(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第5823385号
(P5823385)
(45)発行日　平成27年11月25日(2015.11.25)　(24)登録日　平成27年10月16日(2015.10.16)

(51)Int.Cl.　F I
F25J 3/04 (2006.01)　F25J 3/04 Z

請求項の数 16　(全 9 頁)

(21)出願番号	特願2012-514517(P2012-514517)
(86)(22)出願日	平成22年6月4日(2010.6.4)
(65)公表番号	特表2012-529616(P2012-529616A)
(43)公表日	平成24年11月22日(2012.11.22)
(86)国際出願番号	PCT/FR2010/051101
(87)国際公開番号	WO2010/142894
(87)国際公開日	平成22年12月16日(2010.12.16)
審査請求日	平成25年5月24日(2013.5.24)
(31)優先権主張番号	0953935
(32)優先日	平成21年6月12日(2009.6.12)
(33)優先権主張国	フランス(FR)

(73)特許権者　591036572
レール・リキード－ソシエテ・アノニム・プール・レテュード・エ・レクスプロワタシオン・デ・プロセデ・ジョルジュ・クロード
フランス国、７５００７　パリ、カイ・ドルセイ　７５
(74)代理人　100108855
弁理士　蔵田　昌俊
(74)代理人　100159651
弁理士　高倉　成男
(74)代理人　100091351
弁理士　河野　哲
(74)代理人　100088683
弁理士　中村　誠

最終頁に続く

(54)【発明の名称】低温蒸留による空気分離のための装置及び方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
中圧で運転し得る第１の蒸留塔（１）と、
低圧で運転し得る第２の蒸留塔（２）と、
第２の塔よりも低い低圧で運転し得る第３の蒸留塔（３）と、
第１の塔の窒素豊富な流れが凝縮することにより加熱され、第３の塔の底部から送られる液体が蒸発される、第１の凝縮－蒸発器（９，９Ａ）と、
前記第２の塔の底部に配置された、冷間圧縮されたまたはされていない空気もしくは窒素の流れが凝縮することにより加熱され、前記第３の塔の底部から第１の凝縮－蒸発器に供給された液体のうちの蒸発せずに残存した液体（２１）が蒸発される、第２の凝縮－蒸発器（５）と、
少なくとも前記第１の塔に空気を供給するパイプ（３３）と、
前記第１の塔の上部から前記第３の塔の上部に窒素豊富な液体を供給するパイプ（３５）と、
前記第２の塔の下層からガスの流れまたは液体酸素（２９）を導出する配管と、
前記第３の塔の上部から窒素豊富なガス状の流れ（３１）を導出する配管と、
前記第３の塔の底部から前記第１の凝縮－蒸発器に液体を供給するパイプ（２３）と、
前記パイプ（２３）の経路上に設置される、第３の塔底部と第１の凝縮－蒸発器に接続されるポンプ（１３）と、
前記第１の塔の底部から前記第３の塔に液体を供給するパイプ（２５）と、

前記第１の凝縮－蒸発器から前記第２の塔に液体を供給するパイプ（２１）と、
前記第２の塔から前記第３の塔の底部に頂部ガスを供給するパイプ（１５，１９）と、を具備し、前記第１の塔と前記第２の塔、および前記第１の塔と前記第３の塔は、それぞれ隣り合って配置される空気分離のための装置。

【請求項２】
前記第１の塔（１）、前記第２の塔（２）および前記第３の塔（３）が全て床面（２７）上に配置される請求項１に記載の装置。

【請求項３】
極低温で運転し得る装置の要素である、第２の塔（２）の下層で回収された液体酸素を蒸発させるための液体酸素蒸発器（１１）が、前記第３の塔の下に配置され、他の二つの前記塔が前記床面に直接配置された請求項１に記載の装置。

