



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208892

(11)

B1

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 29 10 79
(21) PV 7326 -79

(51) Int. Cl.³ F 25 J 3/02

(40) Zveřejněno 30 01 81
(45) Vydáno 16 11 83

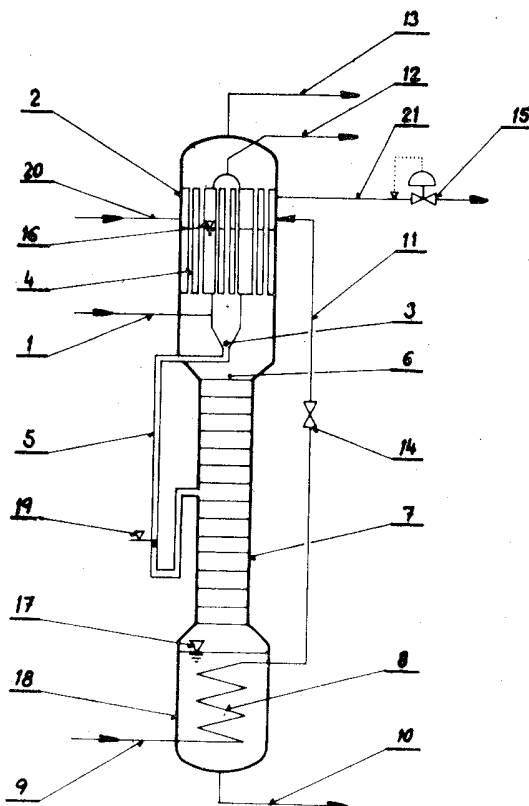
(75)

Autor vynálezu SÝKORA JIŘÍ ing. CSc, DĚČÍN

(54) Způsob čištění dooxidovaného argonu a argonová kolona k provádění tohoto způsobu

Způsob čištění deoxidovaného argonu a argonová kolona k provádění tohoto způsobu. Účelem vynálezu je snížení spotřeby vodíku při deoxidaci surového argonu a zlepšení přestupu tepla v argonové koloně.

Tohoto účelu je dosaženo tím, že surový argon je po ochlazení parciálně kondenzován kapalným dusíkem, který současně zabezpečuje reflux v argonové koloně a po odvedení nezkondenzovaných plynů je surový argon dělen rektifikační v argonové koloně. Argonová kolona má v deflegmátoru na straně kondenzace vytvořeny dva prostory tak, že v jednom dochází k parciální kondenzaci surového argonu a v druhém ke kondenzaci argonu, který je v koloně rektifikován.



Vynález se týká způsobu čištění surového argonu, který byl získán nízkoteplotním dělením vzduchu a zbaven kyslíku katalytickou deoxidací vodíkem a pak vysušen, dělením za nízkých teplot a zařízení k provádění tohoto způsobu.

Dle dosavadních známých způsobů čištění surového argonu je surový vysušený argon po ochlazení blízko meze sytosti částečně zkapalňován ve vařáku argonové kolony na úkor varu čistého kapalného argonu. Odfuk obsahující většinu vodíku je vyváděn z procesu a může být recirkulován před katalytickou deoxidací, zatímco zkapalněný surový argon je přiváděn do střední části argonové kolony, kde je dělen rektifikací. Reflux v argonové koloně je zajišťován na úkor varu kapalného dusíku v deflegmátoru argonové kolony, zatímco ve vařáku argonové kolony vře čistý kapalný argon na úkor kondenzace surového argonu. Aby bylo zajištěno dostatečné množství odpařeného argonu ve vařáku argonové kolony za všech provozních režimů, je potřebné ve vařáku kondenzovat mimo surový argon i ve zvláštním topném hadu plynný tlakový dusík. Tento způsob čištění surového argonu má však některé nevýhody. Především deflegmace surového argonu je prováděna při teplotě varu čistého kapalného argonu při tlaku argonové kolony, tj. při 91 až 95 K, což je teplota poměrně vysoká k tomu, aby došlo k dokonalému odloučení vodíkové frakce. Rozdělovací koeficient pro směs H_2 -Ar při daném tlaku roste s klesající teplotou. Navíc z hlediska regulace je nutné regulovat hladiny kondenzujících medií ve vařáku argonové kolony. Dle jiných způsobů čištění surového argonu je surový argon po ochlazení blízko meze sytosti, nebo po zkapalnění přiváděn do střední části argonové kolony, kde je dělen rektifikací na čistý argon shromažďující se ve vařáku, zatímco z deflegmátoru argonové kolony je odpouštěna vodíková frakce. Reflux v koloně je zajišťován na úkor varu kapalného dusíku a var čistého argonu ve vařáku na úkor kondenzace tlakového plynného dusíku. Při tomto způsobu však z deflegmátoru argonové kolony odváděná vodíková frakce obsahuje kromě vodíku i dusík a argon. Hlavní nevýhoda tohoto způsobu je v tom, že tato frakce nemůže být zpětně cirkulována před katalytickou deoxidací, neb obsahuje dusík, který by se v argonové koloně hromadil. Obsah vodíku v deflegmátoru argonové kolony také zhoršuje přestup tepla a v důsledku toho je zapotřebí velká teplosměnná plocha.

