에 따른 공정이 현존하는 정류 시스템에서 사용될 수 있음을 개략적으로 도시하고 있다. 도 2에서와 같은 공정 구체예로부터 출발하여, 응축기(27)가 정류 시스템상에 보충되고, 열교환기(8)가 정류 시스템용 공기(35)의 부분 스트림(34)의 냉각 및 액화 동안 가온 대상 최고순도 질소(20')의 냉각을 활용하기 위한 두 개의 추가 통로를 수용한다. 이러한 경우에 열교환기(8)에서 가온되는 최고순도 질소

는 추가의 사용을 위해 기체상태의 초고순도 가압된 생성물(29)로서 공급된다.

모든 잔류 가스 스트림(도 1, 2 및 5에서 15, 16, 17; 및 도 3 및 4에서 15, 16, 32 및 36)이 혼합되어 열교환기(8)에서 냉각 잔류 가스 스트림(37)을 형성한다는 점에서 도 1 내지 도 5에 따른 본 발명에 따른 공정 구체예의 공통된 특징은 가온되고 불순한 가스(38)로서 대기로 통과된다는 것이다.

실시예:

본 실시예에서 m^3 ; 0°C에서 표준 조건하의 m^3 ; 즉, $1m^3$ 은 1.25kg과 같다.

도 1의 구체예에서 본 발명에 따른 공정을 사용하여, 20mol ppb의 일산화탄소를 함유하는 $1500m^3$ /시의 초고순도 질소를 1mol ppm의 일산화탄소를 함유하는 $1750m^3$ /시의 액체 질소로부터 생성시켰다. 이 경우, 압축 동안 $100m^3$ /시의 액체 질소를 소실하였고, $150m^3$ /시의 잔류 가스가 생성되었다. $12,500m^3$ /시의 질소를 6.5bar의 압력으로부터 7bar의 압력으로 압축시키고; 압력 상승 펌프를 1bar의 유입구 압력 내지 7bar의 유출구 압력에서 조작하였다.

발명의 효과

이상에서와 같이, 본 발명의 방법을 사용하게 되면 에너지 요구량이 감소되며, 초고순도 질소가 액체 상태의 가압된 질소 분획으로 생성된다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

압축되고 정제된 공급 공기가 압력 칼럼으로 유도되며, 가압된 산소 비함유 질소 분획이 압력 칼럼으로부터 생성되어, 저압 칼럼으로 유도되고, 저압 칼럼에서 일산화탄소 비함유 저압 질소가 오버헤드 가스로서 생성되는, 하나 이상의 정류 칼럼을 갖는 정류 시스템에서 공기의 저온 분류법에 의해 초고순도 질소를 생성시키는 방법으로서,

가압된 산소 비함유 질소 분획이 압력 칼럼의 상부 영역으로부터 액체 상태로 제거되거나 저장된 산소 비함유 질소를 함유하는 액체 탱크로부터 제공되며, 가압된 산소 비함유 질소 분획이 바닥 가열된 저압 칼럼내로 팽창되어, 상승 증기가 저압 칼럼에서 형성되고 저압 칼럼의 상부에서 적용된 초고순도 질소의 환류물을 사용하여 일산화탄소로부터 유리되며, 일산화탄소 비함유 오버헤드 가스로서 저압 칼럼의 상부에서 제거되고, 압력 증가 후, 부분적으로 액화되며, 액화된 부분이 초고순도 질소가 액체 상태로 제거되는 바닥 가열된 He-Ne-H₂ 칼럼내로 팽창됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 2

제 1항에 있어서, 일산화탄소 비함유 오버헤드 가스와 He-Ne-H₂ 칼럼의 오버헤드 가스가 혼합되어 일산화탄소 비함유 냉각 가스 스트림을 형성함을 특징으로 하는 방법.