【請求項４】
前記第２の塔（２）の底部と前記液体酸素蒸発器（１１）とに接続された加圧手段を具備した請求項３に記載の装置。

【請求項５】
前記第１の凝縮－蒸発器（９，９Ａ）は前記第１の塔（１）の上にあり、前記第１の塔からのガスによって第３の塔の底部から供給される液体（２３）が再沸騰し得るように前記第１の塔の上部に接続された請求項１ないし４のいずれか一つに記載の装置。

【請求項６】
前記第１の凝縮－蒸発器（９）を前記第３の塔（３）の底部に接続する、凝縮－蒸発器（９）により加熱されて発生したガスを導くためのガスパイプ（１７，１９）を具備する請求項１ないし５のいずれか一つに記載の装置。

【請求項７】
前記第３の塔は凝縮－蒸発器を含まない請求項１ないし６のいずれか一つに記載の装置。

【請求項８】
前記第２の塔（２）は、冷間圧縮されたまたはされていない空気もしくは窒素の流れを凝縮し、液体（２１）を蒸発させる第３の凝縮－蒸発器（７）および前記第３の凝縮－蒸発器の上に配置された熱及び物質交換のための手段を含む請求項１ないし７のいずれか一つに記載の装置。

【請求項９】
前記第２の塔から前記第３の塔の底部に頂部ガスを供給する前記パイプ（１５，１９）は、前記第１の凝縮－蒸発器（９）で蒸発したガス用のパイプ（１７）に接続される請求項１ないし８のいずれか一つに記載の装置。

【請求項１０】
前記液体酸素蒸発器（１１）は、第３の塔（３）の下に配置されている請求項３ないし９のいずれか一つに記載の装置。

【請求項１１】
前記第１の塔（１）の運転圧力と前記第２および第３の塔（２，３）のうち少なくとも一つの圧力との間の圧力差は、３バールよりも少ない請求項１ないし１０のいずれか一つに記載の装置を用いる空気分離のための方法。

【請求項１２】
前記圧力差が２．５バールよりも少ない請求項１１に記載の方法。

【請求項１３】
前記圧力差が２バールよりも少ない請求項１１または１２に記載の方法。

【請求項１４】
前記第２の塔（２）の上部と前記第３の塔（３）の底部との運転圧力の圧力差は、１バールより少ない請求項１ないし１０のいずれか一つに記載の装置を用いる空気分離のための方法。

【請求項１５】

前記圧力差が０．５バールよりも少ない請求項１４に記載の方法。
【請求項１６】
前記圧力差が０．２バールよりも少ない請求項１４または１５に記載の方法。
【発明の詳細な説明】
【発明の概要】
【０００１】
本発明は、低温蒸留による空気分離のための装置及び方法に関する。
【０００２】
空気分離のための通常の（「門」型（”double column” type）の）装置は：
・蒸発器によって熱交換が行われる低圧塔を、中圧塔の上に設置し；
・低圧塔および中圧塔を、液体返還（液体酸素を低圧塔から蒸発－凝縮器へ、もしくは液体窒素を蒸発－凝縮器から中圧塔へ）ポンプおよびガスの輸送（蒸発－凝縮器から低圧塔へガス状酸素を返還し、中圧塔から蒸発－凝縮器にガス状窒素を送る）のためのパイプと併設することが知られる。
【０００３】
ガス返還パイプにおける圧力の損失を減じ（優れた効果）、液体返還ポンプからのエネルギーの損失を減ずるため、最初の配置がエネルギー効率の向上を可能にすることが知られる。
【０００４】
低圧塔において二つの蒸発－凝縮器を有する空気分離のための装置は、以下のような設備として知られる：
・配置１：低圧塔（二つの蒸発器を備える）を中圧塔の上に設置する（仏国特許出願公開第２７２４０１１号明細書、図１および４）。
【０００５】
・配置２：中圧塔の頭上の蒸発器を直接的に介して熱交換を行うように、低圧塔の底部を床面上に、そして低圧塔の頂部を中圧塔の上に設置する（仏国特許出願公開第２７２４０１１号明細書、図２および３）。
【０００６】
・配置３：低圧塔（二つの蒸発器を備える）を中圧塔の隣に設置する（米国特許第６１３４９１５号公報、欧州特許出願公開第０１９５０６５号公報）。
【０００７】
配置１および２は、同等のエネルギー効率が得られ得ることが知られる。これら二つの場合において、ガスパイプにおける圧力の損失が存在するが、液体返還ポンプはない。
【０００８】
低圧塔の上流部を床面上に、また凝縮－再沸器を含まない低圧塔の上流部についてですら配置することを提案した文献はない。
【０００９】
驚くことに、低圧塔において少なくとも二つの蒸発器を持つ二つの塔を用いる非常に低エネルギーの方法のために、エネルギー消費の期間における最良の実行配置は：
－　中圧塔を床面上に配置し、
－　低圧塔の上流部を床板上に配置し、
－　低圧塔の下流部を床板上に配置する、ということになる。
【００１０】
主な理由は、低圧塔の一部が中圧塔の上に設備された場合に液体を上げるためのポンプの設置を要する、中圧塔および低圧塔の間の圧力差が、一般的に絶対圧力で２バールより少ないためである。
【００１１】
本発明の趣旨によれば、装置は空気分離のために設けられ、中圧で運転し得る第１の蒸留塔と、低圧で運転し得る第２の蒸留塔と、低圧で、または前記低圧で運転し得る第３の蒸留塔と、第１の凝縮－蒸発器と、前記第２の塔の底部に配置された第２の凝縮－蒸発器