Výše uvedené nevýhody jsou odstraněny způsobem čištění surového deoxidovaného suchého argonu nízkoteplotním dělením podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že surový argon je po ochlazení parciálně kondenzován na úkor varu kapalného dusíku, který současně zajišťuje tvorbu refluxu v argonové koloně, načež jsou nezkondenzované plyny, obsahující většinu vodíku, vyváděny z procesu a zkapalněný surový argon obsahující dusík je dále dělen rektifikací v argonové koloně, do jejíž střední části je zaváděn, na čistý argon shromažďující se ve vařáku argonové kolony a na dusíkovou frakci vyváděnou z deflegmátoru. Způsob čištění surového argonu může být také charakterizován tím, že surový argon je do argonové kolony přiváděn přes hydraulický uzávěr, tvořený zkapalněným surovým argonem. Argonová kolona k realizaci způsobu čištění surového argonu dle vynálezu sestává především z vařáku, deflegmátoru a patrové vestavby a její podstata spočívá v tom, že v deflegmátoru jsou na straně kondenzace vytvořeny dva samostatné prostory, z nichž jeden je přímo spojen s prostorem nad nejvyšším rektifikačním patrem, zatímco z druhého prostoru je z horní čás-

ti odvod nezkondenzovaných plynů a do spodní části tohoto prostoru je veden přívod surového argonu a dále je tento prostor propojen potrubím s prostorem mezi rektifikačními patry ve střední části argonové kolony.

Hlavní výhoda čištění surového argonu dle vynálezu je v tom, že parciální kondenzace surového argonu probíhá na úrovni teplot kapalného dusíku, vroucího při tlaku 0,14 - 0,18 MPa, což umožňuje ze surového argonu zpětně získat většinu vodíku, který obsahuje a znovu jej použít pro katalytickou deoxidaci. Oddělení prostoru kondenzace surového argonu v deflegmátoru od prostoru patrové vestavby hydraulickým uzávěrem umožňuje automaticky udržovat v prostoru parciální kondenzace surového argonu vyšší tlak oproti tlaku v prostoru patrové vestavby argonové kolony o hodnotu danou výší hydraulického uzávěru. Nejsou přitom zapotřebí žádné další regulační orgány pro regulaci průtoku zkapalněného plynu.

Příkladné řešení způsobu čištění surového argonu dle vynálezu je zřejmé z obr. 1, kde je zjednodušeně zakreslena argonová kolona k produkci kapalného čistého argonu s obsahem nečistot menším než 10 ppm.

Argonová kolona je umístěna v zařízení na dělení vzduchu a je s ním příslušným potrubím propojena. Surový argon z procesu dělení vzduchu, zbavený katalytickou deoxidací kyslíku a sušením vzniklé vody obsahuje kromě argonu pouze vodík (1 - 3% H_2) a dusík (1 - 5% N_2). Komprimovaný surový argon o tlaku 0,3 až 0,25 MPa je ochlazován blízko meze sytosti a je veden potrubím 1 do deflegmátoru 2 argonové kolony do prostoru 3. Prostor 3 je vytvořen uvnitř trubek a kondenzace surového argonu zde probíhá na úkor varu kapalného dusíku v mezitrubkovém prostoru. Kapalný dusík je do něj přiváděn jednak potrubím 20 z dolní tlakové kolony zařízení na dělení vzduchu a jednak z vařáku 18 argonové kolony potrubím 11. Kapalný dusík v mezitrubkovém prostoru deflegmátoru vře při tlaku 0,15 - 0,2 MPa a odpařený dusík je odváděn potrubím 21. Aby byla zajištěna konstantní teplota vroucího dusíku je regulován tlak dusíku regulačním ventilem 15. Nezkondenzované plyny z prostoru 3, které obsahují většinu vodíku, jsou odváděny s deflegmátoru 2 argonové kolony potrubím 12 z víka, kde se shromažďují.

