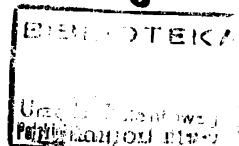


URZĄD PATENTOWY



F 25; 3104



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 27523.

Kl. ~~12 i, 27.~~

17 g. 2/01

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób wydzielania, zwłaszcza z powietrza, gazów szlachetnych, wrzących trudniej niż tlen, oraz urządzenie do wykonywania tego sposobu.

Zgłoszono 15 czerwca 1935 r.

Udzielono 12 listopada 1938 r.

Pierwszeństwo: 16 czerwca 1934 r. (Niemcy).

Do rozdzielania cieczy, np. skroplonych gazów, stosuje się często kolumny rektyfikacyjne. Kolumny te ogrzewa się albo w całości, albo też tylko zbiornik cieczy, umieszczony na dole i zwany kotłem albo warnikiem. Budowa tych warników w kształcie mniejszych lub większych garnków wywołuje ustawiczne mieszanie się cieczy, tak iż skład jej we wszystkich punktach warnika bywa praktycznie jednaki. Ilość cieczy, znajdująca się w warniku, w porównaniu z ilością cieczy, dopływającej doń stale z kolumny, jest duża, tak że nawet w przypadku, gdy część zawartości jego odciąga się stale w postaci ciekłej, przepłukiwanie warnika jest po-

wolne. Im mniejsza jest ilość cieczy, pobierana z warnika, tym mniej korzystnie przedstawia się przepłukiwanie.

Podczas wydzielania gazów szlachetnych, wrzących trudniej niż tlen, zwłaszcza kryptonu, za pomocą rektyfikacji z powietrza albo z innych mieszanin wyjściowych, zawierających tlen, wymieniona wyżej okoliczność odgrywa tym większą rolę, im dalej prowadzi się proces rektyfikacji. Znane są sposoby, w których ciekły tlen, otrzymany podczas rozdzielania powietrza, odparowuje się w kilku kolejno następujących po sobie stopniach, czyli stosuje się kilkakrotnie proces rektyfikacji. Podczas przeprowadzania takich procesów omawia-

ne gazy szlachetne gromadzą się w ciekłym tlenie na dole kolumny rektyfikacyjnej względnie. w wernikach. W tlenie tym wzrasta jednak jednocześnie również i zawartość innych składników, wrzących trudniej niż tlen, znajdujących się w gazie wyjściowym, o ile za pomocą odpowiednich zabiegów nie zatrzymano ich przed wejściem do kolumny. Składnikami stosunkowo trudno lotnymi i odgrywającymi przeważnie tutaj dużą rolę są węglowodory, których punkty wrzenia leżą nieraz jeszcze wyżej, niż punkty wrzenia gazów szlachetnych, przeznaczonych do wydzielania. Przy znacznym nagromadzeniu się tych ostatnich w ciekłym tlenie, zawartym w werniku, co zachodzi przy słabym odprowadzaniu tegoż z wernika, wzrasta koncentracja i występująca po niej krystalizacja. Często powstają już osady pomimo, że nie należałoby tego oczekiwać, biorąc pod uwagę przeciętne stężenie węglowodorów w werniku. Należy to między innymi przypisać temu, iż do niektórych miejsc powierzchni grzejnej dostaje się jedynie czasami ciecz, przeznaczona do odparowania, i że właśnie tam następuje krystalizacja. Wiadome jest, że tym samym stwarza się niebezpieczeństwo wybuchów w werniku. Zależnie od tego, ile węglowodorów znajduje się w mieszaninie wyjściowej, wymienione niebezpieczeństwo może jeszcze nastąpić przy odbieraniu nawet znacznych ilości cieczy w werniku. W celu zapobieżenia niebezpieczeństwu, należy odprowadzać tak znaczne ilości cieczy, aby zawartość w niej gazów szlachetnych stała się już mała, a proces rozdzielania nieopłacalny.

Celem usunięcia wymienionych trudności postępuje się według wynalazku niniejszego w ten sposób, że ciecz tlenową, otrzymaną podczas rektyfikacji mniej lub więcej upłynnioną mieszaninę wyjściową, którą stanowi przeważnie powietrze,