と、少なくとも前記第１の塔に空気を供給するパイプと、前記第１の塔の上部から前記第３の塔の上部に窒素豊富な液体を供給するパイプと、前記第３の塔の底部から前記第１の凝縮－蒸発器に液体を供給する少なくとも一つのパイプと、前記第１の塔の底部から前記第３の塔に液体を供給するパイプと、前記第１の凝縮－蒸発器から前記第２の塔に液体を供給するパイプと、前記第２の塔から前記第３の塔の底部に頂部ガス(overhead gas)を供給するパイプと、を具備し、前記第１、第２、および第３の塔は、隣り合って配置され、できれば全て床面の上に配置される。

【００１２】

好ましくは、前記第２の塔は少なくとも、前記第２の凝縮－蒸発器の上に配置された第３の凝縮－蒸発器を含む。

【００１３】

極低温で運転し得る装置の要素、例えば液体酸素蒸発器は、一つの前記塔の下に配置されても良く、他の二つの前記塔および当該要素は、前記床面上に直接置かれる。

【００１４】

加圧手段が前記第２の塔の底および前記液体酸素蒸発器に接続されても良い。

【００１５】

前記第１の凝縮－蒸発器は、前記第１の塔から来るガスによって再沸騰できるように、前記第１の塔の上にあって、前記第１の塔の上部に接続されても良い。

【００１６】

好ましくは、当該装置は二つの前記塔に接続されたただ一つのポンプを備える。

【００１７】

前記ポンプは、前記第２の塔の底部から前記第１の凝縮－再沸器に液体を供給する二つの前記パイプに接続されても良い。

【００１８】

ガスパイプが前記第１の凝縮器を前記第３の塔の底部に接続しても良い。

【００１９】

前記第２の塔および／または前記第３の塔の上部は、前記第１の凝縮－再沸器より低い高さにあっても良く、好ましくは前記第１の塔の上部よりも低い。

【００２０】

前記第１の塔における嵩密度（packing densities）は、前記第２の塔および／または前記第３の塔における嵩密度より低くても良い。

【００２１】

好ましくは、前記第３の塔は凝縮－再沸器を含まない。

【００２２】

前記第２の塔は、熱交換手段に加えて、第３の凝縮－再沸器および前記第３の凝縮－再沸器の上に配置された物をも含んでも良い。

【００２３】

頂部ガスを前記第２の塔から前記第３の塔の底部に供給するための前記パイプは、前記第１の凝縮－再沸器で蒸発したガス用のパイプに接続しても良い。

【００２４】

前記第３の塔の下に配置された前記装置の要素は、好ましくは液体酸素蒸発器である。

【００２５】

前記第１の塔の運転圧力と前記第２および第３の塔のうち少なくとも一つの圧力との間の圧力差は、好ましくは３バールより少なく、好ましくは２．５バールであり、さらに好ましくは２バールである。