Vzhledem k tomu, že tyto nezkondenzované plyny obsahují vysoké procento vodíku, je možné je cirkulovat zpět před katalytickou deoxidací. Zkondenzovaný surový argon obsahující argon, dusík a již pouze stopy vodíku je odváděn z prostoru 3 potrubím 5 do střední části patrové vestavby 7 argonové kolony. Zkapalněný surový argon probíhá přes hydraulický uzávěr utvořený z potrubí 5. Rozdíl výšky hladiny 19 vůči vstupu potrubí 5 do trubkové vestavby 7 je určen rozdílem tlaku kondenzujícího surového argonu v trubkovém prostoru 3 deflegmátoru 2 a tlaku v patrové vestavbě 7 argonové kolony. Surový kapalný argon stéká po patrech patrové vestavby 7, přičemž je zbavován všech výše vroucích složek, tj. dusíku i stop vodíku. Čistý kapalný argon se shromažďuje ve vařáku 18 argonové kolony, odkud je odpouštěn potrubím 10. Hladina kapalného argonu 17 je zřejmá z obrázku. Var čistého argonu ve vařáku 18 argonové kolony se uskutečňuje na úkor kondenzace tlakového plynného dusíku, který je do topného hadu 8 přiváděn potrubím 9. Dusík o tlaku cca 0,6 MPa je přiváděn z tlakové kolony zařízení na dělení vzduchu. Zkapalněný dusík je pak veden do deflegmáto-

ru 2 potrubím 11, přičemž je jeho průtok regulován ventilem 14. Páry argonu stoupají s vařákem 18 a na patrové vestavbě 7 se postupně obohacují dusíkem. Prostor nad posledním patrem 6 je přímo spojen s trubkovým prostorem 4 deflegmátoru 2. Surový argon obohacený dusíkem kondenzuje na úkor varu dusíku a tvoří tak reflux v argonové koloně. Z klenutého dna tvořícího víko deflegmátoru 2 jsou odváděny odfuky obsahující 20 - 50% N_2 se stopami vodíku. Vzhledem k tomu, že dochází k oddělování vodíku v prostoru 3 deflegmátoru 2 při teplotě 82 - 85 K je rozpustnost vodíku v kapalně fázi nízká a v patrové vestavbě 7 dochází prakticky k rektifikaci dvousložkové směsi argon-dusík. Potrubím 20 je do deflegmátoru 2 případně přiváděn kapalný dusík z tlakové kolony zařízení na dělení vzduchu k vyrovnání poměrů v rektifikační koloně. Jiné příkladné řešení způsobu dle vynálezu může být takové, že v prostoru 3 je udržován vyšší tlak regulační armaturou, která je na potrubí 5 vedoucí z kondenzovaný kapalný argon do střední části patrové vestavby 7.

Hlavní výhoda nízkoteplotního čištění deoxidovaného surového argonu dle vynálezu tkví v tom, že je možné jednoduchým způsobem vyrábět čistý argon o velmi vysoké čistotě a přitom zpětně využívat vodíkovou frakci k deoxidaci. Lze přitom zpětně vracet vysoké procento vodíku vcházejícího do procesu díky tomu, že deflegmace surového argonu je prováděna kapalným dusíkem. Zařízení k realizaci způsobu je jednoduché a umožňuje celý proces automaticky regulovat s minimálním nasazením nákladných regulačních přístrojů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob čištění katalyticky deoxidovaného surového argonu nízkoteplotním dělením, vyznačující se tím, že surový argon je po ochlazení parciálně kondenzován na úkor varu kapalného dusíku, který současně zajišťuje tvorbu refluxu v argonové koloně, načež nezkondenzované plyny obsahující většinu vodíku jsou vyváděny z procesu a z kondenzovaný surový argon obsahující dusík je dále dělen rektifikací v argonové koloně, do jejíž střední části je zaváděn, na čistý argon shromažďující se ve vařáku argonové kolony a na dusíkovou frakci vyváděnou z deflegmátoru.
2. Způsob čištění podle bodu 1, vyznačující se tím, že kapalný surový argon je do argonové kolony přiváděn přes hydraulický uzávěr tvořený zkapalněným surovým argonem.
3. Argonová kolona k provádění způsobu dle bodu 1 a 2 sestávající především z deflegmátoru, vařáku a patrové vestavby, vyznačující se tím, že v deflegmátoru (2) jsou na straně kondenzace vytvořeny dva samostatné prostory (3), (4), z nichž jeden (4) je přímo spojen s prostorem nad nejvyšším rektifikačním patrem (6), zatímco z druhého prostoru (3) je v jeho horní části uspořádan odběr nezkondenzovaných plynů a do spodní části je přívod surového argonu a dále je ve spodu propojen potrubím (5) s prostorem mezi rektifikačními patry ve střední části patrové vestavby (7) argonové kolony.