odparowuje się nie w werniku o zwykłej budowie garnkowej, lecz w jednym lub kilku wydłużonych w stosunku do kolumny wąskich komorach. W przypadku zaś odparowywania początkowo w zwykłym werniku, proces ten prowadzi się tylko do uzyskania określonej ilości cieczy półsurowej, podlegającej jeszcze odciągnięciu, po czym odparowuje się za pomocą wernika według wynalazku. Wernik według wynalazku może być budowany w rozmaity sposób, np. w kształcie węzownicy. Może on również składać się z kilku równoległych węzowni albo z wiązki rur. Wytwarzaną parę, która wskutek zwykłego procesu parowania zawiera jeszcze stosunkowo dużo gazów szlachetnych, prowadzi się z powrotem w celu dalszej rektyfikacji do kolumny, z której pochodzi odparowana ciecz, albo też wprowadza do innej kolumny. W sposobie według wynalazku można, nie komplikując procesu, bez większych strat gazów szlachetnych posunąć znacznie dalej, niż dotychczas, stężenie węglowodorów, a tym samym zwiększyć zawartość gazów szlachetnych w cieczy półsurowej, to znaczy, że ilość cieczy, odbierana z wernika, może być stosunkowo mała. Jest to możliwe dzięki temu, że wernik według wynalazku jest stale energicznie przepływany, a przez poszczególne jego odcinki przepływa stale świeża dochodząca ciecz. Poza tym zapobiega się zmieszaniu więcej odparowanej części cieczy z częściami mało albo jeszcze zupełnie nie odparowanymi. Jedynie w pobliżu miejsca odbierania cieczy znajdująca się w werniku stosunkowo mała ilość cieczy tlenowej wykazuje oprócz wysokiej zawartości gazów szlachetnych również wysokie stężenie węglowodorów. Oznacza to znaczne zwiększenie bezpieczeństwa ruchu.

Ponieważ większość węglowodorów jest jeszcze trudniej lotna, niż np. krypton, więc węglowodory te, zwłaszcza niebezpieczny acetylen, podczas odparowywania

gromadzi się w znajdującej się jeszcze każdorazowo cieczy w większej ilości niż krypton, podczas gdy odpowiednio do tego stosunek ilości kryptonu do węglowodorów w wytworzonej parze zostaje przesunięty na rzecz kryptonu. Sposób wykonania według wynalazku polega na tym, iż wytworzona parę prowadzi się do kolumny, z której para ta pochodzi. Para, dopływająca z warnika, przynosi, oczywiście, przy tym z powrotem do kolumny pewną, chociaż niedużą, ilość węglowodorów. Dlatego też resztę cieczy w warniku należy tak odmierzyć, żeby do kolumny nie mogły się przedostać szkodliwe ilości węglowodorów. Ewentualnie przy odpowiednio małej reszcie ciekłej wytworzoną parę całkowicie albo częściowo wprowadza się do innej kolumny. W kolumnie tej krypton, zawarty jeszcze w parze tlenu, wypłukuje się w zwykły sposób. Kolumna jest zaopatrzona, albo w warnik według wynalazku, albo też w warnik zwykły. Ciecz, pozostała w pierwszym warniku, oraz ciecz, pobrana z warnika drugiej kolumny, obrabia się dalej za pomocą dowolnego znanego chemicznego lub fizycznego sposobu rozdzielania i oczyszczania, w celu otrzymania żądanych trudno wrzących gazów szlachetnych o odpowiednim stopniu czystości.

Przy stosowaniu wydłużonego warnika według wynalazku można ciecz, przeznaczoną do wyparowania, oraz powstającą parę prowadzić w przeciwpładzie albo współkierunkowo, albo też częściowo w przeciwpładzie, a częściowo współkierunkowo. Szczególnie korzystne jest stosowanie prądu współkierunkowego, gdyż przede wszystkim w tym przypadku można osiągnąć duże szybkości przepływu przy odpowiednio małym przekroju warnika. W przypadku pracy przeciwpładowej dobrze jest, odpowiednio do malejącej całkowitej ilości cieczy i pary, stopniowo zmniejszać przekrój warnika.

Najprościej można budować warniki w

kształcie węzownic, ogrzewanych z zewnątrz lub od wewnątrz. W oddzielaczu cieczy, umieszczonym na końcu warnika wydłużonego, oddziela się nie odparowaną resztę cieczy od powstałej pary. Przy dłuższej pracy warnika pomimo bardzo skutecznego przepłukiwania mogłyby jednakże w pewnych okolicznościach powstać jeszcze osady węglowodorów na ścianach. Zapobiega się temu stosując dwa równoległe włączone warniki, z których jeden oczyszcza się, podczas gdy drugi jest w ruchu. Celem oczyszczania warnika wyłącza się jego dopływ cieczy nie przerywając ogrzewania, przez co w pewnych okolicznościach osiąga się nieco wyższą temperaturę, po czym przez wyłączony warnik przepuszcza się suchy gaz, usuwający stopniowo osady, ewentualnie znajdujące się na ściankach.

