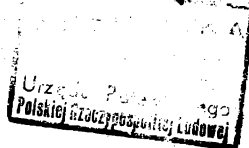


B0106 3/14



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 36977

Kl. 12 a, 5

L' Air Liquide Société Anonyme pour l' Etude
et l' Exploitation des Procédés Georges Claude

(Paryż, Francja)

B0106 3/14

Sposób rektyfikacji ciekłych mieszanin na frakcje o różnej lotności

Udzielono patentu z mocą od dnia 20 października 1948 r.

Pierwszeństwo: 22 października 1947 r. (Francja).

Wynalazek dotyczy sposobu rektyfikacji ciekłych mieszanin na frakcje o różnej lotności. W celu uproszczenia opisu zakłada się, że rozdzielana mieszanina zawiera tylko dwa składniki o różnych temperaturach wrzenia, jednak sposób według wynalazku nadaje się również do rozdzielania mieszaniny zawierającej dowolną liczbę składników, które bądź to rozdzielają się na obie wspomniane frakcje, bądź też pobiera się je z jednego miejsca albo kilku miejsc pośrednich jednej kolumny rektyfikacyjnej lub większej ich liczby.

Wynalazek stanowi ulepszenie znanego sposobu i polega na tym, że rozdzielaną mieszaninę par w przypadku powietrza na przykład wprowadza się do kolumny rektyfikacyjnej o stosunkowo wysokim ciśnieniu, w której częściowo skrapla się ciecz otrzymaną w dolnej części kolumny rektyfikacyjnej rozpręża się do stosunkowo niskiego ciśnienia, a następnie odparowuje

się ją przez wymianę ciepła z parami wzbogconymi w składnik najbardziej lotny, znajdujący się w górnej części kolumny, w której panuje stosunkowo wysokie ciśnienie, ewentualnie po poddaniu tej cieczy uprzednio rektyfikacji w drugiej kolumnie za pomocą par pochodzących z wyparowania cieczy tak, by spowodować równocześnie częściowe skroplenie pary, i cieczą w ten sposób utworzoną przepłukuje się pary wznoszące się w kolumnie. Wymiennik ciepła, w którym następuje odparowanie cieczy o stosunkowo niskim ciśnieniu, jest umieszczony na ogół w wierzchołku kolumny rektyfikacyjnej stosunkowo wysokiego ciśnienia. Kolumna, w której przeprowadza się tę rektyfikację, jest umieszczona ponad wymiennikiem ciepła tak, iż obie kolumny znajdują się jedna nad drugą.

Jak zresztą przy wszystkich znanych sposobach rozdzielania mieszaniny na składniki za pomocą kolumn rektyfikacyjnych, z wierzchołka

kolonny spływa ciecz stosunkowo bogata w składnik najbardziej lotny i przepłukuje wznoszące się pary. Ciecz ta w gorzelnictwie zwana flegmą, zatrzymuje składniki wyżej wrzące zawarte w parach wznoszących się i wzbogaca się w nie w miarę tego jak opada. Najmniejsza ilość cieczy konieczna w każdym punkcie kolumny do zatrzymania możliwie jak największej ilości składnika najmniej lotnego, zawartego we wnoszących się parach, zwiększa się w miarę oddalania się od wierzchołka kolumny. Z tego powodu, gdy ciecz przepłukująca, która jest potrzebna do tego celu, wprowadza się w całości do wierzchołka kolumny, to ilość tej cieczy bogatej w składnik najbardziej lotny i spływającej ze szczytu kolumny jest w górnej części kolumny większa, niż potrzebna byłaby do zatrzymania składnika najmniej lotnego, gdyby ta część istniała samodzielnie. Ciecz ta jest wynikiem rozdziału, jej wytworzenie kosztuje energię, posiada ona więc tym większą wartość, im jest uboższa w składnik najlotniejszy, co następuje w miarę jej stopniowego opadania w kolumnie. Proces połączony jest więc ze zmniejszaniem się wartości energii. Zjawisko to następuje z tych samych powodów także i wtedy, gdy w kolumnie rektyfikacyjnej istnieje pewien obszar, w którym wyżej wspomniana najmniejsza ilość cieczy przepłukującej zmniejsza się w kierunku od góry ku dołowi, co następuje zwłaszcza przy rektyfikacji mieszaniny alkoholu etylowego z wodą.

Sposób według wynalazku pozwala na zmniejszenie wyżej wspomnianej straty energii i polega na tym, że mieszaninę ciekłą, pochodzącą z kolumny o ciśnieniu stosunkowo wysokim rozpręża się do ciśnienia średniego i doprowadza do zetknięcia pośredniego z parami utworzonymi w czasie procesu tak, aby spowodować równocześnie częściowe lub całkowite odparowanie ciekłej mieszaniny i skroplenie części par, po czym rektyfikuje się pary tworzące się podczas tego odparowania w pomocniczej kolumnie, ochładzanej u szczytu przez ciecz utworzoną podczas procesu, przy czym zetknięcie się pośrednie pary albo cieczy lub równocześnie pary i cieczy utworzonych podczas procesu odbywa się w środkowej części kolumny rektyfikacyjnej.

W wyniku zetknięcia pośredniego następuje bądź to skraplanie części pary wchodzącej do kolumny, bądź to odparowanie części spływającej cieczy, podczas gdy minimalna ilość cieczy przepłukującej niezbędna do rektyfikacji wzrasta (wypadek najczęstszy), czy też przeciwnie zmniejsza się od góry ku dołowi kolumny.

Energię przy tym zaoszczędzoną ewentualnie można zużyć na uzyskanie doskonalszego rozdziału mieszaniny na składniki lub na skroplenie gazów. Przy rozdziale na swe składniki na przykład mieszaniny gazów trudnych do skroplenia można bez zwiększenia rozchodu energii całą ilość jednego składnika lub jego część uzyskać w stanie ciekłym zamiast oba składniki w stanie gazowym albo też otrzymywać jeden składnik całkowicie, a drugi częściowo w stanie ciekłym zamiast jednego składnika w stanie ciekłym, a drugiego całkowicie w stanie gazowym.

Przed szczegółowym opisem sposobu według wynalazku w przykładach wyjaśnia się niżej podane słownictwo.

Frakcja najbardziej lotna i frakcja najmniej lotna, na jakie rozdziela się przerabianą mieszaninę par, są nazwane „składnikiem lotnym” i „składnikiem mało lotnym”. Jeżeli rozpatruje się je w stanie pary, nazywane są „parą lotną” i „parą mało lotną”, ciecze zaś — „cieczą lotną” i „cieczą mało lotną”.

Ciśnienie stosunkowo wysokie i ciśnienie stosunkowo niskie, jako też ciśnienie pośrednie nazywane są „ciśnieniem wysokim”, „ciśnieniem niskim” i „ciśnieniem pośrednim”. Określenia te nie ustalają w żadnym przypadku wielkości absolutnych ciśnień. Ciśnieniem wysokim może być na przykład ciśnienie atmosferyczne.

Wymienniki ciepła są nazywane „wymiennikiem ciepła pośrednim”, „wymiennikiem ciepła górnym”, albo „wymiennikiem ciepła dolnym”, zależnie od tego, czy pary albo ciecz, które w nim skrapla się albo odparowuje, pochodzi ze środkowej części, wierzchołka albo spodu kolumny rektyfikacyjnej.