【００２６】

前記第２の塔の上部と前記第３の塔の底部との運転圧力の圧力差は、１バールより少なくても良く、好ましくは０．５バールよりも少なく、さらに好ましくは０．２バールよりも少ない。

【図面の簡単な説明】

【００２７】
【図１】
【図２】
【図３】
【図４】
【図５】
【図６】
【００２８】
本発明は、本発明に係る空気分離のための装置を示す図面を参照することでさらに詳細に開示されるだろう。
【００２９】
図１において、装置は中圧で運転する第１の塔１、低圧で運転する第２の塔２、および第２の塔２よりわずかに低い低圧で運転する第３の塔３を備え、当該低圧塔は、好ましくは塔３の底部と塔２の上部との間で測定される圧力差が５００ミリバール（好ましくは２００ミリバール）より少なくなるように運転する。それぞれの塔の中央で測定される中圧塔１および低圧塔２または３の間の圧力差は、３バールより少なく、好ましくは２．５バール、さらに好ましくは２バールである。
【００３０】
三つの塔１，２，３は床面２７に配置されるが、生成物蒸発器１１が前記塔の下に配置されることで第３の塔３は持ち上げられる。蒸発器１１をどこか別の場所に配置し、塔３を直接床面２７の上に置いても当然良い。床面２７はコンクリート基礎または他の平面からなる。
【００３１】
精製されるとともに冷却された圧縮空気流３３は、区分された第１の塔１の底部に入り、酸素豊富な流れ２５および窒素豊富な流れを作る。酸素豊富な流れ２５は、第３の塔３の下層を通る。窒素豊富な流れは、第１の塔の頂部凝縮器９で凝縮する。前記凝縮器９は、第３の塔３の底部から送られ、床面２７に配置されたポンプ１３によって加圧された液体２３の流れによって冷却される。凝縮器９から蒸発した液体１７は、第２の塔２の頂部ガス１５と混合し、第３の塔３の底に供給されるガスの流れ１９を作る。第２の塔２の塔の上部に、凝縮器９から液体２１が供給される。
【００３２】
第２の塔２は、底部再沸器５そしてできれば中間再沸器７を含む一つまたは二つ、またはそれ以上の再沸器を含む。前記再沸器は、冷間圧縮されたまたはされていない空気の流れ、または冷間圧縮されたまたはされていない窒素の流れを含む、何らかの適当な手段によって加熱されても良い。ガスの流れまたは液体酸素２９は、第２の塔２の下層で回収される。前記液体の流れは、ポンプ（図示せず）によって加圧されても良く、加圧されたガスの流れを作るように蒸発器１１に入れられても良い。
【００３３】
液体窒素の流れ３５は、バルブで膨張するとともに第３の塔３の上部に入れられ、そして窒素豊富なガス状の流れ３１は第３の塔３の上部で回収される。好ましくは、第３の塔３の上部を第１の塔１の上部よりも低くされることで、重力流によってこの輸送を容易にする
図２と図１との差異は、図１は槽型蒸発器である凝縮器９を示すのに対し、図２は薄膜型蒸発器９を示す。この場合、凝縮器から回収される流れ２１は二相流であるとともに、図１に示すように第２の塔の上部に入る。流れ１７は発生しない。
【００３４】
図３および４は、図１および２の変形であり、それぞれ蒸発器１１が欠けた、または一つの塔の下以外のどこか別の場所に配置された場合を示す。この場合、三つの塔は床面２７に直接置かれる。
【００３５】