Na rysunku fig. 1 i 2 przedstawiają schematycznie przedmiot wykonania wynalazku oraz jego odmianę. Do kolumny rektyfikacyjnej 1 (fig. 1) wprowadza się przewodem 2 powietrze ciekłe, przewodem zaś 3 — powietrze w postaci pary. Obie ilości powietrza, a przynajmniej ostatnia, zawierają gazy szlachetne, wrzące trudniej niż tlen, a przeznaczone do wydzielania. Spływająca ciecz dostaje się do stosunkowo wąskiego i długiego warnika 4, w którym płyną w przeciwpładzie ciekły tlen, przeznaczony do wyparowania, oraz powstała para. Dolna część warnika posiada mniejszy przekrój niż górna. Ogrzewanie odbywa się za pomocą wewnątrz umieszczonej rury 5, przez którą przepuszcza się sprężone powietrze. Powietrze to skrapla się, po czym przez zawór 6 oraz przewód 2 wpływa do kolumny. Ciecz, nie wyparowaną w warniku, zawierającą trudno wrzące gazy szlachetne, węglowodory oraz inne trudno wrzące zanieczyszczenia w odpowiednim stężeniu, odprowadza się z oddzielacza cieczy 7 poprzez zawór 8. Przewód rurowy 9 umożliwia odprowadza-

nie z powrotem ewentualnie wytworzonej pary przez zawór 10 do kolumny 1. Po pewnym czasie trwania procesu zamyka się zawory 10 i 11, natomiast otwiera się zawory 12 i 13 warnika 14. W pierwszej części tego warnika ciecz i para płyną w przeciwnym kierunku. Natomiast kierunki przepływu w drugiej części, prowadzącej ku górze, są jednakowe. Powietrze ogrzewające dostaje się obecnie przez przestawiony zawór trójdrogowy 15 do węzownicy ogrzewającej 16 wyparnika 14, by po skropleniu dać ciecz płuczącą do kolumny 1. Para, wytworzona w pierwszej części warnika, płynie bezpośrednio z powrotem do kolumny 1, natomiast para z drugiej części dostaje się do rozdzielacza 17, w którym oddzielona zostaje ciekła pozostałość, aby następnie przewodem 18 dostać się z powrotem do kolumny 1. Ciecz, zawierająca gazy szlachetne, odprowadza się z rozdzielacza 17 przez zawór 19. Mieszanina gazowa, uchodząca z kolumny przewodem 20, jest uboższa w tlen, niż doprowadzane powietrze, o ilość tlenu, usuniętą równocześnie z procesu rektyfikacji, o ile w dolnej części kolumny lub warnika nie odciąga się jeszcze mniej lub więcej tlenu w postaci pary. Z gazu prawie wolnego od kryptonu, uchodzącego przewodem 20, część oddziela się, odpływając przewodem 21 poprzez zawór trójdrogowy 22 do warnika 4 względnie 14, przeznaczonego do oczyszczania. Gaz po oczyszczeniu opuszcza warnik przez zawory 23 względnie 24.

Fig. 2 przedstawia kolumnę 25, do której przewodem 26 doprowadza się ciekły tlen, zawierający krypton i pochodzący np. z nie przedstawionego na rysunku aparatu rektyfikacyjnego dwustopniowego do rozdzielania powietrza. W dolnym końcu kolumny 25 umieszczony jest warnik 27, w którym wytwarza się w sposób stosowany dotychczas tylko część pary, której dalsza część powstaje w warniku 28, mającym

kształt węzownicy. Ciecz tlenowa, przeznaczona do odparowania, i powstała para spływają w warniku 28 na dół. Poziom cieczy w warniku 27 ponad miejscem, w którym rozpoczyna się wyparowanie w warniku 28, dobiera się tak wysoki, aby ciśnienie tej cieczy było dostateczne do przetłaczania cieczy i pary przez warnik 28 oraz odprowadzania pary przewodem 29 do kolumny 25. Z rozdzielacza 30 odbiera się pozostałą ciecz w miejscu 46. Ogrzewanie warnika 27, w którym następuje wzbogacenie wstępne w krypton, oraz warnika 28 uskutecznia się np. za pomocą sprężonego azotu, z poprzednio wspomnianego i nie przedstawionego na rysunku aparatu do rozdzielania powietrza. Przewodem 31 dostaje się azot poprzez węzownicę ogrzewającą 32 do zbiornika 33, otaczającego warnik 28. Azot, skraplający się wskutek parowania tlenu, można doprowadzać z powrotem do aparatu do rozdzielania powietrza poprzez zawór 34 i przewód 35.