Odparowanie mieszaniny cieczy pochodzącej z kolumny rektyfikacyjnej wysokiego ciśnienia i rozprężonej do średniego ciśnienia może być uskuteczniane według jednego albo drugiego sposobu lub też obu na raz niżej podanymi sposobami.

A. Odparowanie szeregowe. Obie mieszaniny cieczy, pochodzące z kolumny wysokiego ciśnienia, które odparowywane są pod niskim i średnim ciśnieniem, stanowią dwie frakcje tej samej mieszaniny cieczy, którą odparowuje się częściowo pod średnim ciśnieniem, frakcja nieodparowana zostaje oddzielona od frakcji wyparowanej, rozprężona i następnie jedynie odparowana pod niskim ciśnieniem.

B. Odparowanie po rektyfikacji. Mieszanina cieczy odparowywana pod ciśnieniem średnim przed odparowywaniem rektyfikuje się w kolumnie pomocniczej za pomocą pary pochodzącej z jej odparowania.

Jeżeli chodzi o ochładzanie wierzchołka kolumny pomocniczej skutecznie się je jednym z dwu następujących sposobów.

C₁. Zetknięcie bezpośrednie. Z górnego skraplacza z kolumny wysokiego ciśnienia pobiera się część cieczy lotnej, która wytwarza się w nim, rozpręża do pośredniego ciśnienia i doprowadza do wierzchołka kolumny pomocniczej. Ten sposób pracy nie jest jednakowoż odpowiedni w przypadku, gdy mieszanina cieczy, rozprężona do średniego ciśnienia, jest odprowadzana z wierzchołka kolumny wysokiego ciśnienia.

C₂. Zetknięcie pośrednie. Kolumna średniego ciśnienia zawiera wymiennik ciepła górny, w którym odparowuje się ciecz pochodząca z rozdzielanej mieszaniny i doprowadzona pod ciśnieniem mniejszym, niż ciśnienie średnie. Przy pracy według wyżej wspomnianego sposobu A (odparowywanie szeregowe) ciecz ta może z korzyścią stanowić część cieczy doprowadzoną z góry pod ciśnieniem pośrednim w celu pośredniego jej zetknięcia się z parą wchodzącą do kolumny, przy czym ta ciecz nie zostaje odprowadzana przy zetknięciu pośrednim.

We wszystkich przypadkach można również postępować według sposobu poniższego.

D. Zetknięcie wielokrotne. Ciecz albo pary o średnim ciśnieniu wprowadza się w zetknięcie bezpośrednie i wymienia ciepło z parami albo cieczą w kolumnie wysokiego albo niskiego ciśnienia w przynajmniej dwóch miejscach na różnej wysokości.

W przypadku gdy pierwsze zetknięcie pośrednie skutecznia się z parami z kolumny wysokiego ciśnienia, drugie zetknięcie może nastąpić bezpośrednio pod górnym wymiennikiem ciepła kolumny. W ten sposób zmniejsza się ilość odparowanej cieczy w skraplaczu górnym. We wszystkich przypadkach drugie zetknięcie pośrednie może nastąpić w miejscu pośrednim kolumny wysokiego ciśnienia albo też kolumny niskiego ciśnienia. Kolumna, w której skutecznia się zetknięcie, jest więc podzielona już nie na dwie, lecz trzy albo większą liczbę części, przez które przepływają różne ilości cieczy.

Można również w tym celu umieścić w tej samej kolumnie wysokiego albo niskiego ciśnienia dwa albo większą liczbę pośrednich wymienników ciepła, z których każdy tworzy górny albo dolny wymiennik ciepła pomocniczej kolumny ciśnienia średniego. Poszczególne kolumny pomocnicze pracują równolegle. Ich ciśnienia zmniejszają się tym bardziej, im wyższe jest położenie wymiennika ciepła pośredniego w kolumnie wysokiego albo niskiego ciśnienia, w której jest umieszczony.

W przypadku zetknięcia pośredniego i bezpośredniego ciepła pomiędzy cieczą pod średnim ciśnieniem i parami rektyfikowanymi, które w ten sposób zostają skraplone, można również zastosować sposób podany poniżej.

E. Szeregowe kolumny pomocnicze. Ta część cieczy pod pośrednim ciśnieniem, która nie została odparowana przy zetknięciu pośrednim z parami rektyfikowanymi i została rozprężona do drugiego pośredniego ciśnienia niższego niż poprzednie, zostaje odparowana przez powtórne pośrednie zetknięcie z parami rektyfikowanymi, lecz pobranymi z kolumny, w której następuje rektyfikacja, z poziomu wyższego niż poziom, przy którym nastąpiło pierwsze pośrednie zetknięcie się, a pary pochodzące z odparowania zostają ze swej strony rektyfikowane w drugiej kolumnie pomocniczej.

Poniżej opisano kilka przykładów wykonania sposobu według wynalazku. Przykłady te są oparte o rysunki. Kierunek obiegu czyaników w przewodach jest zaznaczony strzałkami. W celu przejrzystości rysunku nie przedstawiono na nim pólek rektyfikacyjnych.

Fig. 1 odnosi się do przykładu I, w którym mieszanina poddawana rozdzielaniu, wprowadzana do kolumny wysokiego ciśnienia znajduje się w stanie gazowym i w którym ochładzanie górnego końca kolumny pomocniczej skutecznia się według sposobu podanego pod C₂ (ozębienie przez zetknięcie pośrednie).

Fig. 2 odnosi się do przykładu II, w którym następujące powyżej przytoczone sposoby są połączone: A (odparowanie szeregowe), B (odparowanie po rektyfikacji) i C₁ (ozębienie kolumny pomocniczej przez zetknięcie bezpośrednie).

Fig. 3 odnosi się do przykładu III, w którym połączono następujące powyżej przytoczone sposoby: C₂ (ozębienie kolumny pomocniczej przez zetknięcie pośrednie) i E (kilka kolumn pomocniczych).

Fig. 4 odnosi się do przykładu IV, przeprowadzonego według następujących sposobów: A (odparowanie szeregowe), B (odparowanie po rektyfikacji), C₂ (ozębienie kolumny pomocniczej przez zetknięcie pośrednie) i D (zetknięcia pośrednie wielokrotne).

Fig. 5 odnosi się do przykładu V, obejmającego następujące sposoby: B (odparowanie po rektyfikacji), C₂ (ozębienie kolumny pomocniczej przez zetknięcie pośrednie) i E (kilka kolumn pomocniczych), przeprowadzony w sposób specjalny.

Fig. 6 odnosi się do przykładu VI, łączącego następujące powyżej przytoczone sposoby: A (odparowanie szeregowe), B (odparowanie po rekty-

fikacji), C_2 (oziębienie kolumny pomocniczej przez zetknięcie pośrednie) i ponadto sposób specjalny, który będzie później wyjaśniony.

Fig. 7 odnosi się do przykładu VII przeprowadzonego według następujących sposobów: A (odparowanie szeregowe), B (odparowanie po rektyfikacji) i C_2 (oziębienie kolumny pomocniczej przez zetknięcie pośrednie) i obejmuje ponadto specjalną cechę, która będzie później wyjaśniona.