청구항 3

제 1항에 있어서, 일산화탄소 비함유 오버헤드 가스가 액체 냉매에 의해 응축기/증발기에서 부분적으로 액화되며, 이러한 공정 동안 액체 냉매가 증발되며, 액체 냉매의 증발시에 생성되는 가스 스트림과 He-Ne-H₂ 칼럼의 오버헤드 가스가 혼합되어 일산화탄소 비함유 냉각 가스 스트림을 형성함을 특징으로 하는 방법.

청구항 4

제 2항 또는 제 3항에 있어서, 일산화탄소 비함유 냉각 가스 스트림이 열교환기에서 가온되고, 압축되고, 다시 동일한 열교환기에서 역류로 냉각된 후, 일부가 저압 칼럼에서 사용되고, 다른 일부가 바닥 가열용 He-Ne-H₂ 칼럼에서 사용되고, 이러한 공정 동안 가스 상태로 잔류하는 잔류 스트림을 제외하고는 액화되며, 액체 냉매로서 응축기/증발기로 공급됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 5

제 2항 또는 제 4항에 있어서, He-Ne-H₂ 칼럼 및 저압 칼럼의 가열시에 액화되는 스트림이 환류물로서 He-Ne-H₂ 칼럼으로 공급됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 6

제 3항 또는 제 4항에 있어서, He-Ne-H₂ 칼럼 및 저압 칼럼의 가열시에 액화되는 스트림을 사용하여, 저압 칼럼의 일산화탄소 비함유 오버헤드 가스가 잔류 스트림을 제외하고 저압 칼럼의 증발기/응축기에서 액화되며 이중 일부가 환류물로서 He-Ne-H₂ 칼럼으로 공급됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 7

제 1항 내지 제 6항 중의 어느 한 항에 있어서, He-Ne-H₂ 칼럼으로부터 액체 상태로 회수되는 초고순도 질소가 저압 칼럼의 환류물로서 부분적으로 생성되며, 초고순도 액체 질소 생성물로서 부분적으로 생성됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 8

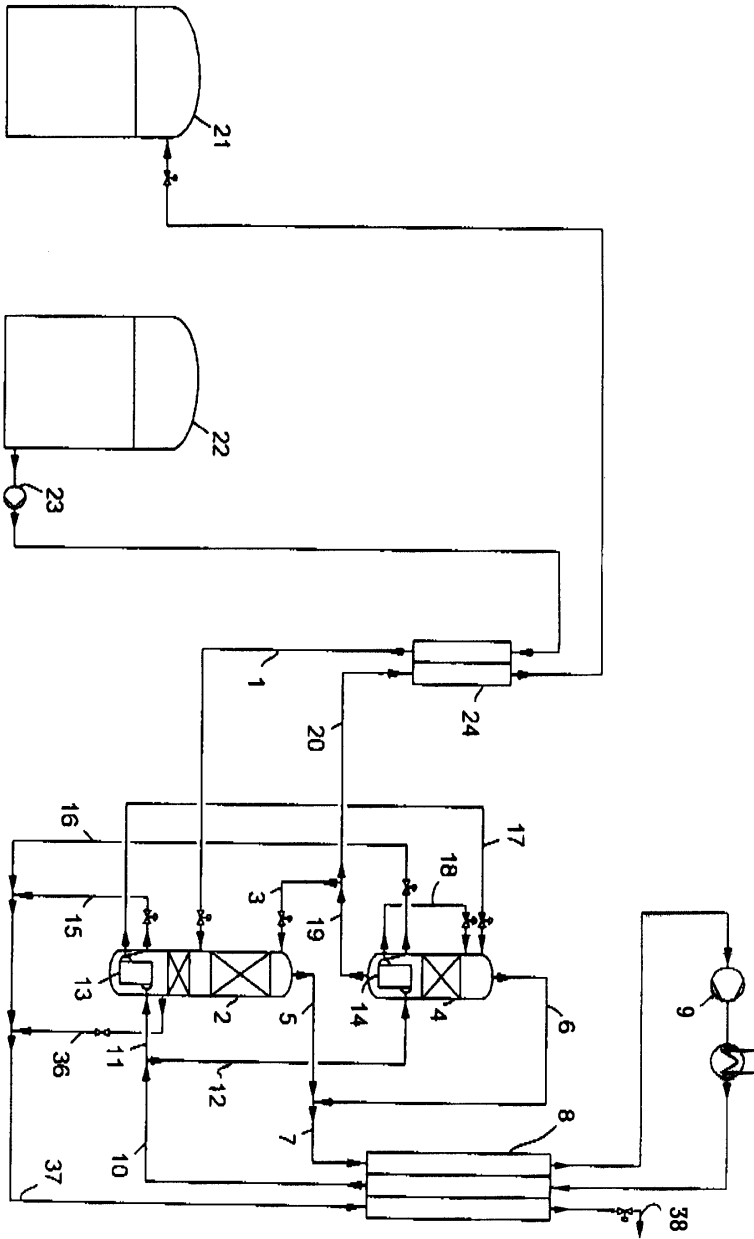
제 7항에 있어서, 초고순도 액체 질소 생성물이 생성물 탱크로 공급됨을 특징으로 하는 방법.