Parę, uwolnioną w rozdzielaczu 30 od cieczy, można w całości albo częściowo również obrabiać dalej w kolumnie 36; w tym celu zamyka się albo przymyka zawór 37 i otwiera zawór 38. Ogrzewanie warnika, należącego do kolumny 36, odbywa się za pomocą węzownicy 39, przez którą prowadzi się np. sprężone powietrze, skraplające się w niej. Skraplane powietrze można doprowadzać do aparatu do rozdzielania powietrza, albo też, jak uwidoczniono na rysunku, wprowadzać w miejscu 40, jako ciecz płuczącą, do kolumny 36. Kolumna ta posiada jeszcze skraplacz 41, do którego wprowadza się ciekły azot. Azot ten za pomocą zaworu 42 i przewodu 43 odgałęzia się od ciekłego azotu, otrzymanego w zbiorniku 33. W miejscu 44 odprowadza się ciecz tlenową, zawierającą trudno wrzące gazy szlachetne, po czym mieszaninę tę przerabia się dalej w odpowiedni sposób. Tlen, w znacznym stopniu uwolniony od

tych gazów szlachetnych, opuszcza kolumnę 36 w miejscu 45.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wydzielania gazów szlachetnych, wrzących trudniej niż tlen, przez daleko posunięte odparowanie cieczy tlenowej, zawierającej gazy szlachetne, otrzymanej za pomocą rektyfikacji skroplonego powietrza, przy wprowadzaniu powstałych par do procesu rektyfikacji lub wypłukiwania, znamieny tym, że odparowywanie odbywa się wyłącznie albo częściowo w wąskim wydłużonym warniku.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że ponowną rektyfikację lub wypłukiwanie wytworzonej pary wykonywa się w urządzeniu rektyfikacyjnym, z którego pochodzi odparowana ciecz tlenowa.

3. Sposób według zastrz. 2, znamieny tym, że w przypadku, gdy odparowywana ciecz i wytwarzana para przepływa ją przez warnik (28) w jednakowym kierunku, poziom cieczy ponad miejscem, w którym rozpoczyna się wyparowanie w tym warniku, dobiera się tak wysoki, aby

ciśnienie tej cieczy wystarczało do przetłoczenia cieczy i pary przez warnik (28) oraz do odprowadzania pary z powrotem do kolumny (25).

4. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 1 — 3, znamienne tym, że zawiera kolumnę, zaopatrzoną w warnik, składający się z jednej lub kilku ogrzewanych komór wydłużonych o stosunkowo wąskim przekroju.

5. Urządzenie według zastrz. 4, znamienne tym, że warniki w kształcie komór wydłużonych są wyłączalne, wobec czego mogą być czynne na przemian, w celu umożliwienia ich oczyszczenia.

6. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 4 i 5, znamienne tym, że przy wylocie wąskiego wydłużonego warnika umieszczony jest oddzielnik cieczy o przestrzeni parowej, połączonej z częścią dolną kolumny rektyfikacyjnej, w której parę obrabia się dalej.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

Fig. 1

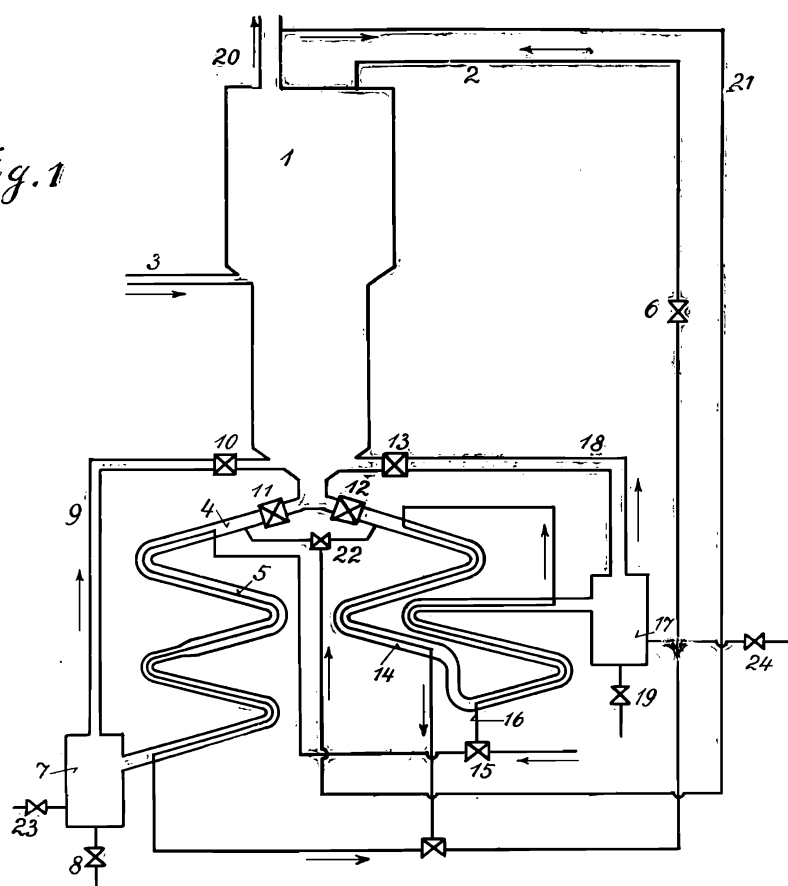


Fig 2