Fig. 8 odnosi się do przykładu VIII, w którym zastosowano następujące sposoby: B (odparowanie po rektyfikacji) i C_2 (oziębienie kolumny pomocniczej przez zetknięcie pośrednie).

Fig. 9 odnosi się do przykładu IX, w którym zastosowano następujące sposoby: A (odparowanie szeregowe), B (odparowanie po rektyfikacji) i C_2 (oziębienie kolumny pomocniczej przez zetknięcie pośrednie).

Przykład I (fig. 1).

Powietrze sprężone do około 3 atm. absolutnych i w temperaturze około -170°C wprowadza się przewodem 1 do dolnej części kolumny rektyfikacyjnej 2, która zawiera wymiennik ciepła pośredni 4 i górny 5. W dole kolumny zbiera się mieszanina cieczy zawierająca około 45% tlenu i 55% azotu. Ciecz ta odciągana z kolumny przewodem 3, rozgałęzia się na dwa strumienie. Jeden strumień, stanowiący np. $\frac{1}{3}$ całej ilości cieczy przepływającej przewodem 3, przechodzi przewodem 7 i rozpręża się w zaworze 8 do około 2-ch atmosfer absolutnych i przechodzi do wymiennika 4. Wywiązujące się pary dochodzą przewodem 9 do dolnej części kolumny rektyfikacyjnej 14, zawierającej górny wymiennik ciepła 15. Drugi strumień płynie przewodem 6 i rozpręża się w zaworze 16 do ciśnienia atmosferycznego. Mieszanina ciekłego tlenu i azotu wychodząca z dolnej części kolumny 14 odpływa przewodem 10 i rozpręża się w zaworze 11 do ciśnienia atmosferycznego. Obydwie te ciecze miesza się i doprowadza otrzymaną mieszaninę przewodem 17 do wymiennika 15, w którym częściowo wyparowuje, a utworzona mieszanina cieczy i par przechodzi przewodem 18 do wymiennika 5, w którym następuje ostateczne wyparowanie. Z przewodu 13 odbiera się azot pod ciśnieniem około 3 atm. absolutnych, który można rozprężyć wykonując pracę zewnętrzną i uzyskując zimno. Z przewodu 19 odbiera się azot pod ciśnieniem około 2 atm. absolutnych, który można również rozprężyć, z przewodu 12 odbiera się natomiast mieszaninę tlenu i azotu pod ciśnieniem atmosferycznym, o zawartości około 50%

tlenu, który ponownie pod ciśnieniem 3 atmosfer wraca przewodem 1 u dołu kolumny.

Zamiast odparowywać pod niskim ciśnieniem ciecz wzbogaconą w tlen, pobierany przewodem 10 i dodawany do cieczy, która płynie przewodem 17, można ją również bądź to odparować pod średnim ciśnieniem w wymienniku 4 lub innym, bądź też dodawać jej do cieczy rozprężonej w zaworze 8, pobierając z wymiennika 4 odpowiednią ilość pary.

Przykład II (fig. 2).

Mieszanina ciekłego tlenu i azotu zebrana w dole kolumny 2 przepływa przewodem 22 i rozpręża się aż do średniego ciśnienia w zaworze 23, po czym wchodzi w miejscu pośrednim do kolumny 14. Mieszaninę ciekłego tlenu i azotu wzbogaconą w tlen, zebraną na spodzie tej kolumny, wprowadza się do wymiennika ciepła 4 przewodem 24. Pary tworzące się z wymiennika 4 przechodzą do dolnej części kolumny 14 przewodem 9, podczas gdy ciecz nie odparowana wchodzi do wymiennika ciepła 5 przewodem 25 zaopatrzonym w zawór rozprężający 26. Z kolumny 2 odciąga się przewodem 20 część ciekłego azotu utworzonego w wymienniku 5 i rozpręża się go do średniego ciśnienia przy pomocy zaworu 21 i doprowadza do wierzchołka kolumny 14.

Sposób wykonania przedstawiony na fig. 2 nadaje się również do przeróbki gazu z pieców koksowych, uwolnionego od etylenu, a więc składającego się głównie z wodoru, azotu, tlenku węgla i metanu. Gaz ten można przyjąć za mieszaninę metanu i składnika bardziej lotnego niż metan. Mieszaninę gazową wprowadza się do kolumny 2 pod ciśnieniem około 15 atm. Ciecz zebrana na spodzie kolumny 2 składa się głównie z metanu oraz z tlenku węgla, azotu i nieco wodoru, podczas gdy ciecz odciągająca z kolumny przewodem 20 składa się po większej części z tlenku węgla, azotu i małej ilości wodoru. Przeciętne ciśnienie panujące w kolumnie 14 leży w pobliżu 5 atm. absolutnych. Ciecz zebrana na spodzie kolumny 14 składa się z metanu zawierającego jeszcze nieco tlenku węgla, pozbawionego jednak azotu i wodoru. Ta część cieczy, która nie ulega odparowaniu w wymienniku 4 jest jeszcze uboższa w tlenek węgla. Przewodem 12 odprowadza się więc metan zawierający nieco tlenku węgla. Przewodem 19 odbiera się mieszaninę tlenku węgla, azotu i nieco wodoru, pozbawioną jednak prawie metanu. Przewodem 13 odbiera się wodór zawierający jeszcze znaczną ilość azotu i tlenku węgla. Wodór ten ewentualnie można pozbawić tych domieszek znanymi sposobami.

Jak widać, wymiennik 4 i kolumna rektyfikacyjna 14 pozwalają na rozdzielanie mieszaniny zebranej na spodzie tej kolumny, na frakcję utworzoną głównie z metanu i frakcję pozbawioną tego gazu bez dodatkowego zużycia energii.

Przykład III (fig. 3).

Powietrze skroplone, które dochodzi przewodem 1 do dolnego końca kolumny 2 znajduje się pod ciśnieniem około 2,5 atm. absolutnych. Kolumna 2 zawiera dwa pośrednie wymienniki ciepła 4 i 30. Ciekła mieszanina tlenu i azotu zawierająca około 45% tlenu, wychodząca u podstawy kolumny 2 przewodem 7 rozpręża się w zaworze 8 do około 2 atm. absolutnych i częściowo zostaje odparowana w wymienniku 4. Część odparowana o ciśnieniu 2 atmosfer absolutnych uchodzi przewodem 9 do podstawy kolumny pomocniczej 14 i dostaje się do kolumny 39a o ciśnieniu około 1,1 atm. absolutnych połączonej termicznie z kolumną 14 poprzez wymiennik (skraplacz-parownik) 15. Część cieczy zasilającej wymiennik 4, a nie odparowana w tym wymienniku wychodzi z niego przewodem 28 i rozpręża się poprzez zawór 31 do ciśnienia panującego w kolumnie 39a, do której wchodzi nieco powyżej wymiennika 15. Ciecz wrzająca w tym wymienniku przechodzi do wymiennika 30 kolumny głównej przewodem 41, przez kolumnę pomocniczą 39b i przewodem 33. Część cieczy wprowadzonej do wymiennika 30, która zostaje tam odparowana, wraca do kolumny 39a przewodem 34 przez kolumnę 39b, w której oczyszcza ciecz spływającą, i przewodem 27. Część cieczy nieodparowana przechodzi do wymiennika 5 przewodem 35 zawierającym zawór rozprężający 36. Część ciekłego azotu, utworzonego w wymienniku 5 wprowadza się u szczytu do kolumny 39a przewodem 29 zaopatrzonym w zawór rozprężający 32. Podobnie, część cieczy bogatej w azot utworzonej w wymienniku 15 doprowadza się przewodem 37 zaopatrzonym w zawór 38 do kolumny 39a w pobliżu jej szczytu. Przewodem 12 odbiera się pod ciśnieniem około 0,6 atm. absolutnych, tj. pod ciśnieniem zmniejszonym, mieszaninę tlenu i azotu, zawierającą 75% tlenu. Przewodem 13 odpływa azot pod ciśnieniem $2\frac{1}{2}$ atm. absolutnych, który można rozprężyć, wytwarzając zimno. Przewodem 40 odbiera się azot pod ciśnieniem 1,1 atm. absolutnych.

