



Es wird ein Verfahren zum Abtrennen unerwünschter Komponenten, wie beispielsweise Stickstoff, Sauerstoff, Wasserstoff und/oder Neon, aus einem unerwünschte Komponenten enthaltenden Helium-Strom, beschrieben, wobei dieser gegen ein Kältemedium zunächst bis auf eine Temperatur, die maximal 8 K über dem Gefrierpunkt der unerwünschten Komponente bzw. im Falle mehrerer unerwünschter Komponenten bis auf eine Temperatur, die maximal 8 K über dem höchsten Gefrierpunkt der unerwünschten Komponenten liegt, abgekühlt (1. Abkühlschritt) und die dabei kondensierende(n) unerwünschte(n) Komponente(n) aus dem Helium-Strom abgetrennt wird bzw. werden, und wobei der Helium-Strom anschließend weiter abgekühlt wird (2. Abkühlschritt), so dass die unerwünschte(n) Komponente(n) ausfrieren, und wobei die Menge und/oder die Zusammensetzung des oder der für den 1. und/oder 2. Abkühlschritt verwendeten Kältemediums bzw. Kältemedien regelbar sind. Erfindungsgemäß wird der Helium-Strom nach dem 2. Abkühlschritt einem der Abtrennung von Wasserstoff und/oder Neon dienenden Adsorptionsprozess unterworfen.

BeschreibungVerfahren zum Abtrennen unerwünschter Komponenten aus einem Helium-Strom

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Abtrennen unerwünschter Komponenten, wie beispielsweise Stickstoff, Sauerstoff, Wasserstoff und/oder Neon, aus einem unerwünschte Komponenten enthaltenden Helium-Strom, wobei dieser gegen ein Kältemedium zunächst bis auf eine Temperatur, die maximal 8 K über dem Gefrierpunkt der unerwünschten Komponente bzw. im Falle mehrerer unerwünschter Komponenten bis auf eine Temperatur, die maximal 8 K über dem höchsten Gefrierpunkt der unerwünschten Komponenten liegt, abgekühlt (1. Abkühlschritt) und die dabei kondensierende(n) unerwünschte(n) Komponente(n) aus dem Helium-Strom abgetrennt wird bzw. werden, und wobei der Helium-Strom anschließend weiter abgekühlt wird (2. Abkühlschritt), so dass die unerwünschte(n) Komponente(n) ausfrieren, und wobei die Menge und/oder die Zusammensetzung des oder der für den 1. und/oder 2. Abkühlschritt verwendeten Kältemediums bzw. Kältemedien regelbar sind.

Gattungsgemäße Verfahren werden beispielsweise in sog. Helium-Ausfrier-Prozessen realisiert. Die abzutrennenden unerwünschten Komponenten sind üblicherweise Stickstoff, Sauerstoff und Argon. Ein gattungsgemäßes Verfahren ist bspw. in der DE-A 102008053846 offenbart.

Bei der darin beanspruchten Verfahrensweise wird ein unerwünschte Komponenten enthaltender Helium-Strom zunächst einem ersten Abkühlschritt, dem sog. Kondensator, zugeführt. In diesem wird der Helium-Strom gegen ein geeignetes Kältemedium, bspw. einen Helium- oder Helium-reichen Strom bis auf eine Temperatur, die maximal 8 K über dem Gefrierpunkt der unerwünschten Komponente bzw. im Falle mehrere unerwünschter Komponenten bis auf eine Temperatur, die maximal 8 K über dem höchsten Gefrierpunkt dieser unerwünschten Komponenten liegt, abgekühlt. Bis zu einer gewissen Konzentration und Temperatur kondensieren die unerwünschten Verunreinigungen nunmehr in dem oder den Wärmetauschern des Kondensators. Die kondensierten Komponenten werden aus dem Helium-Strom abgezogen und verworfen. Hierzu ist im Regelfall ein Kondensat-Sammelbehälter vorgesehen. Das in ihm gesammelte Kondensat kann verworfen und/oder zur Kühlung