청구항 9

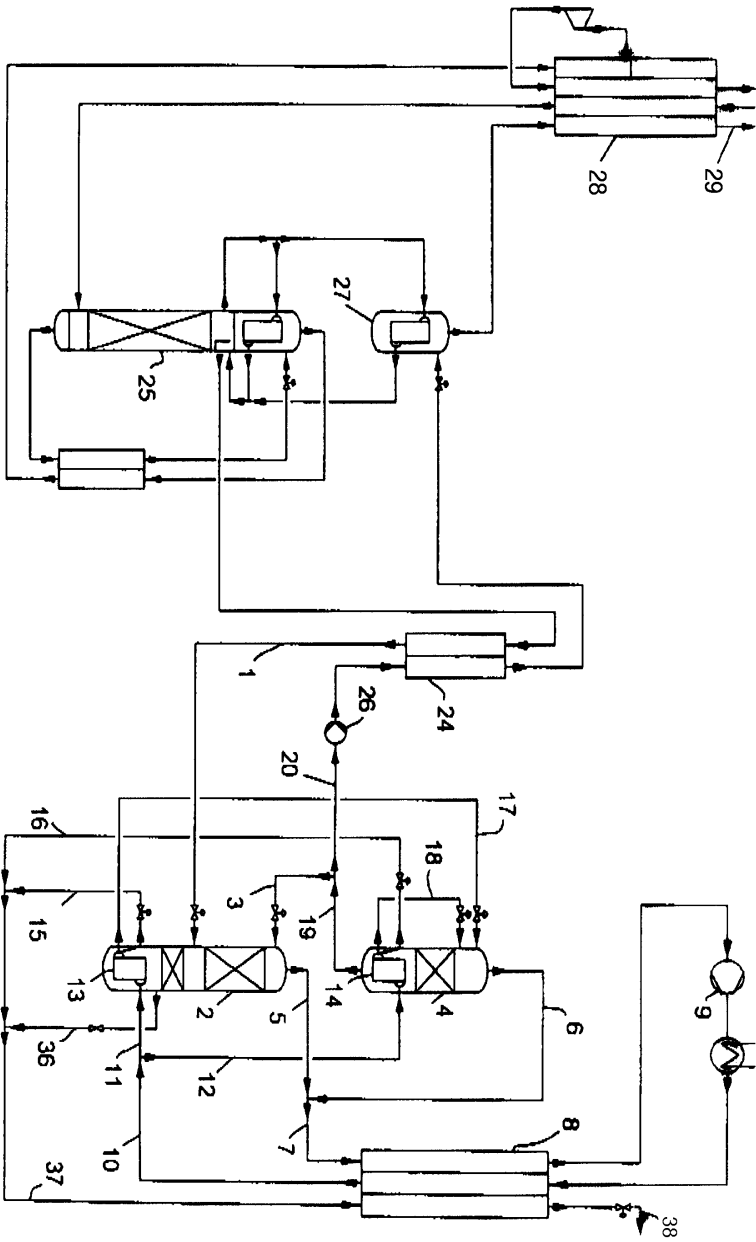
제 7항에 있어서, 초고순도 액체 질소 생성물이 펌프를 사용하여 가압되고, 가압된 산소 비함유 질소 분획의 생성시에 냉각 함유물을 사용하여 증발되며, 가온되고, 사용하기 위한 가압된 가스 생성물로서 공급됨을 특징으로 하는 방법.