Przykład IV (fig. 4).

W tym przykładzie stosuje się sposoby podane pod A (odparowanie szeregowo), B (odparowanie po rektyfikacji), C₂ (ozębienie przez zetknięcie pośrednie), D (zetknięcie wielokrotne) oraz kolumnę rektyfikacyjną niskiego ciśnienia, do

której doprowadza się na różnych poziomach mieszaninę cieczy i par, pochodzących z częściowego odparowania cieczy, która służyła do ochłodzenia przez zetknięcie pośrednie górnej części kolumny pomocniczej, jako też część cieczy otworzonej w górnej części kolumny pomocniczej i część cieczy lotnej utworzonej u szczytu kolumny wysokiego ciśnienia.

Górny wymiennik ciepła 5 kolumny wysokiego ciśnienia jest w tym przypadku równocześnie wymiennikiem ciepła kolumny rektyfikacyjnej 48 niskiego ciśnienia. Część ciekłego azotu utworzona w wymienniku 5 jest odprowadzona w znany sposób do szczytu kolumny 48 przewodem 42 posiadającym zawór rozprężający 43. Część ciekłego azotu utworzonego w wymienniku ciepła 15 wprowadza się przewodem 44, posiadającym zawór rozprężający 47 również do szczytu kolumny 48. Mieszaninę cieczy i par pochodzącą z częściowego odparowania ciekłej mieszaniny tlenu i azotu w wymienniku 15 wprowadza się do środkowej części kolumny 48 przewodem 18.

Kolumna pomocnicza 14 z fig. 4 poprzednich jest tu zastąpiona zespołem 2 kolumn 14a i 14b, działających pod tym samym ciśnieniem, znajdujących się w połączeniu termicznym poprzez wymiennik ciepły umieszczony w kolumnie. Ciecz pochodząca z kolumny 14a wprowadza się przewodem 52 do wymiennika 30, a ta część cieczy, która nie została w nim odparowana, przechodzi do kolumny 14b przewodem 49. Pary wytwarzające się w tej kolumnie wchodzi do kolumny 14a przewodami 50 i 51, przechodząc przez wymiennik 30 i zwiększając ilość par pozostających przy częściowym odparowaniu cieczy w wymienniku 30.

Jeżeli ilość cieczy, która wyparuje w wymienniku 5 jest wystarczająca, ażeby zapewnić zadawalającą rektyfikację u szczytu kolumny 2, to wymiennik 30 umieszcza się w pewnym odstępie od wymiennika 5, a nie bezpośrednio pod nim.

Przewodem 13 odbiera się azot gazowy pod ciśnieniem panującym w kolumnie 2, przewodem 45 — tlen czysty, a przewodem 46 — azot o ciśnieniu atmosferycznym.

W porównaniu ze zwykłym urządzeniem, to jest takim, które zawiera tylko dwie kolumny 2 i 48, w urządzeniu według fig. IV uzyskuje się przy tym samym wydatku energii albo większą ilość azotu, który można rozprężyć w celu wytwarzania zimna, bądź też większą ilość cieczy przemawiającej, a tym samym azotu o większej czystości, co zwiększa wydajność tlenu.

Odnosnie przykładu IV podano poniżej, w jaki sposób można połączyć czynność wytwarzania

zimna i wymiany ciepła pomiędzy doprowadzoną mieszaniną par i parami uchodzącymi w przypadku, gdy chodzi o rozdział mieszaniny par o niskiej temperaturze skraplania.

Przykład V (fig. 5). W przykładzie tym pracuje się według sposobu podanym pod E (szeregowo kolumny pomocnicze), B (odparowanie po rektyfikacji) i C_2 (oziębienie przez zetknięcie pośrednie): sposób B można jednak opuścić, a C_2 zastąpić C_1 (oziębienie przez zetknięcie bezpośrednie). Na fig. V przedstawiono również kolumnę rektyfikacyjną niskiego ciśnienia, można ją jednak opuścić.

Ciecz nieodparowana przy pierwszym zetknięciu pośrednim z parami podlegającymi rektyfikacji, przechodzi w drugiej kolumnie pomocniczej ten sam proces, jakiemu podlegała w kolumnie pierwszego średniego ciśnienia w pierwszej kolumnie pomocniczej.

Ciecz nieodparowana w wymienniku ciepła 4 rozpręża się w zaworze 26 do drugiego ciśnienia pośredniego, leżącego pomiędzy ciśnieniem panującym w tym wymienniku, a ciśnieniem niskim. Mieszanina cieczy i par wychodząc pod tym drugim, średnim ciśnieniem z górnego wymiennika ciepła 15 kolumny średniego ciśnienia 14 jest wprowadzana przewodem 55 do środkowej części drugiej kolumny pomocniczej 56, zawierającej górny wymiennik ciepła 57. Ciecz wzbogaconą w tlen, zebrany na spodzie tej kolumny, wprowadza się przewodem 58 do drugiego wymiennika ciepła 30, umieszczonego w kolumnie 2 ponad wymiennikiem 4. Pary wytwarzające się w wymienniku 30 wprowadza się z powrotem do dolnej części kolumny 56 przewodem 59, podczas gdy nieodparowana ciecz jest doprowadzona przewodem 60, zawierającą zawór rozprężający 61, do wymiennika ciepła 57. Część cieczy paruje przy niskim ciśnieniu panującym w tym wymienniku, a wytworzona mieszanina cieczy i par jest skierowywana przewodem 62 do środkowej części kolumny niskiego ciśnienia 48. Część ciekłego azotu, utworzona w wymienniku 57 kolumny 56 drugiego, średniego ciśnienia doprowadza się przewodem 53 przez zawór rozprężający 54 do szczytu kolumny niskiego ciśnienia 48.

Ciśnienia pośrednie mogą być obrane dowolnie. Przy pewnych ciśnieniach układ według fig. 5 nie pozwala na osiągnięcie czystego azotu u szczytu kolumn pomocniczych 14 i 56. W tym przypadku część cieczy utworzonej w wymienniku 15 odprowadza się do odpowiedniego miejsca jednej z kolumn 56 i 48 i tak samo część cieczy utworzonej w wymienniku 57 odprowadza

się w odpowiednie miejsce pośrednie kolumny 48.