des Helium-Verflüssigungsprozesses verwendet werden. In einem zweiten Abkühlschritt, dem sog. Ausfrierer, wird der vorgekühlte Helium-Strom anschließend soweit abgekühlt, dass die verbliebenen unerwünschten Komponenten ausfrieren. Die ausfrierenden Komponenten verstopfen jedoch mit der Zeit den Ausfrierer. Es ist daher
5 erforderlich, den verlegten Wärmetauscher von Zeit zu Zeit anzuwärmen, wodurch die ausgefrorenen Komponenten abschmelzen. Diese werden dabei ebenfalls gesammelt und aus dem Prozess entfernt. Bevor das Verfahren anschließend erneut in Betrieb gehen kann, ist ein erneutes Abkühlen der Wärmetauscher auf Betriebstemperatur erforderlich. Der derart gereinigte Helium-Strom wird anschließend seiner weiteren
10 Verwendung, wie beispielsweise einer Verflüssigung, zugeführt. Das für die beiden vorbeschriebenen Abkühlschritte erforderliche Kältemedium wird im Gegenstrom zu dem abzukühlenden Helium-Strom geführt. Gemäß der Lehre der DE-A 102008053846 sind Menge und/oder Zusammensetzung des oder der für den 1. und/oder 2. Abkühlschritt verwendeten Kältemediums bzw. Kältemedien regelbar, so dass sie an
15 die jeweils aktuellen Bedingungen, wie Zusammensetzung des Helium-Stroms, Temperatur, Druck, etc., angepasst werden können. Dadurch wird eine individuelle Regelung der beiden Abkühlschritte ermöglicht. In Abhängigkeit von der Temperatur und/oder der Zusammensetzung des zu reinigenden Helium-Stromes können somit Menge und/oder Zusammensetzung des oder der für den ersten und/oder zweiten
20 Abkühlschritt verwendeten Kältemediums bzw. Kältemedien optimal eingestellt werden.

Seit der kürzlich erfolgten Erschließung neuer Heliumquellen in Algerien und Katar ist der Fachmann mit größeren Schwankungen des Neon- und Wasserstoffgehalts der aus diesen Quellen stammenden Helium-Strömen konfrontiert. Bei einem längeren
25 Verflüssigerbetrieb besteht daher die Gefahr, dass die vorgenannten Verunreinigungen in den eigentlichen Verflüssigungsprozess gelangen. Dort werden sie im vorzusehenden Neon-Adsorber aufgefangen, damit sie nicht in den nachgeschalteten Dewar bzw. das nachgeschaltete Experiment gelangen. Nichtindustrielle Heliumverflüssiger werden üblicherweise in regelmäßigen Abständen – beispielsweise
30 über das Wochenende – abgeschaltet. Dies hat zur Folge, dass sich die im Betrieb kalte Innenverrohrung des Verflüssigers im Stillstand kontinuierlich aufwärmt und der Druck ansteigt. Unterhalb einer bestimmten Temperatur kann das Helium bis zu einem vordefinierten Druck in den vorzusehenden sog. „warmen“ Speicher abgeführt werden. Bei einer weiteren Anwärmung desorbieren die vorgenannten Verunreinigungen und
35 werden zusammen mit dem Helium zurück in das Rückgewinnungssystem des

Verflüssigers gedrückt, von dem aus sie wiederum in den Helium-Einsatzstrom gelangen. Es verbleiben jedoch darüber hinaus wesentliche Anteile des während des Verflüssigungsbetriebes angereicherten Neons und Wasserstoffs im Hauptkältekreis, so dass es zu einer Anreicherung dieser Komponenten kommt. Bei der

5 Wiederinbetriebnahme des Verflüssigungsprozesses kann nicht verhindert werden, dass beim Ankoppeln des Dewars bzw. Experiments zumindest ein Teil dieser Verunreinigungen in den Dewar bzw. zum Experiment gelangen, bevor der Neon-Adsorber erneut seine optimale Betriebstemperatur und damit Funktion erreicht.