図５および６は、第２の塔がただ一つの再沸器である底部再沸器５を収容する図１および２の変形をそれぞれ示す。この場合、第２の塔は当然短くなる。底部再沸器５は、できれば加圧された、またできれば冷間加圧された窒素または空気によって加熱されても良い。

【００３６】

本発明によれば、せいぜい一つか二つのポンプが必要であると解される。第１のポンプは、液体を第３の塔の底部から第１の塔の頂部凝縮器に上げるために用いられるポンプ１３である。加圧された形の酸素が必要とされる場合に用いられる第２のポンプは、液体酸素を加圧するために用いられる。液体２５のような他の液体を上げるため、塔の間の圧力差は液体を浮遊させるに足るものであるべきである。

【００３７】

第１の塔の上の蒸発器から第２および／または第３の塔へ重力によって流れが生じ得るようなできる限り高い第１の塔１、およびできる限り低い第２および／または第３の塔２，３を得るために、第１の塔１は比較的低い嵩密度（例えば密度が２５０～５００ｍ^{2}／ｍ^{3}）を含有し、第２および／または第３の塔は比較的高い嵩密度（６００～１０００ｍ^{2}／ｍ^{3}）を含有する。パイプ２１，３５における液体の移動は、これによって容易となる。

本願の出願当初の請求項の記載を実施の態様として以下に付記する。

［１］

中圧で運転し得る第１の蒸留塔（１）と、低圧で運転し得る第２の蒸留塔（２）と、低圧で、または前記低圧で運転し得る第３の蒸留塔（３）と、第１の凝縮－蒸発器（９，９Ａ）と、前記第２の塔の底部に配置された第２の凝縮－蒸発器（５）と、少なくとも前記第１の塔に空気を供給するパイプ（３３）と、前記第１の塔の上部から前記第３の塔の上部に窒素豊富な液体を供給するパイプ（３５）と、前記第３の塔の底部から前記第１の凝縮－蒸発器に液体を供給する少なくとも一つのパイプ（２３）と、前記第１の塔の底部から前記第３の塔に液体を供給するパイプ（２５）と、前記第１の凝縮－蒸発器から前記第２の塔に液体を供給するパイプ（２１）と、前記第２の塔から前記第３の塔の底部に頂部ガスを供給するパイプ（１５，１９）と、を具備し、前記第１、第２、および第３の塔は、隣り合って配置され、できれば全て床面（２７）の上に配置される空気分離のための装置。

［２］

極低温で運転し得る装置の要素、例えば液体酸素蒸発器（１１）が、一つの前記塔（１，２，３）の下に配置され、他の二つの前記塔および前記要素が前記床面に直接配置された［１］に記載の装置。

［３］

前記第２の塔（２）の底部と前記液体酸素蒸発器（１１）とに接続された加圧手段を具備した［２］に記載の装置。

［４］

前記第１の凝縮－蒸発器（９，９Ａ）は前記第１の塔（１）の上にあり、前記第１の塔からのガスによって再沸騰し得るように前記第１の塔の上部に接続された［１］ないし［３］のいずれか一つに記載の装置。