Przykład VI (fig. 6). Urządzenie zawiera kolumnę 2 pod ciśnieniem około 5 atm. absolutnych, kolumnę 48 pod ciśnieniem atmosferycznym, wymieniającą ciepło z kolumną 2 za pomocą wymiennika ciepła 5 i kolumną pod ciśnieniem pośrednim 14, zawierającą wymiennik ciepła 15 i łączącą się z dolną swą częścią z pośrednim wymiennikiem ciepła 4, umieszczonym w kolumnie niskiego ciśnienia. Z kolumny wysokiego ciśnienia, w pobliżu jej szczytu, pobiera się ciepły azot, zawierający np. 0,4% argonu i wprowadza się go przewodem 67 przez zawór rozprężający 68 w środkową część kolumny średniego ciśnienia 14. Ciecz zebrana na dnie tej kolumny doprowadza się przewodem 24 do wymiennika ciepła 4, w którym częściowo odparowuje. Utworzone pary są przesyłane przewodem 9 z powrotem do dolnej części kolumny 14, podczas gdy nieodparowana ciecz przechodzi przewodem 25, zawierającym zawór rozprężający 26, w pobliżu szczytu do kolumny niskiego ciśnienia 48. Ciekła mieszanina tlenu i azotu, zebrana w dolnej części kolumny 2, przechodzi przewodem 6, rozpręża się w zaworze 16 do ciśnienia atmosferycznego i odparowuje częściowo w wymienniku 15, mieszanina zaś cieczy i par, wychodząca z tego wymiennika, jest doprowadzana przewodem 18 do kolumny niskiego ciśnienia 48. Ciekły azot, utworzony w wymienniku 5 i ciekły azot utworzony w wymienniku 15, jest pozbawiony w znacznym stopniu argonu. Część pierwszej z cieczy zostaje pobrana, przechodzi przewodem 42 i rozpręża się w zaworze 43, część drugiej cieczy przechodzi przewodem 44 i rozpręża się w zaworze 47, przy czym obie części wchodzą do szczytu kolumny niskiego ciśnienia 48. Ze szczytu tej kolumny pobiera się przewodem 46 gazowy azot pozbawiony argonu, który znajduje się całkowicie w tlenie odbieranym przewodem 45.

W podobny sposób jak opisano przy przykładach IV i V można doprowadzić ciekły azot rozprężony w zaworze 47 nie do samego szczytu kolumny 48, lecz poniżej.

Przykład VII (fig. 7). W pośrednie miejsce kolumny rektyfikacyjnej 2, będącej pod ciśnieniem i ogrzewanej w dolnej swej części parą wodną doprowadzoną przewodem 70, wprowadza się przewodem 1 pod ciśnieniem około 1,8 atm. mieszaninę alkoholu etylowego i wody w stanie ciekłym. Mieszaninę rozdziela się w kolumnie 2 na wodę, którą odprowadza się w stanie ciekłym z dołu kolumny przewodem 71 i na mieszaninę pary wodnej i pary alkoholu, którą skrapla się

w wierzchołku kolumny w wymiennikach ciepła 5 i 30. Część skroplonej mieszaniny odprowadza się z kolumny przewodem 6, rozpręża do około 1,4 atm. w zaworze 8 i wprowadza do środkowej części górnego odcinka 14a kolumny rektyfikacyjnej 14, podzielonej na dwa odcinki 14a i 14b przydzielone wymiennikiem ciepła 30. Kolumna 14 wymienia ciepło z kolumną 2 równocześnie za pomocą górnego wymiennika ciepła 15 ze środkowym odcinkiem kolumny 48, znajdującej pod ciśnieniem atmosferycznym, która w tym celu jest przedzielona na część górną 48a i część dolną 48b. Ciecz opadająca z części 48a wchodzi do wymiennika 15 przewodem 72, a ciecz, która nie ulotniła się w nim, jest doprowadzona do wierzchołka części 48b przewodem 73, podczas gdy pary znajdujące się w wierzchołku części 48b przechodzą do spodu części 48a przewodami 74 i 75, przechodząc przez wymiennik 15.

Część ciekłej mieszaniny alkoholu i wody, wzbogacona w alkohol skroplony w wymienniku 15, jest wprowadzona do części 48a przewodem 44 przez zawór rozprężający 47. Część 48a zawiera górny wymiennik ciepła 77, w którym skrapla się alkohol. Pobiera się z przewodu 69 część cieczy tworzącą końcowy wynik rektyfikacji. W wymienniku 77 odparowuje się pod ciśnieniem około 0,35 atm. absolutnych, tj. pod ciśnieniem zmniejszonym, wodę zebraną przewodem 25 i rozpręża się w zaworze 76. Utworzoną parę wodną z wymiennika 77 odprowadza się przewodem 78 i spręża sprężarką 79. Parę w ten sposób sprężoną doprowadza się do spodu kolumny 2 przewodem 70. Z dna kolumny 48 odprowadza się wodę przewodem 45.

Byłoby także możliwym obejść się bez wymiennika 77 i sprężać z powrotem bezpośrednio część pary alkoholowej, wychodzącej z górnej części kolumny 48 oraz skraplać ją w wymienniku umieszczonym pod kolumną 2 tak, by ogrzewała kolumnę. Sposób ten jednak miałby tę wadę, że powodowałby stratę pary alkoholowej.

Jak widać z powyższego, ogrzewanie kolumny 48 połączone z oziębieniem kolumny 2 wydaje się być niekorzystnym, jednakowoż ostateczny wynik jest, dzięki obecności kolumny pomocniczej 14, korzystny.

Przykład VIII (fig. 8). Ciekłą mieszaninę tlenu i azotu zebraną u dołu kolumny wysokiego ciśnienia 2 wprowadza się do środkowej części kolumny niskiego ciśnienia 48 przewodem 65 przez zawór rozprężający 66. Część ciekłego azotu, utworzona w wymienniku ciepła 5 doprowadza się do wierzchołka kolumny 48 przewodem 42 zaopatrzonym w zawór rozprężający 43. Druga część tego samego ciekłego azotu przechodzi

przewodem 63, rozpręża się do ciśnienia około 3 atm. w zaworze 64 i wyparowuje w pośrednim wymienniku ciepła 4. Wyparowany azot odbiera się przewodem 9. Można go rozprężyć przy wytworzeniu pracy zewnętrznej i zimna.

Do wymiennika ciepła 4 można też doprowadzić całą ilość ciekłego azotu pobranego z kolumny 2 i oddzielić część odparowaną w tym wymienniku od części nieodparowanej, którą doprowadza się wtedy do wierzchołka kolumny 48.

Podobnie w przykładzie I można by obejść się bez kolumny pomocniczej 14 i rozprężać bezpośrednio mieszaninę par utworzoną w wymienniku 4 bez uprzedniego rektyfikowania jej. Można by też skierować do wymiennika 4 całą ilość mieszaniny cieczy zebraną w dole kolumny 2, rozdzielić część nieodparowaną w wymienniku 4 od części odparowanej i odparować ją następnie w wymienniku 5. Jest również rzeczą możliwą doprowadzanie do wymiennika niskiego ciśnienia 5 całej ilości ciekłej mieszaniny zebranej w dole kolumny rektyfikacyjnej wysokiego ciśnienia 2, pobranie z wierzchołka tej kolumny części ciekłego składnika lotnego, utworzonego w wymienniku 5, rozprężenie go do średniego ciśnienia i wyparowanie w wymienniku 4. Te różne odmiany sposobu według wynalazku posiadają tę cechę znamionną, że ciecz pochodząca z kolumny wysokiego ciśnienia i rozprężona do średniego ciśnienia zostaje zetknięta pośrednio i wymienia ciepło z parami z tej kolumny, przy czym mieszanina par pochodzących z tej cieczy nie jest rektyfikowana.

