



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 96106926.0

[43]公开日 1997年9月10日

[11] 公开号 CN 1158978A

[22]申请日 96.6.26

[30]优先权

[32]95.6.26 [33]US[31]08 / 494,899

[71]申请人 波克股份有限公司

地址 美国新泽西州

[72]发明人 约瑟夫P·璠莫维茨

罗伯特 A·莫斯特劳

[74]专利代理机构 上海专利商标事务所

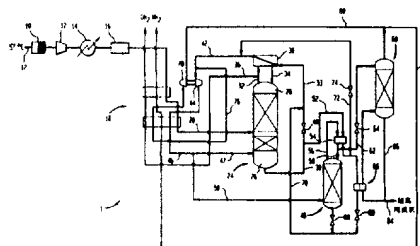
代理人 张民华

权利要求书 4 页 说明书 8 页 附图页数 1 页

[54]发明名称 制取超高纯氧的方法和设备

[57]摘要

一种制取超高纯度氧产品的方法及设备，其中运用一氮发生器以产生富氮馏分及富氧馏分塔底残存物。部分富氧馏分可以在精馏塔内在其塔压下再处理以产生诸如甲烷、乙炔，丙烷及丙烯等烃的含量很低的塔顶馏出物。在精馏塔内的塔顶冷凝器进行液化后，部分冷凝物再在分馏塔中进一步处理以产生可以作为产品取出的超高纯液氧塔底残存物。



权 利 要 求 书

1. 一种制取超高纯氧的方法,该方法包括:

通过低温精馏工艺将空气在一蒸馏塔内分离成富氧馏分及富氮馏分;

所述低温精馏工艺包括:

形成一通过阀膨胀的冷却剂流,该冷却剂流由所述氧富馏分组成;

通过在所述阀膨胀冷却剂流与所述富氮流之间的间接热交换把一由富氮馏分组成的富氮流加以冷凝,从而形成一蒸发冷却剂流,并且用至少部分所述富氮流作为蒸馏塔的回流;

压缩至少一部分所述蒸发的冷却剂流至所述蒸馏塔的塔压力以形成一压缩的粗氧流,及

冷却所述被压缩的粗氧流并把部分所述被压缩的粗氧流引入所述蒸馏塔内,

从冷却后的所述被压缩的粗氧流的存留部分形成一第一支流;

在精馏塔中精馏所述第一支流以在所述分馏塔内产生一基本无烃的塔顶馏出物及一作为塔底残存物的液态馏分,塔底残存物中聚集了包括烃在内的较高沸点杂质;

从由所述氧富馏分组成的粗氧流的一部分形成一第二支流;

从所述基本无烃的塔顶馏出物形成一无烃流;

在所述第二支流和所述无烃流之间进行间接热交换以冷凝所述无烃流;

以部分所述无烃流作为精馏塔的回流,并把另一部分无烃流引入分馏塔以从中除去氩和氮而产生作为塔底残存物的超高纯氧;

用至少部分所述第二支流蒸发部分所述超高纯氧以在所述分馏

塔中产生沸腾,将所述精馏塔的所述液态馏分流与至少部分第二支流混合以产生一混合流,并且把所述混合流与所述粗氧流的一存留部分混合以形成所述冷却剂流;以及,从所述分馏塔取出超高纯氧流作为产品。

2. 如权利要求 1 所述的方法,其特征在于,部分所述蒸发冷却剂流在所述蒸馏塔的温度下被压缩;

3. 如权利要求 1 或 2 所述的方法,其特征在于,它进一步包括:
从所述蒸发的冷却剂流的又一部分形成一第三支流;

膨胀所述第三支流,用所述膨胀所作的功供所述低温精馏工艺致冷;

利用至少一部分膨胀的功来压缩所述蒸发的冷却剂流。

4. 如权利要求 3 所述的方法,其特征在于,

所述空气被压缩,净化,冷却至适合于精馏的温度;

经过冷凝后的部分所述富氮流的一部分形成一产品流;