［５］

二つの前記塔に接続されたただ一つのポンプ（１３）を具備した［１］ないし［４］のいずれか一つに記載の装置。

［６］

前記ポンプ（１３）が前記第２の塔の底部から前記第１の凝縮－再沸器（９，９Ａ）に液体を供給する二つの前記パイプ（２３）に接続された［５］に記載の装置。

［７］

前記第１の凝縮－再沸器（９）を前記第３の塔（３）の底部に接続するガスパイプ（１７，１９）を具備する［１］ないし［６］のいずれか一つに記載の装置。

［８］
前記第２の塔（２）および／または前記第３の塔（３）の上部は、前記第１の凝縮－再沸器（９，９Ａ）より低い高さにあり、好ましくは前記第１の塔（１）の上部よりも低く、前記第１の塔（１）の嵩密度は前記第２の塔（２）および／または前記第３の塔（３）の嵩密度よりも低くなり得る［１］ないし［７］のいずれか一つに記載の装置。
［９］
前記第３の塔は凝縮－再沸器を含まない［１］ないし［８］のいずれか一つに記載の装置。
［１０］
前記第２の塔（２）は、熱交換手段に加えて第３の凝縮－再沸器（７）および前記第３の凝縮－再沸器の上に配置された熱及び物質交換のための手段を含む［１］ないし［９］のいずれか一つに記載の装置。
［１１］
前記第２の塔から前記第３の塔の底部に頂部ガスを供給する前記パイプ（１５，１９）は、前記第１の凝縮－再沸器（９）で蒸発したガス用のパイプ（１７）に接続される［１］ないし［１０］のいずれか一つに記載の装置。
［１２］
前記第３の塔（３）の下に配置された前記装置の要素は、液体酸素蒸発器（１１）である［１］ないし［１１］のいずれか一つに記載の装置。
［１３］
前記第１の塔（１）の運転圧力と前記第２および第３の塔（２，３）のうち少なくとも一つの圧力との間の圧力差は、３バールよりも少なく、好ましくは２．５バールであり、さらに好ましくは２バールである［１］ないし［１２］のいずれか一つに記載の装置を用いる空気分離のための方法。
［１４］
前記第２の塔（２）の上部と前記第３の塔（３）の底部との運転圧力の圧力差は、１バールより少なく、好ましくは０．５バールよりも少なく、さらに好ましくは０．２バールよりも少ない［１］ないし［１２］のいずれか一つに記載の装置を用いる空気分離のための方法。