Podobnie do sposobu, według którego rektyfikuje się mieszaninę par pod ciśnieniem pośrednim, wyżej wspomniane odmiany bez rektyfikacji wykazują korzyści niezależnie od tego, jakie są stosowane ciśnienia absolutne. Jeżeli np. wysokim ciśnieniem jest ciśnienie atmosferyczne, tak iż w celu uzyskania niskiego ciśnienia należy wytworzyć częściową próżnię, pary o pośrednim ciśnieniu na mniejsze podciśnienie, niż powinny mieć te pary niskiego ciśnienia, które są przez nich zastąpione. Odmiany wykonania sposobu można również urzeczywistnić, stosując kilka wymienników ciepła pośrednich. Ciśnienia, do jakiego rozpręża się ciecz są mniejsze, więc w każdym bezpośrednio wyższym wymienniku ciepła. W ten sposób zwiększa się energię stojącą do dyspozycji w poszczególnych stopniach parowania utworzonych przez różne wymienniki i w przypadku rozdzielenia mieszaniny par o niskiej temperaturze skroplenia, może służyć do wytwarzania zimna przez rozprężenie przy wytwarzaniu pracy zewnętrznej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób rektyfikacji ciekłych mieszanin na frakcje o różnej lotności przez wprowadzenie przerabianej mieszaniny do kolumny rektyfikacyjnej wysokiego ciśnienia, rozprężanie ciekłej mieszaniny z tej kolumny do niskiego ciśnienia; ewentualnie po przeprowadzeniu jej rektyfikacji w drugiej kolumnie za pomocą par pochodzących z jej odparowania, odparowanie jej przez wymianę ciepła z parami wzbogaconymi w składnik lotny i znajdującymi się u szczytu kolumny wysokiego ciśnienia tak, by równocześnie spowodować częściowe skroplenie par, po czym cieczą tak otrzymaną przemywa się pary w tej kolumnie, znamienny tym, że ciekłą mieszaninę odchodzącą przewodem (3) z kolumny wysokiego ciśnienia (2) rozpręża się do ciśnienia pośredniego w zaworze (8) i doprowadza do zetknięcia pośredniego w wymienniku (4) z wymianą ciepła z parami wchodzącymi do kolumny tak, by równocześnie spowodować częściowe lub całkowite odparowanie mieszaniny ciekłej i częściowe skroplenie tych par, po czym pary pochodzące z tego odparowania rektyfikuje się w pomocniczej kolumnie (14) oziębianej na górnym końcu w wymienniku (5) przez zetknięcie bezpośrednie albo pośrednie z cieczą pochodzącą z rozdzielanej mieszaniny.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że gdy najmniejsza ilość cieczy przepływającej potrzebna do zatrzymania możliwie największej ilości składnika lotnego, wzrasta od góry ku dołowi w pewnym obszarze kolumny wysokiego albo niskiego ciśnienia, to cieczą tą poddaje się zetknięciu bezpośredniemu w tym obszarze z parami rektyfikowanymi, które ulegają przy tym skroplaniu.
3. Odmiana sposobu według zastrz. 2, znamienny tym, że gdy najmniejsza ilość cieczy przepływającej potrzebnej do zatrzymania możliwie największej ilości składnika mało lotnego zmniejsza się od góry ku dołowi w pewnym obszarze kolumny (2) wysokiego albo niskiego ciśnienia (48), to ciecz tę poddaje się zetknięciu pośredniemu w tym obszarze z cieczą rektyfikowaną w tej kolumnie, przy czym ciecz ta ulega częściowemu odparowaniu.
4. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że rozdzielaną mieszaninę wprowadza się w stanie pary do dolnego końca kolumny rektyfikacyjnej (2) wysokiego ciśnienia, a ciekłą mieszaninę wychodzącą z dołu ko-
- lumnny wysokiego ciśnienia odparowuje się pod ciśnieniem pośrednim w wymienniku (4).
5. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że rozdzielaną mieszaninę wprowadza się przewodem (1) w stanie ciekłym do środkowej części kolumny wysokiego ciśnienia (2), przy czym otrzymuje się ciekłą mieszaninę odparowaną przy ciśnieniu pośrednim w wymienniku (4) i wytwarzaną przez skroplenie w wymienniku (5) części par ze szczytu kolumny wysokiego ciśnienia (2).
6. Sposób według zastrz. 1 — 5, znamienny tym, że ciecz rozprężona pod średnim ciśnieniem zostaje tylko częściowo odparowana w wymienniku (4) pod tym ciśnieniem przy wymianie ciepła z parami wchodzącymi do kolumny, a nie odparowana część cieczy zostaje rozprężona w zaworze (26) do niskiego ciśnienia tworząc ciecz, która zostaje odparowana w wymienniku ciepła (5) przy wymianie ciepła z obecnymi u szczytu kolumny parami.
7. Sposób według zastrz. 1 — 6, znamienny tym, że ciecz wypływająca z kolumny wysokiego ciśnienia przewodem (22) i rozprężona do średniego ciśnienia w zaworze (23) zasila kolumnę pomocniczą (14) i poddaną zostaje dalszej rektyfikacji w kolumnie pomocniczej, w której poddaje się ją zetknięciu pośredniemu i wymianie ciepła w wymienniku (4) z parami wchodzącymi do kolumny (2) o wysokim ciśnieniu, a pary powstałe przy odparowaniu cieczy przy zetknięciu pośrednim są rektyfikowane w kolumnie pomocniczej przez zetknięcie bezpośrednie z cieczą zasilającą kolumnę pomocniczą.
8. Sposób według zastrz. 1 — 7 znamienny tym, że górny koniec kolumny pomocniczej (14) oziębia się przez zetknięcie pośrednie w wymienniku (15) z tą częścią cieczy o pośrednim ciśnieniu, która nie została odparowywana przez zetknięcie pośrednie w wymienniku (4) z parami utworzonymi w czasie przebiegu procesu.
9. Sposób według zastrz. 2 i 6 — 8, znamienny tym, że część cieczy pośredniego ciśnienia, która nie została odparowana w wymienniku (4) przez zetknięcie pośrednie z parami rektyfikowanymi, rozpręża się w zaworze (26) do drugiego pośredniego ciśnienia niższego od pierwszego, odparowuje się przez poddanie powtórnie zetknięciu pośredniemu w wymienniku (30) z parami rektyfikowanymi, lecz pobranymi z kolumny na poziomie wyższym od poziomu, na którym nastąpiło pierwsze zetknięcie pośrednie, a pary pocho-