도면

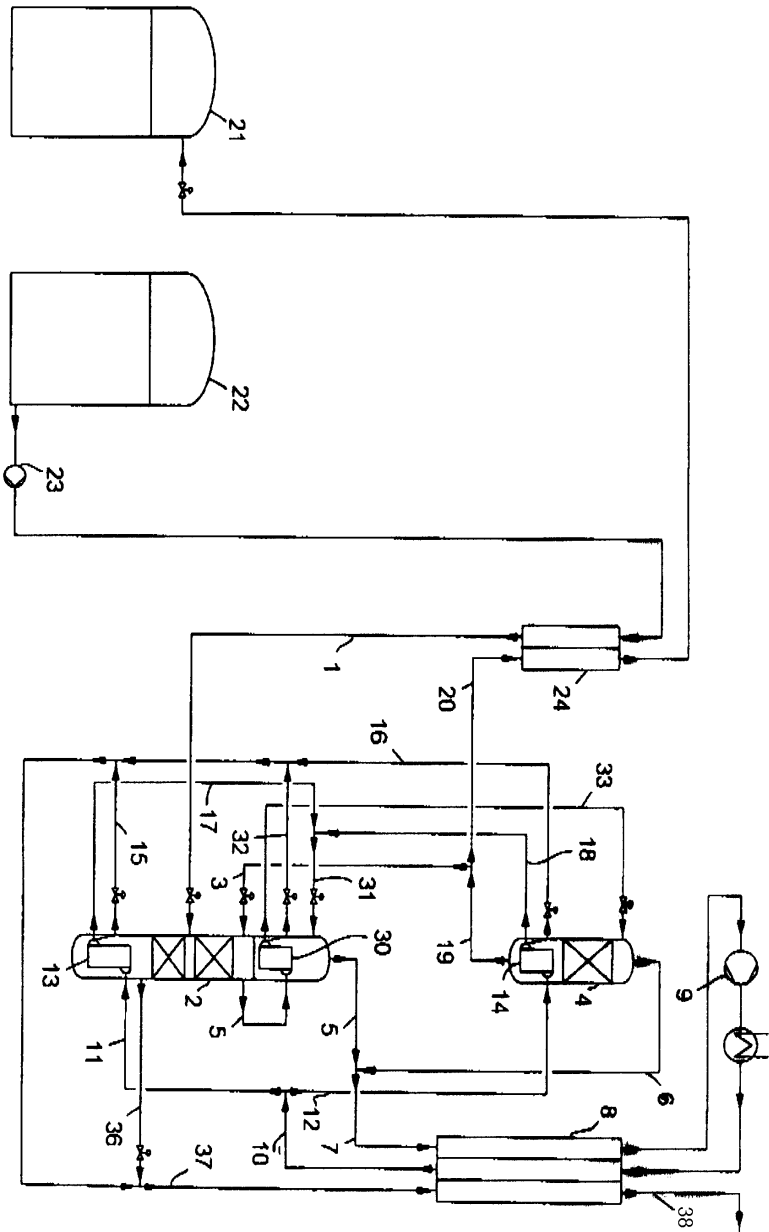
도면1



도면2



도면3



도면4