从在所述分馏塔内产生的塔顶馏出物形成一废流;以及

所述空气和所述至少部分所述压缩的粗氧流通过与所述产品、废流及所述第三支流间接热交换而得到冷却。

5. 如权利要求 4 所述的方法,其特征在于,所述空气被分离因此所述富氮馏分是高纯度氮。

6. 一种用以制取超高纯氧产品的设备包括:

一空气分离设备,该设备包括:

一主热交换装置用以冷却经压缩和净化的空气至适合于对该空气进行精馏的温度,

一蒸馏塔与所述主热交换器装置相连以将所述经压缩和净化的空气分离成富氧馏分及富氮馏分;

一第一塔顶冷凝器与所述蒸馏塔相连,使由所述富氮馏分所组成的富氮流通过与由富氧馏分组成的冷却剂流的间接热交换而被冷

凝,从而形成一蒸发的冷却剂流,且以至少一部分所述富氮流作为对所述蒸馏塔的回流;以及

一再循环压缩机连接在所述主热交换装置及所述第一塔顶冷凝器之间,使至少部分蒸发的冷却剂流被压缩到蒸馏塔的塔压,从而形成一被压缩的粗氧流,然后,所述被压缩的粗氧流被冷却至所述温度。

一精馏塔;

所述蒸馏塔及所述精馏塔连接至所述主热交换装置,以使所述部分被压缩的粗氧流返回至所述蒸馏塔以及一由所述粗氧流的其余部分形成的第一支流被引入所述精馏塔;

所述精馏塔的结构可以将包含在所述第一支流内的所述富氧馏分进行精馏,从而产生一基本上无烃的塔顶馏出物以及一作为塔底残存物的液态馏分,此塔底沉积物聚集着包括烃在内的较高沸点杂质;

一第二塔顶冷凝器连接至精馏塔,以用于接受由所述富氧馏分组成的粗氧流的一部分形成的第二支流,以及用于在所述第二支流及一由所述无烃塔顶馏出物组成的无烃流之间进行间接热交换,从而冷凝所述无烃流以及把一部分所述无烃流返回到精馏塔作为回流;

一分馏塔连接至所述第二塔顶冷凝器以接受另一部分经冷凝后的无烃流;

所述分馏塔的结构可以从所述另一无烃流中除去氩和氮以产生作为塔底残存物的超纯氧;

一膨胀阀设置在所述分馏塔和所述第二塔顶冷凝器之间以利于从所述另一无烃流中除去氩和氮;

一热交换装置连接于所述第二塔顶冷凝器和所述分馏塔以配用至少一部分在冷凝所述无烃流后的所述第二支流而蒸发部分超高纯

氧，以在分馏塔内产生沸腾；

所述精馏塔及所述热交换装置连接起来以把所述精馏塔的所述液态馏分和至少部分所述第二支流相混合，从而产生一混合流；

把所述粗氧流的一其余部分与所述混合流混合起来的装置，用以形成所述冷却剂流，并将所述冷却剂流膨胀至一为冷凝所述富氮流足够低的温度；以及，

从所述分馏塔取出作为产品的超高纯氧流的装置。

7. 如权利要求 1 所述的设备，其特征在于，所述再循环压缩机连接至所述主热交换装置以使部分所述被蒸发的冷却剂流在所述蒸馏塔的温度下被压缩。

8. 如权利要求 6 或 7 所述的设备，其特征在于，该设备还包括动力膨胀装置，它用来膨胀经部分加热的、由另一部分所述蒸发冷却剂流形成的第三支流，用其膨胀功供低温精馏工艺致冷；以及，所述动力膨胀装置连接于所述再循环压缩机以使至少部分膨胀功可被用于压缩所述粗氧流。

说明书

制取超高纯氧的方法和设备

本发明涉及一种通过分离空气而制取超高纯度的氧的方法和设备。更具体地说,本发明涉及这样一种方法和设备,即空气先被分离成富氮馏分及富氧馏分,然后再经精馏以将富氧馏分中的烃、氩和氮除去,从而制得超高纯氧。再具体地说,本发明涉及这样一种方法和设备,即先通过精馏从富氧馏分中除去烃,然后再通过分馏从该富氧馏分中除去氩及氮。