10 Die vorgenannten Probleme können durch parallel angeordnete, absperrbare und alternierend betriebene Neon-Adsorber vermieden werden. Jedoch ist diese Lösung vergleichsweise kostenintensiv und kommt deshalb bei nichtindustriellen Heliumverflüssigern üblicherweise nicht zur Anwendung. Stattdessen wird die Verflüssigungsanlage mit sauberem Helium rückgespült, wobei das hierfür verwendete
15 Helium durch Rückverdampfen aus dem Flüssighelium-Dewar bereitgestellt wird. Es ist offensichtlich, dass diese Verfahrensweise aus energetischer Sicht sehr ineffizient ist. Hinzu kommt, dass aufgrund der üblicherweise geringen Druckfestigkeit des Dewars der Spülgasmassenstrom limitiert und folglich das qualitative Ergebnis ungewiss ist.

20 Insbesondere Wasserstoff verteilt sich aufgrund seiner mit Helium vergleichbaren geringen Dichte im flüssigen und festen Zustand gleichmäßig im verflüssigten Helium; ein Teil des Wasserstoffs wird auch darin gelöst. Alle anderen Verunreinigungen weisen eine deutlich höhere Dichte als Helium auf und sinken folglich im Flüssighelium zu Boden. Beim Umfüllen in mobile Dewars und von diesen in einen Behälter am
25 Zielort kann somit nicht verhindert werden, dass immer auch Wasserstoff mitbefördert wird.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein gattungsgemäßes Verfahren zum Abtrennen unerwünschter Komponenten aus einem Helium-Strom anzugeben, bei dem
30 die vorgenannten Nachteile vermieden werden können.

Zur Lösung dieser Aufgabe wird ein gattungsgemäßes Verfahren zum Abtrennen unerwünschter Komponenten aus einem Helium-Strom vorgeschlagen, das dadurch gekennzeichnet ist, dass der Helium-Strom nach dem 2. Abkühlschritt einem der

Abtrennung von Wasserstoff und/oder Neon dienenden Adsorptionsprozess unterworfen wird.

In vorteilhafter Weise beträgt die Temperatur des dem Adsorptionsprozess zugeführten Helium-Stromes zwischen 10 und 35 K. Der erfindungsgemäß vorzusehende, der Abtrennung von Wasserstoff und/oder Neon dienende Adsorptionsprozess ermöglicht es nunmehr, im Zusammenspiel mit der vorbeschriebenen, aus der DE-A 102008053846 bekannten Kälterege lung, die unerwünschten Komponenten Neon und Wasserstoff sicher abzutrennen, wobei aufgrund der erzielbaren Temperaturstabilität eine ungewollte Desorption dieser Komponenten vermieden werden kann. Die mittels des Adsorptionsprozesses zurückgehaltenen Komponenten Wasserstoff und Neon werden zu Beginn der Regeneration gezielt desorbiert und, vorzugsweise zur Atmosphäre hin, ausgeblasen. Auf diese Weise wird eine Anreicherung dieser Komponenten im Rückgewinnungssystem bzw. im Helium-Einsatzstrom vermieden. Grundsätzlich können die aus dem System abgeführten Komponenten Wasserstoff und Neon einem Aufbereitungsprozess zugeführt werden.

Mit der erfindungsgemäßen Verfahrensweise wird somit wirkungsvoll und mit überschaubarem verfahrenstechnischen Aufwand verhindert, dass Wasserstoff und/oder Neon in den Hauptkreis eines Helium-Verflüssigers eingetragen werden. Folglich wird auch der Übertrag von Wasserstoff und/oder Neon in Flüssighelium-Dewars und damit zum Verbraucher vermieden. Des Weiteren stellt das erfindungsgemäße Verfahren gegenüber der Variante „Doppelbett-Adsorber im Hauptkreis des Helium-Verflüssigers“ eine kostengünstigere Lösung dar.

Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Verfahrens zum Abtrennen unerwünschter Komponenten aus einem Helium-Strom, die Gegenstände der abhängigen Patentansprüche darstellen, sind dadurch gekennzeichnet, dass

- die Temperatur des dem Adsorptionsprozess zugeführten Helium-Stromes zwischen 10 und 35 K beträgt,
- als Kältemedium für den 1. und/oder 2. Abkühlschritt Helium und/oder eine Helium-reiche Fraktion verwendet wird bzw. werden, und

- der gereinigte Helium-Strom dem als Kältemedium verwendeten Helium-Strom zugemischt wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren zum Abtrennen unerwünschter Komponenten aus
5 einem Helium-Strom sowie weitere Ausgestaltung desselben, die Gegenstände der
abhängigen Patentansprüche darstellen, seien nachfolgend anhand des in der **Figur 1**
dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Der unerwünschte Komponenten enthaltende Helium-Strom wird über Leitung 1 einem
10 ersten Abkühlschritt, dem sog. Kondensator – dargestellt durch die Wärmetauscher E1
und E2 – zugeführt. In diesem wird der Helium-Strom gegen ein Kältemedium, auf das
im Folgenden noch näher eingegangen werden wird, bis auf eine Temperatur, die
maximal 8 K über dem Gefrierpunkt der unerwünschten Komponente bzw. im Falle
15 mehrere unerwünschter Komponenten bis auf eine Temperatur, die maximal 8 K über
dem höchsten Gefrierpunkt dieser unerwünschten Komponenten liegt, abgekühlt. Bis
zu einer gewissen Konzentration und Temperatur kondensieren die unerwünschten
Verunreinigungen nunmehr in den Wärmetauschern E1 und E2. Die kondensierten
Komponenten werden über die Leitungsabschnitte 2 und 3 aus dem Helium-Strom
20 abgezogen und verworfen. Im Regelfall ist ein Kondensat-Sammelbehälter D
vorgesehen. Das in ihm gesammelte Kondensat kann verworfen und/oder zur Kühlung
des Helium-Verflüssigungsprozesses verwendet werden. In einem zweiten
Abkühlschritt, dem sog. Ausfrierer – dargestellt durch den Wärmetauscher E3 – wird
der vorgekühlte Helium-Strom anschließend soweit abgekühlt, dass die verbliebenen
unerwünschten Komponenten im Wärmetauscher E3 ausfrieren.

25 Erfindungsgemäß ist dem Wärmetauscher bzw. Ausfrierer E3 ein der Abtrennung von
Wasserstoff und/oder Neon dienender Adsorptionsprozess A nachgeschaltet, dem der
aus dem Wärmetauscher E3 abgezogene Helium-Strom 4 zugeführt wird. In
vorteilhafter Weise beträgt die Temperatur des Helium-Stromes 4 zwischen 10 und 35
30 K. In der Praxis wird der Adsorptionsprozess A durch einen oder mehrere, parallel
angeordnete Adsorber, die ein für den jeweiligen Anwendungsfall geeignetes
Adsorbens aufweisen, realisiert. Der aus dem Adsorptionsprozess A abgezogene,
von unerwünschten Komponenten gereinigte Helium-Strom wird über die
Leitungsabschnitte 4' und 5 im Gegenstrom durch die Wärmetauscher E4 bis E1

geführt. Über die Leitung 6 wird der gereinigte Helium-Strom anschließend seiner weiteren Verwendung, wie beispielsweise einem Helium-Verflüssiger zugeführt.

- Alternativ zu der vorbeschriebenen Anordnung des Adsorptionsprozesses A kann
5 dieser auch stromabwärts des Wärmetauschers E4 angeordnet werden.

- Das für die beiden vorbeschriebenen Abkühlschritte erforderliche Kältemedium wird über die Leitungsabschnitte 7 und 8 bzw. 7, 9 und 10 dem 2. bzw. 1. Abkühlschritt zugeführt. Durch eine beliebig variierbare Verteilung des Kältemediums mittels der
10 Regelventile a und b kann die für die einzelnen Wärmetauscher benötigte Kälteleistung individuell geregelt werden. Dadurch kann sowohl im Teillastbetrieb als auch in eingeschränktem Maße im Überlastbetrieb der 1. Abkühlschritt (Kondensator) im Betriebspunkt gefahren und damit die größtmögliche Menge an unerwünschten
15 Komponenten kondensiert werden. Nach Durchgang durch den Kondensator (Wärmetauscher E1 und E2) wird das Kältemedium über Leitung 11 abgezogen und ggf. einer weiteren Verwendung zugeführt.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Abtrennen unerwünschter Komponenten, wie beispielsweise Stickstoff, Sauerstoff, Wasserstoff und/oder Neon, aus einem unerwünschte Komponenten enthaltenden Helium-Strom, wobei dieser gegen ein Kältemedium
5 zunächst bis auf eine Temperatur, die maximal 8 K über dem Gefrierpunkt bzw. im Falle mehrerer unerwünschter Komponenten bis auf eine Temperatur, die maximal 8 K über dem höchsten Gefrierpunkt der unerwünschten Komponenten liegt, abgekühlt (1. Abkühlschritt) und die dabei kondensierende(n) unerwünschte(n) Komponente(n) aus dem Helium-Strom abgetrennt wird bzw. werden, und wobei
10 der Helium-Strom anschließend weiter abgekühlt wird (2. Abkühlschritt), so dass die unerwünschte(n) Komponente(n) ausfrieren, und wobei die Menge und/oder die Zusammensetzung des oder der für den 1. und/oder 2. Abkühlschritt verwendeten Kältemediums bzw. Kältemedien regelbar sind, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Helium-Strom (4) nach dem 2. Abkühlschritt (E3)
15 einem der Abtrennung von Wasserstoff und/oder Neon dienenden Adsorptionsprozess (A) unterworfen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur des
20 dem Adsorptionsprozess (A) zugeführten Helium-Stromes (4) zwischen 10 und 35 K beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass als
25 Kältemedium für den 1. und/oder 2. Abkühlschritt Helium und/oder eine Helium-reiche Fraktion verwendet wird bzw. werden.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der gereinigte Helium-Strom dem als Kältemedium verwendeten Helium-Strom zugemischt wird.

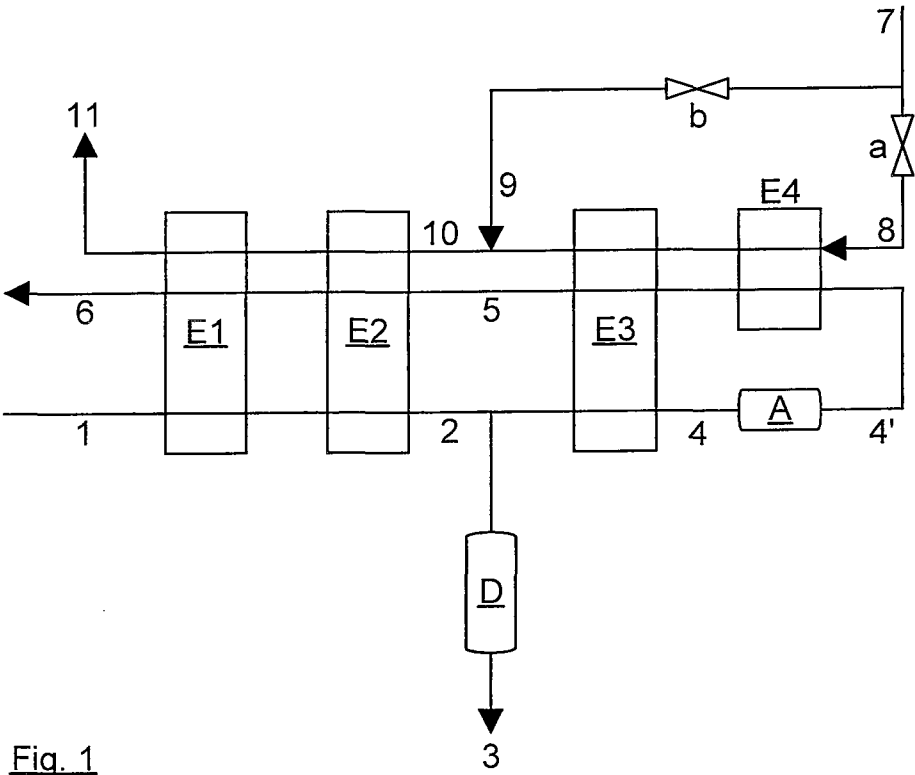


Fig. 1