【図１】

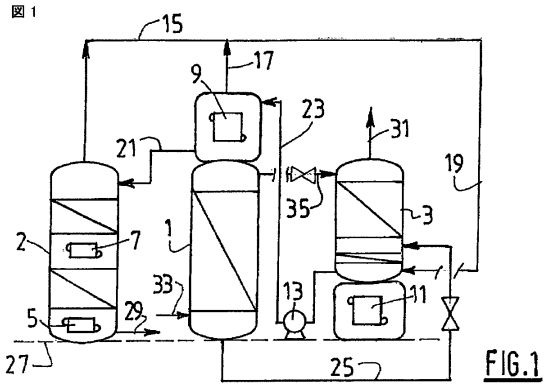


FIG.1

【図２】

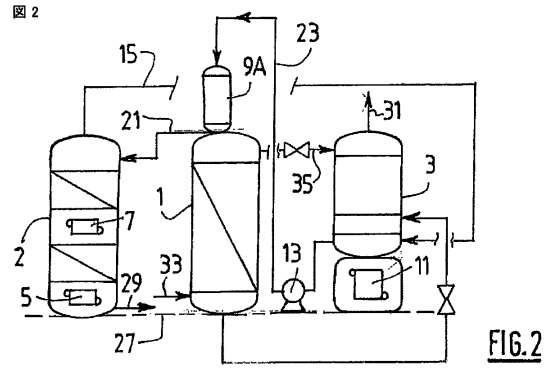


FIG.2

【図３】

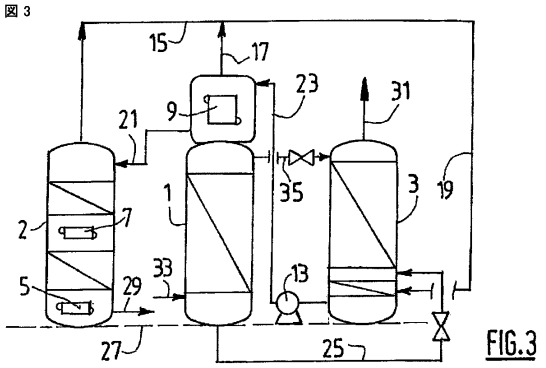


FIG.3

【図４】

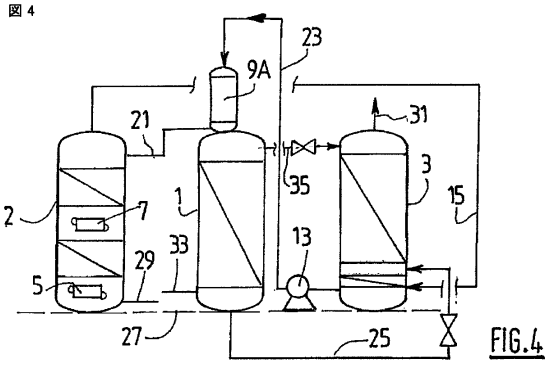


FIG.4

【図５】

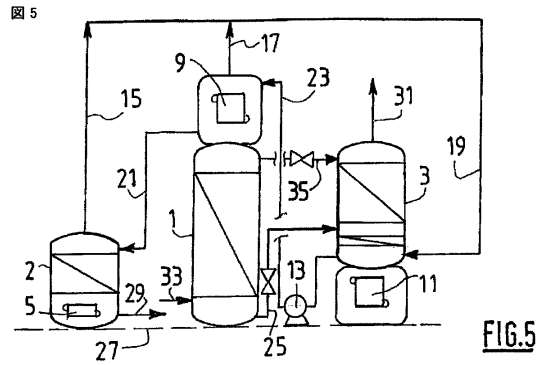


FIG.5

【図６】

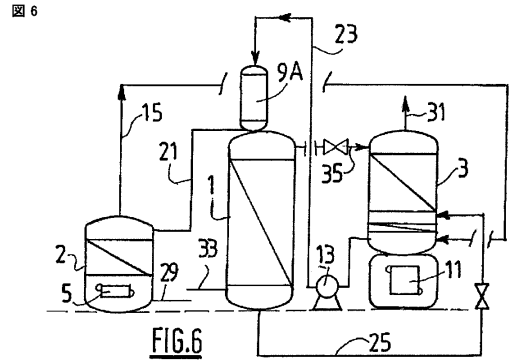


FIG.6

フロントページの続き

(74)代理人 100109830
弁理士 福原 淑弘
(74)代理人 100075672
弁理士 峰 隆司
(74)代理人 100095441
弁理士 白根 俊郎
(74)代理人 100084618
弁理士 村松 貞男
(74)代理人 100103034
弁理士 野河 信久
(74)代理人 100119976
弁理士 幸長 保次郎
(74)代理人 100153051
弁理士 河野 直樹
(74)代理人 100140176
弁理士 砂川 克
(74)代理人 100158805
弁理士 井関 守三
(74)代理人 100124394
弁理士 佐藤 立志
(74)代理人 100112807
弁理士 岡田 貴志
(74)代理人 100111073
弁理士 堀内 美保子
(74)代理人 100134290
弁理士 竹内 将訓
(72)発明者 デュベッティエーグルニエ、リシャール
フランス国、９４２１０ ラ・バルヌ・サン・イレール、アブニュ・デュ・センテネール １９
(72)発明者 コナール、マリー
フランス国、エフ－９１４３０ イニー、リュ・デ・ブルドンネ １３

審査官 神田 和輝

(56)参考文献 特開平０７－１９８２４９（ＪＰ，Ａ）
特開平１１－２２８１１６（ＪＰ，Ａ）
特開平１１－０７２２８５（ＪＰ，Ａ）
特開平０８－１７０８７６（ＪＰ，Ａ）
特開２００１－２６３９３５（ＪＰ，Ａ）
米国特許出願公開第２０１２／０１１８０１３（ＵＳ，Ａ１）
米国特許第０５４６３８７１（ＵＳ，Ａ）
米国特許第０６１３４９１５（ＵＳ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｆ２５Ｊ １／００－５／００
ＤＷＰＩ（Ｔｈｏｍｓｏｎ Ｉｎｎｏｖａｔｉｏｎ）