- dzące z jej odparowania z kolei rektyfikuje się w drugiej kolumnie pomocniczej.
10. Sposób według zastrz. 9, znamieny tym, że ciecz nie odparowana przy pierwszym zetknięciu pośrednim z parami rektyfikowanymi poddaje się w drugiej kolumnie pomocniczej tej samej obróbce, jakiej podlega ciecz o pierwszym pośrednim ciśnieniu w pierwszej kolumnie pomocniczej.
 11. Sposób według zastrz. 9, znamieny tym, że druga kolumna pomocnicza (39a) wymienia ciepło z pierwszą kolumną pomocniczą (14) przy pomocy wymiennika ciepła i jest zasilana na różnych poziomach najpierw częścią cieczy, która nie została odparowana przy pierwszym pośrednim zetknięciem z parami wchodzącymi do głównej kolumny rektyfikacyjnej, a następnie częścią cieczy utworzonej w wymienniku ciepła pierwszej kolumny pomocniczej.
 12. Sposób według zastrz. 11, znamieny tym, że ciecz, która opuszcza drugą kolumnę pomocniczą (56) przewodem (58) i odparowywana przez zetknięcie pośrednie w wymienniku (30) z parami rektyfikowanymi wysokiego ciśnienia w kolumnie (2), jest rektyfikowana za pomocą par pochodzących z jej odparowania.
 13. Sposób według zastrz. 2, 7—10, znamieny tym, że do kolumny rektyfikacyjnej niskiego ciśnienia (48) wprowadza się na różnych poziomach mieszaninę cieczy i par pochodzących z częściowego odparowania cieczy, która służyła do ochłodzenia przez zetknięcie pośrednie w wymienniku (15) górnego końca kolumny pomocniczej, część cieczy utworzonej na górnym końcu kolumny pomocniczej i część cieczy lotnej utworzonej w wierzchołku kolumny wysokiego ciśnienia.
 14. Sposób według zastrz. 2 i 7, znamieny tym, że kolumna wysokiego ciśnienia (2) łączy się poprzez wymiennik ciepła (5) z kolumną niskiego ciśnienia (48), a zetknięcie pośrednie par rektyfikowanych i cieczy pośredniego ciśnienia następuje w wymienniku (4) w kolumnie niskiego ciśnienia, kolumna pomocnicza (14) jest zasilana cieczą odciganą przewodem (67) ze środka kolumny wysokiego ciśnienia i chłodzona u szczytu przez pośrednie zetknięcie w wymienniku (15) z cieczą odciganą u dołu kolumny wysokiego ciśnienia przewodem (6) i rozprężana do niskiego ciśnienia w zaworze (16), a ciecz ta, częściowo odparowana, zostaje następnie doprowadzana przewodem (18) do kolumny niskiego ciśnienia.
 15. Sposób według zastrz. 3 i 5, znamieny tym, że kolumna wysokiego ciśnienia (2) łączy się poprzez wymiennik ciepła (5) z kolumną niskiego ciśnienia (48), mieszanina ciepla uchodząca z kolumny wysokiego ciśnienia i rozprężona do pośredniego ciśnienia w zaworze (8) ulega zetknięciu pośredniemu w wymienniku (30) z parami wchodzącymi w kolumnie wysokiego ciśnienia, kolumna pomocnicza (14a) ochładzana jest u szczytu w wymienniku (15) na skutek wymiany ciepła z cieczą pochodzącą z kolumny niskiego ciśnienia, część cieczy skroploną u szczytu kolumny pomocniczej rozpręża się w zaworze (47) i zasila przewodem (44) kolumnę niskiego ciśnienia.
 16. Sposób według zastrz. 1—15, znamieny tym, że ciecz albo pary o ciśnieniu pośrednim poddaje się zetknięciu pośrednio i wymianie ciepła z parami lub cieczą z kolumny wysokiego albo niskiego ciśnienia, przynajmniej w dwóch miejscach o różnych poziomach w wymiennikach (4) i (30) (fig. 5).
 17. Odmiana sposobu według zastrz. 2, znamienna tym, że stosuje się pierwszą kolumnę rektyfikacyjną wysokiego ciśnienia, u podstawy której odciąga się ciecz do zasilania drugiej kolumny rektyfikacyjnej niskiego ciśnienia, przy czym obydwie kolumny są połączone za pomocą wspólnego urządzenia działającego jako wymiennik ciepła w kolumnie wysokiego ciśnienia i w kolumnie niskiego ciśnienia, przy czym odciąga się część cieczy wzbogaconą w niski wrzący składnik znajdujący się u szczytu kolumny wysokiego ciśnienia, rozpręża ciecz do pośredniego ciśnienia i zamienia w parę przez zetknięcie pośrednie z parami wewnątrz kolumny rektyfikacyjnej niskiego ciśnienia.
 18. Odmiana sposobu według zastrz. 2 i 4, znamienna tym, że ciecz pochodząca z kolumny wysokiego ciśnienia, która została rozprężona do ciśnienia pośredniego, poddaje się zetknięciu pośrednio, i wymianie ciepła z parami rektyfikowanymi w tej kolumnie, przy czym mieszaninę par pochodzącą z odparowania tej cieczy nie poddaje się rektyfikacji.

L'Air Liquide Société Anonyme
pour l'Etude et l'Exploitation des
Procédés Georges Claude
Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

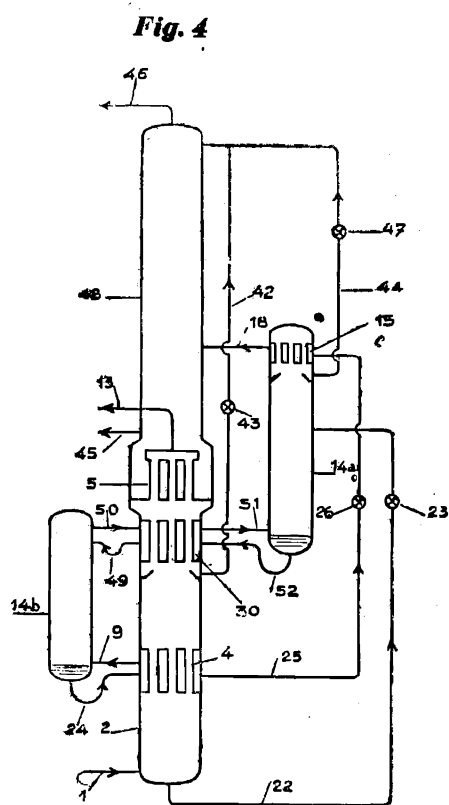
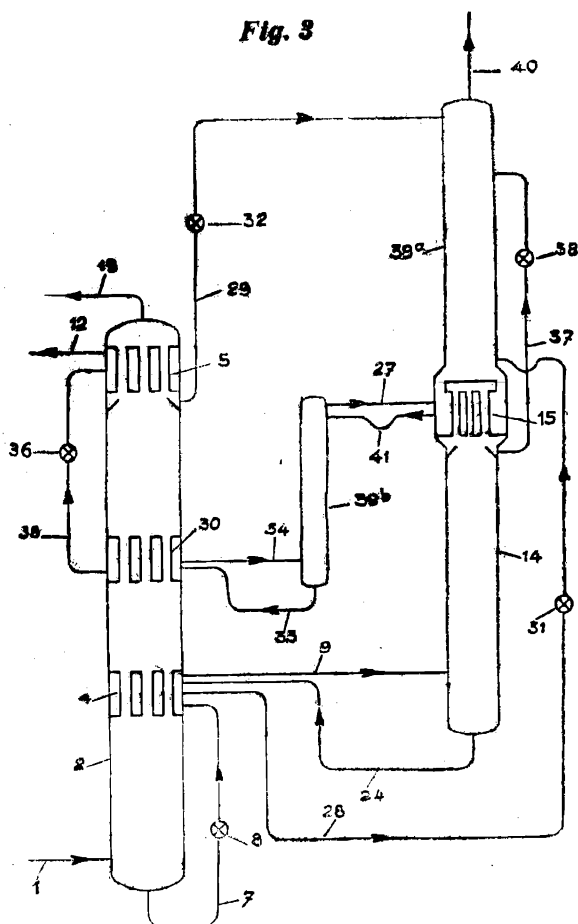
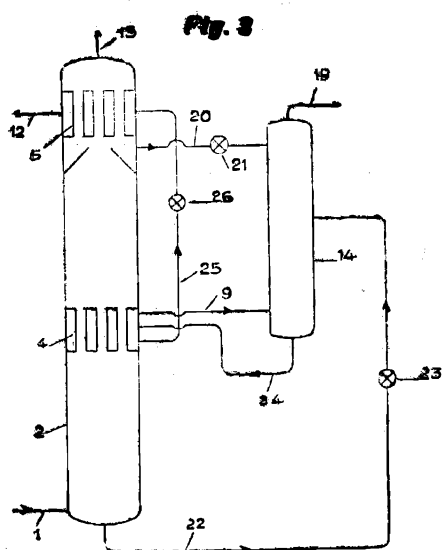
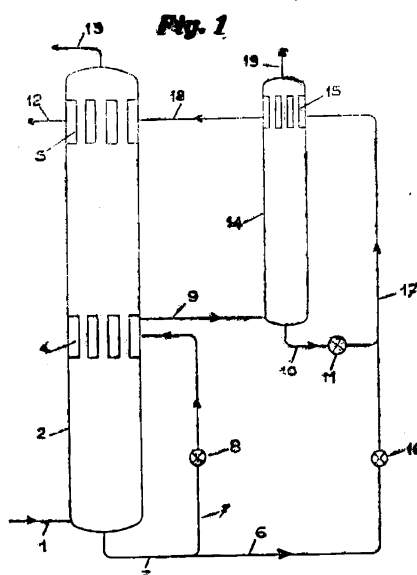