在已有技术中,空气通过种种低温精馏工艺而分离成富氮馏分及富氧馏分。有一种方法是,在对输入的空气加压压缩及冷却到适合精馏的温度后,在一较高压力塔中精馏成富氧馏分及富氮馏分。此富氧馏分被进一步在一与较高压力塔相连、以形成热传递关系的较低压力塔中被提纯。这种纯化的结果,气氮塔顶馏出物和液氧塔底残存物聚集在较低压力塔中。较高沸点的组份例如烃倾向于溶缩在液氧中。氩气,由于它的挥发性与氧类似,也成为液氧塔底残存物的一部分。因此,在较低压力塔中产生的液氧一般都不是超高纯度的氧。

在另一种低温精馏工艺中,空气在一称为氮发生器的单一的塔中被分离。在氮发生器中,富氧馏分作为塔底残存物被产生出来,而高纯度富氮馏分则作为塔顶馏出物而产生。富氧馏分,称为粗液氧,可被用作在氮发生器的顶部的塔顶冷凝器中的冷却剂以为塔提供回流。该富氧馏分在如此提供回流以后就被作为废料而被排出,其中一部分可以在塔温或环境温度下重新加以压缩,然后再返回到塔内。这种塔,虽然能产生出高纯度的氮,但就它本身来说,却不能生产出超高纯度的液氧出来。

有些设备应用场合需要超高纯度的氧产品。例如,在美国专利 4,977,746 中,将第一、第二辅助塔与一双塔组合一起用来生产超高纯氧。在此专利中,从较低压力塔的液氧槽上方来的气体在第一辅助塔中精馏以产生无烃的气体塔顶馏出物。该气体塔顶馏出物然后在第二辅助塔中被蒸馏以产生作为塔底残存物的超纯液氧。美国专利 5,363,656 揭示了一种氮发生器,其中,粗液氧在第二精馏塔中精馏以把氮从粗液氧中分离出来。所形成的液氧被加热以被第二精馏塔的重沸器所蒸发,被蒸发的氧然后被引入第三精馏塔以产生高纯气氧。然后该高纯气氧被引入一第四精馏塔以使氧,氮,一氧化碳和氩作为塔顶馏出物产生出来,而超高纯液氧则作为塔底残存物而产生出来。

已有技术中的一个主要问题是生产超高纯氧需要一笔很大的投资。例如在以上所述的两个专利中,需要四只独立的蒸馏塔。正如下面将要详述的,本发明所提供的产生超高纯氧的方法和设备特别适合于与氮发生器一起使用以生产出超高纯氧及高纯度氮。

本发明提供一种产生超高纯氧的方法。这里以及权项中所用的“超高纯氧”一词是指这样一种产品氧,它所含的氩低于十亿份之 100,杂质,诸如甲烷,乙炔,丙烷,丙烯等低于 10 亿份之 10 以及低于 10 亿份之 10 的氮。这里所用的以及权利要求中所用的“组成(make-up)”一词的意思是流的组份(make-up of the stream)而不是用于形成该流的组份的量。

根据本发明的方法,先用低温精馏工艺在一蒸馏塔内把空气分离成富氧馏分及富氮馏分(oxygen and nitrogen rich fractions)。该低温精馏工艺包括形成一由富氧馏分组成的经阀膨胀的冷却剂流(valve expanded coolant stream)。通过在阀膨胀的冷却剂流和富氮流之间的间接热交换而使由富氮馏分组成的富氮流被冷凝。这种冷凝使冷却剂流完全蒸发而形成蒸发的冷却剂流。然后用至少一部分

富氮流回流给蒸馏塔。一部分蒸发的冷却剂流被压缩到蒸馏塔的压力以形成一压缩的粗氧流。在该压缩的粗氧流被冷却之后,就被引入到蒸馏塔里。

由一部分压缩的粗氧流所形成的第一支流,在被冷却之后,在一精馏塔内被精馏。这一过程在精馏塔内产生了一基本上无烃的塔顶馏出物(tower overhead)和液体馏分,该液体馏分则作为塔底残存物(column bottoms)以包括烃的较高沸点杂质的形式聚集起来。一第二支流由一部分由富氧馏分组成的粗氧流(crude oxygen stream)形成。此外,由基本上无烃的塔顶馏出物形成一无烃流(hydrocarbon-free stream)。此第二支流与该无烃流间接地进行热交换以冷凝此无烃流。精馏塔以部分无烃流作为回流,而该无烃流的另一部分被引入分馏塔以除去氩和氮以产生作为塔底残存物的超高纯氧。部分超高纯度氧在逆着至少部分第二支流的情况下蒸发以在分馏塔内产生沸腾。精馏塔的液体馏分流(stream of the liquid fraction)与至少部分第二支流混合以产生一混合流。该混合流与其余部分的粗氧流混合以形成冷却剂流。至此,超高纯氧流作为产品从分馏塔内取出。

本发明的另一个方面是提供一种制取超高纯氧的设备。根据本发明的这方面,本发明的分离空气的设备包括:一主热交换装置,用以把经压缩和净化的空气压缩到适于精馏的温度;以及一连接至主热交换装置的蒸馏塔(distillation column)以把经压缩和净化的空气分离成富氧馏分和富氮馏分;一第一塔顶冷凝器(first head condenser)连接至该蒸馏塔以使由富氮馏分组成的富氮流(nitrogen rich stream)通过与由富氧馏分组成的冷却剂流的间接热交换被冷凝。该蒸馏塔至少以部分富氮流作为回流。一再循环压缩机连接在主热交换装置及第一塔顶冷凝器之间以使至少部分冷却剂流被压缩到蒸馏塔的塔压,从而形成一被压缩的粗氧流,该粗氧流然后被冷却至蒸馏塔的温度。本发明又设一精馏塔(rectification column),它与

蒸馏塔一起连接至主热交换器以使部分被压缩的粗氧流返回到蒸馏塔,而由压缩的粗氧流的其余部分形成的第一支流被引入该精馏塔。该精馏塔的结构可以精馏包含在第一支流内的富氧馏分从而产生基本上无烃的塔顶馏出物和一作为塔底沉积物的液体馏分,该液体馏分则以包括烃在内的较高沸点杂质的形式而聚集在一起。一第二塔顶冷凝器连接于精馏塔以接受由富氧馏分组成的粗氧流的一部分形成的一第二支流。此第二塔顶冷凝器的作用是在第二支流和由无烃的塔顶馏出物组成的无烃流之间进行间接热交换。此过程使无烃流冷凝。一部分无烃流则回流到精馏塔中。

另有一分馏塔(stripping column)连接至第二塔顶冷凝器以接受另一部分经冷凝后的无烃流。该分馏塔的结构是可以通过分馏以从另一部分无烃流中除去氩和氮以产生作为塔底残存物的超高纯氧。有一膨胀阀设置在所述分馏塔和所述第二塔顶冷凝器之间以利于从所述另一无烃流通过分馏除去氩和氮。一热交换器连接在第二塔顶冷凝器和分馏塔之间以在冷凝所述无烃流之后逆着至少部分第二支流蒸发部分超高纯氧,从而在分馏塔内产生沸腾。该精馏塔及热交换器连接起来以把精馏塔的液体馏分流和第二支流的至少一部分混合,从而形成一混合流。还设有一装置把粗氧流的其余部分和该混合流混合,从而形成冷却剂流。该装置也把所述冷却剂流膨胀至使富氮流冷凝所需的足够低的温度。此外还设有一用以把超高纯氧流从分馏塔中作为产品取出的装置。

本发明与已有技术的不同之处在于使用了三个塔(而不是四个塔)以在压力下制取超高纯氧产品。与已有技术不同,本发明对经压缩的粗氧流进行精馏以避免万一出现烃产物。此后在低压下工作的分馏塔从产品中除掉氩及氮以产生超高纯氧产品。本发明的另一特点是粗液氧既用来冷凝精馏塔中的塔顶馏出物,又用来蒸发分馏塔中的超高纯氧。这一结构安排简化了按照本发明设计的设备的管路

的铺设。本发明还有一个优点是它可以和氮发生器结合在一起，以对已经在塔顶冷凝器中用作冷却剂的粗液氧加以再压缩以把它再循环到该氮发生器中去。这样一种氮发生器的方案可以在美国专利 4966,002 中找到。

虽然本发明的说明书结合权利要求书清楚地指出了申请人认为是本发明主题的内容，但是我们认为结合附图的描述将使本发明能被更好地理解。本发明的附图只有一个，其中示出了一种根据本发明方法运行的空气分离设备的示意图。

请参阅附图。图中的空气分离设备 1 是用来生产高纯度气氮及超高纯液氧的。这里应该指出的是，本发明同样适用于生产比空气分离设备 1 的纯度更低些的氮气。如图所示，空气先经管道 12 进入过滤器 10 被过滤，然后，在压缩机 12 中进行压缩。压缩产生的热由后冷却器 14 除去。然后空气在一预净化装置 16 中经过初步处理以除去二氧化碳和水蒸气。然后空气在一主热交换器中被冷却到适宜于作精馏的温度。在本实施例中精馏使空气部分液化而形成一空气流 20。蒸馏塔 24 把空气分离成富氧馏分，该富氧馏分聚集在蒸馏塔 24 的槽区或底部区域 26 之内。而高纯度富氮馏分则作为塔顶馏出物聚集在蒸馏塔 24 的顶部区域 28。

一第一塔顶冷凝器 30 与蒸馏塔 34 相连，使由富氮馏分组成的富氮流 32 通过与聚集在蒸馏塔 24 的槽部 26 的富氧馏分组成的冷却剂流 33 的间接热交换而被冷凝。这形成了冷凝的富氮流 34，该富氮流被引入蒸馏塔 24 的顶部区域 28 作为回流。部分富氮流 32 可以作为气氮产品流 36 而取出并在主热交换器 18 中被加热。在一适当的情况下，也可以从部分冷凝富氮流 34 形成液氮产品流。在这方面，这里以及权利要求书中所用的“高纯度氮”一词是指其中氧的含量低于约 10 亿分之 100(体积)的氮。

冷却剂流 33 部分地由从蒸馏塔 24 的底部区域 26 取出的粗氧

流 38 形成。设置一膨胀阀 40 以通过阀的膨胀使部分粗氧流 38 得以膨胀而降温(产生冷却剂流 33)到一足够低的温度以在第一塔顶冷凝器 30 中冷凝富氮流 32。形成的一被蒸发的冷却剂流 42 是蒸发的粗液氧。一部分蒸发的冷却剂流 42 在再循环压缩机 44 内被再压缩到蒸馏塔 24 的塔压。此被再压缩的冷却剂流形成一被压缩的粗氧流 46。该再循环压缩机被连接在主热交换器 18 和第一塔顶冷凝器 30 之间,以使被压缩的粗氧流 46 被冷地到蒸馏塔 24 工作时的精馏温度。蒸馏塔 24 连接到主热交换器 18 以使被压缩的粗氧流 46 的一部分 47 被引入蒸馏塔 24 的底部区域 26。

一精馏塔 48 也连接到主热交换器 18 以接受一第一支流 50,该支流由在主热交换器 18 内冷却后被压缩的粗氧流 46 的其余部分形成的。精馏塔 48 的结构是可用以对包含在第一支流 50 内的粗氧进行精馏以产生一基本上无烃的塔顶馏出物及一作为塔底残存物的液态馏分。塔底残存物中聚集着烃。通常,第一支流 50 包含 45%(体积)的氧,其余部分是氮,氩,和较高沸点杂质例如甲烷,氦和氙。这些较高沸点杂质的浓度在第一支流 50 内大致为百万分之十。在精馏之后,塔顶馏出物的浓度大致是氧 30%(体积),低于 10 亿分之 0.1 的甲烷以及约 $1\frac{1}{2}\%$ 的氩,其余的是氮。

形成的一第二支流 52 由一部分粗氧流 38 组成。一第二塔顶冷凝器 54 与精馏塔 48 相连以接受第二支流 52 并在第二支流 52 和由基本上无烃塔顶馏出物组成的无烃流 56 之间间接地进行热交换。此第二塔顶冷凝器 54 的作用是冷凝无烃流 56 并将一部分无烃流 56 返回至精馏塔 48 作为回流 58。

一分馏塔 60 与第二塔顶冷凝器 54 相连以接受在第二塔顶冷凝器 54 内冷凝后的另一部分无烃流 56。该分馏塔 60 的结构可以从另一部分无烃流 56 中去掉氩和氮以产生作为塔底残存物的超高纯氧。

一膨胀阀 64 设在分馏塔 60 和第二塔顶冷凝器 54 之间以通过阀将该无烃流的“另一部分 62”膨胀后降至低压。此低压使分馏塔 60 在一足够低的压力下工作以利于从氧中同时分离氩和氮而产生超高纯液氧。一热交换器或重沸器 66 连接至第二塔顶冷凝器 54 及分馏塔 60 以用在冷凝无烃流 56 后的第二支流 52 的一部分蒸发部分超高纯氧。这一过程使超高纯液氧蒸发以在分馏塔 60 内产生沸腾及部分第二支流 52 发生冷凝。

精馏塔 48 的液体馏分流 48 以及部分第二支流 52 分别在膨胀阀 68 及 69 中被膨胀后混合成一混合流 70。在通过阀 40 被膨胀后，具有粗氧流 38 的压力的混合流 70 与在形成第二支流 52 后保留下来的粗氧流 38 的一存留部分混合。此混合过程产生冷却剂流 33。

在分馏塔内，不是第二支流 52 的所有都要使超高纯液氧进行沸腾的。因此，一旁流或分流 72 可以从第二支流 52 中、位于第二塔顶冷凝器 54 的下游处取出，并与冷却剂流 33（在其蒸发后）混合以形成被蒸发的冷却剂流 42。压力的降低是通过膨胀阀 74 完成的。但是，这不是必须的。如果不用的话，所有的第二支流 52 都可以用来在分馏塔 60 内使超高纯液氧沸腾。

为了给空气分离设备 1 提供制冷从而使热泄漏及热端热交换器 (warm end heat exchanger) 的损失等得以补偿，从被蒸发的冷却剂流 42 的另一部分形成一第三支流 76。此第三支流 76 最好是部分热的，所谓“部分热”是指其热度处在主热交换器 18 的冷端温度和热端温度之间。然后此第三支流在涡轮膨胀机 78 中加以膨胀以产生致冷。如图所示，涡轮膨胀机 78 与一再循环压缩机 44 相连以用至少涡轮膨胀器所作的一部分功来为再循环压缩机所用。主要包含氩和氮的分馏塔 60 内的塔顶馏出物可以与所形成的被涡轮膨胀的膨胀流 80 混合以产生废氮流 82，这股废氮流在主热交换器 18 中完全加热到主热交换器 18 热端的温度。

在分馏塔 60 内的、所形成的超高纯液氧包含的是氧,不到 10 亿分之三(体积)的烃如甲烷,乙炔,丙烷及丙烯,不到 10 亿分之 50(体积)的氩和不到 10 亿分之一(体积)的氮。超高纯液氧流可以作为产品流 84 从部分流过热交换器 66 的再循环沸腾流(recirculating boil-up stream)86 中取出以使分馏塔 60 沸腾。可以理解的是,如果需要超高纯氧成为气态产品,产品流的一部分或全部可以通过一另外的蒸发器而被蒸发,或者从分馏塔 60,并通过主热交换器 18 而作为蒸气取出。

虽然本发明是通过一较佳实施例来叙述的,但是,可以理解,熟悉本技术领域的技术人员在不离开本发明的精神实质和范围的情况下完全可以对本发明及其实施例作出种种的改变和增删。这些变化和增删均拟落入本发明的保护范围之内。

说明书附图

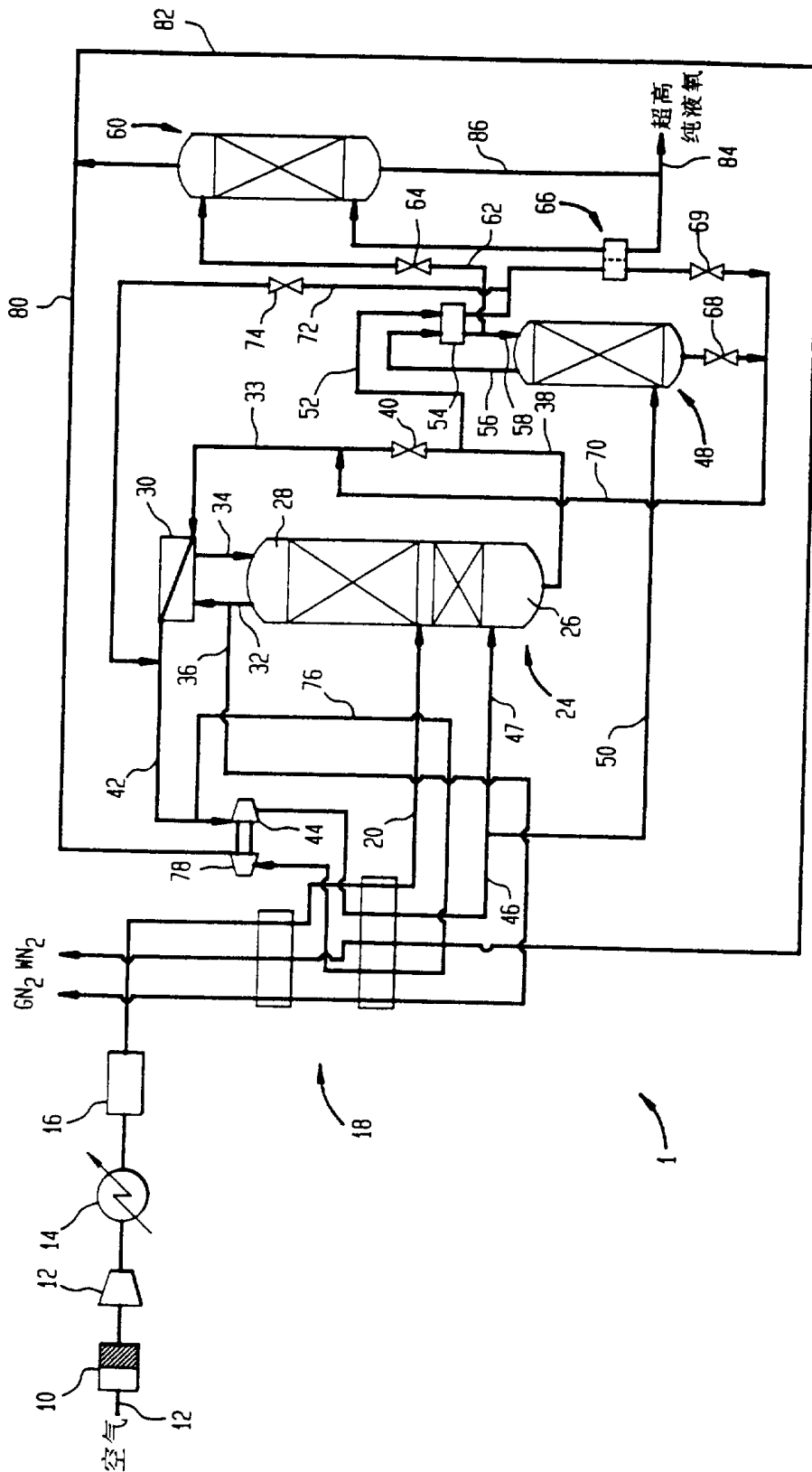


图 1