Fig. 5

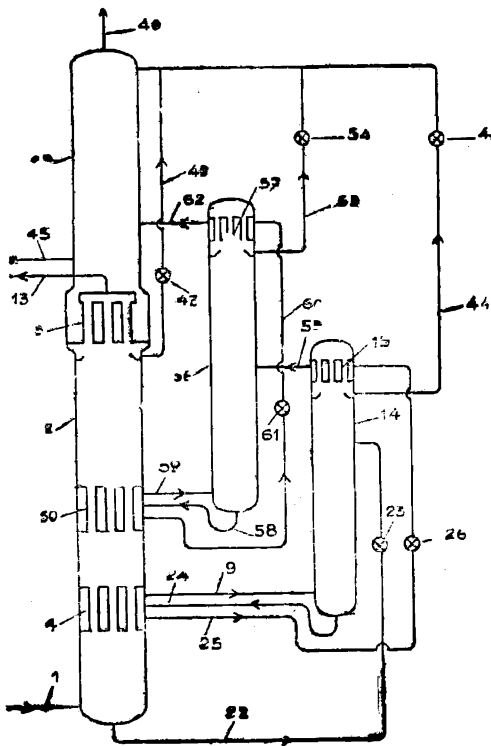


Fig. 6

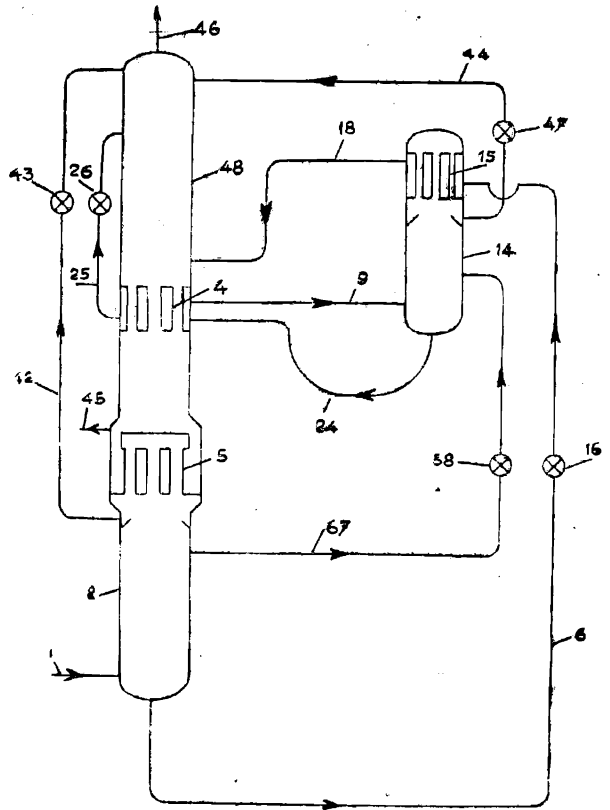


Fig. 7

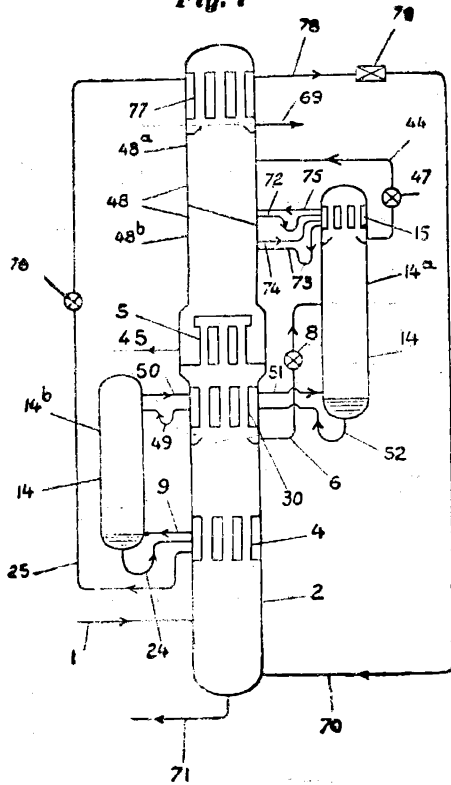
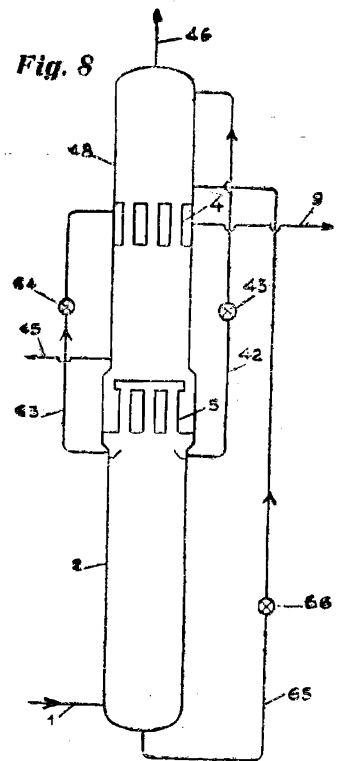


Fig. 8



BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej