

2 maja 1927 r.

URZĄD PATENTOWY



F 25j 3/04

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 5620.

Société E. Barbet & Fils & Cie
(Paryż, Francja).

Kl. 17 g 2.

Sposób otrzymywania czystego tlenu i azotu w jednym przebiegu roboczym.

Zgłoszono 12 lipca 1920 r.

Udzielono 20 sierpnia 1926 r.

Pierwszeństwo: 31 stycznia 1917 r. dla zastrz. 1—7; 9 października 1917 r. dla zastrz. 8, 9 (Francja).

Wytwarzanie azotu chemicznie czystego stało się taką samą koniecznością w przemyśle chemicznym, jak i wytwarzanie czystego tlenu. Powietrze atmosferyczne jest najgłówniejszą bezpłatną i niewyczerpaną składnicą tych dwu produktów. W przemyśle odnośnym dosyć już dawno ustalono zasadę, że należy naprzód zgęścić powietrze w płyn i dopiero przez stosowną rektyfikację tego płynu rozdzielić powietrze na jego części składowe.

Dzisiaj przemysł wymaga czystości bezwzględnej obu głównych składników powietrza. Niniejszy wynalazek dąży do bezpośredniego otrzymywania tych składników bez uciekania się do wytwarzania produktu pośredniego, zawierającego nadmiar tlenu lub azotu, z któregooby dopiero otrzy-

mywano wspomniane składniki. Gazy szlachetne są przytem wydzielone.

Aparat stanowiący przedmiot wynalazku jest zbudowany z uwzględnieniem teorii, stworzonej przez E. Barbet'a w r. 1890 i obejmującej destylację wszelkich płynów. Oto treść tej teorii w głównych jej zarysach.

Oczyszczanie produktu lotnego zachodzi nie w skraplaczu, ten bowiem nie potrafi oddzielić produktów mniej lotnych w stanie czystym od produktów lotniejszych, bez względu na sztuczne zabiegi i komplikacje konstrukcyjne. Proces oczyszczania odbywa się natomiast na talerzach kolumny rektyfikacyjnej, jednak pod działaniem płynu, napływającego powrotnie ze skraplacza. Baczyc tylko należy, aby opary były

czyste przed wejściem do skraplacza. Ten zaś aparat ma za jedyne zadanie odciągnięcie z nich części, niekiedy dosyć znacznej, czystego produktu, co się osiąga przez skroplenie bardziej lub mniej wydajne, a płyn skroplony, ściekając na talerz najwyższy, płócie podnoszące się opary. Działa on „klarująco”, jak się wyraża cukrownik. Skropliny te, stanowiące jakby daninę z produktu już oczyszczonego, zniewalają wszystkie składniki mniej lotne do ściekania stopniowego i metodycznego do dolnych części aparatu, pozwalając natomiast filtrować się tylko składnikom najlotniejszym. Skraplacz rozdziela bardzo dokładnie i tylko wówczas, gdy zanieczyszczenie jest bardzo znaczne. Na talerzach można przeciwnie zatrzymywać najmniejszą ilość zanieczyszczeń.

Opary ciężkie, t. j. mało lotne skraplają się na talerzach, odparowując wzajemnie odpowiednią ilość oparów lotniejszych i w ten sposób następuje rozdział. Jeżeli opary zawierają zanieczyszczenie w stosunku bardzo niskim, ale bardzo lotne, to składnik ten przechodzi przez wrzący płyn na talerzach, nie zostaje jednak zatrzymywany, jak gdyby talerzy zupełnie nie było. W rzeczy samej, składnik ten nie może się skraplać i odparowywać płynu mniej lotnego od siebie samego.

Te zasady należało przypomnieć, gdyż rozwiązują one zagadnienie doskonałej rektyfikacji powietrza płynnego.

Wynalazek niniejszy polega na zastosowaniu do powietrza płynnego założeń, które wykazały swą słuszność i użyteczność przy rozdzielaniu (analizie) różnych płynów.

W kolumnach z talerzami destylacyjnymi zastosowanie to nie jest trudne; nadają się w tym celu równie dobrze wszystkie typy talerzy, używane do alkoholu, benzolu lub podobnych płynów. Nagrzewanie części dolnej kolumny rektyfikacyjnej też łatwo sobie przedstawić: kiedy trzeba doprowa-

dzić do wrzenia płyn, którego punkt wrzenia przypada około -190° , to ciepło powietrza otaczającego stanowi źródło zupełnie wystarczające. Najtrudniejszym jest zadanie przeprowadzenia w części górnej aparatu destylacyjnego zabiegu z powrotnym odciekaniem azotu płynnego i miarkowanie tegoż w sposób łatwy, tak mianowicie, aby przez godzinę spływała zawsze ta sama ilość cieczy, a to w celu otrzymania zawsze tego samego stopnia oczyszczania. W rzeczy samej, jeżeli zagadnienie to daje się bardzo łatwo rozwiązać dla alkoholu, który skraplany jest przy pomocy węzownicy albo wodnej chłodnicy rurkowej, to rzecz ma się inaczej, skoro chodzi o skraplanie oparów azotu przy temperaturze -194° , t. j. o 79° ponad zero bezwzględne. Przez użycie płynu zimniejszego o parę stopni, np. o 60° albo o 65° bezwzględnych osiągnąć można również pożądane skraplanie, ale cena otrzymanego produktu wypadłaby zbyt wysoka.

Poszukiwano już rozwiązania tego zadania, a to w kierunkach następujących: azot, otrzymywany z części górnej aparatu o temperaturze 79° absolutnych, dzielono na dwie części: jedna miała dawać azot techniczny (handlowy), druga zaś stanowić odciek powrotny, wypadałoby ją przeto skraplać i sprowadzać zpowrotem na talerze.

Ten jednak sposób, jakkolwiek daje azot w stanie pewnej już czystości, nie jest jeszcze zadowalający, ponieważ powietrze zawiera gazy skraplające się jeszcze trudniej, niż azot, np. neon, wodór i hel. Azot więc nie byłby zupełnie czysty.

Sposób, który przy rektyfikacji alkoholu pozwala oddzielić zupełnie ostatnie ślady do jednej milionowej części zanieczyszczeń aldehydowych, umożliwia także, dzięki specjalnym środkom, radykalne oczyszczenie azotu. Sposób ten, nazwany przez E. Barbet'a „pasteuryzacją alkoholu”, jest jednym z najprostszych, a polega na zdolności rozdzielania płynów na tale-

rzach rektyfikacyjnych, a nie na sztucznych urządzeniach do skraplania.

Odciek powrotny azotu przy każdym sposobie skraplania nie może być chemicznie czysty, ponieważ zawiera, wskutek gwałtowności skraplania, wszystko, co było w oparach: azot, neon, wodór i hel. Mieszanie tę odprowadza się na najwyższy talerz, gdzie osiągnięty płyn nagrzewa się znowu do wrzenia, wskutek przepływania przez małych pęcherzyków oparów azotu. Według praw wrzenia ciała lotniejsze odparowywane są najpierw, tak że po wrzeniu na jednym lub dwu talerzach odciek osadza się od nich, ale pod warunkiem, że zapewnione będzie gdzieś dla nich ujęcie.

Opary azotu, które powstają na talerzach niższych, zawierają bardzo małe ilości neonu, wodoru i helu. Opary te, będąc lotniejsze od azotu, nie mogą się skraplać i parować wzajemnie azotu. Płyn na talerzu pozostaje przeto czystym i dość jest odciągnąć pewną część tego płynu (ale nie oparów z tego talerza), aby otrzymać azot chemicznie czysty. Powtórne wrzenie, spowodowane przechodzeniem oparów, nawet nie czystych, ma tę zaletę, że oczyszcza płyn.

Aparat, służący do zastosowania sposobu rektyfikacji, przedstawiony jest w zarysie na fig. 1.

Litery *A*, *A'* oznaczają kolumnę z talerzami. W części górnej *A* zachodzi rektyfikacja azotu, a w dolnej części *A'* aparatu rektyfikacja tlenu. Ciągły dopływ powietrza ma miejsce w punkcie *P* w postaci płynnej i gazowej.

Przez umieszczoną najwyżej rurę kolumny rektyfikacyjnej wychodzi pewna ilość zimnego azotu w postaci gazu, mniej więcej równa podwójnej ilości, którą aparat powinien wytworzyć. Idzie teraz o to, żeby skroplić całkowicie ten azot, który ma stanowić odciek, powracający w miejscu *n*; połowa tego powrotnego odcieku zostaje odciągnięta trochę niżej w *m* i daje czysty

azot handlowy, druga zaś połowa ścieka z talerza na talerz, oczyszczając i rozdzielając podnoszące się opary. Sposób klasyczny skroplenia gazu polega na poddaniu go ciśnieniu i chłodzeniu. W tym celu azot sprężany jest do ciśnienia 2 lub 3 atm w pompie *J*, jednak przed dostaniem się do pompy chłodzi on nadpływający azot już sprężony. Po opuszczeniu pompy *J* azot traci swe ciepło sprężania w ochładzaczu wodnym *K*, zasilanym wodą przez *S*. Następnie azot przechodzi przez wymiennik ciepła *H*, gdzie go chłodzi azot, dążący do pompy, a to tem dokładniej, że ilość tego azotu jest równa ilości azotu, powracającego z pompy. Aby azot, płynący do pompy, nie ogrzewał się bezpożytecznie, wchodzi przy wyjściu z *H* do węzownicy *K'*, gdzie chłodzi o parę stopni wodę krążącą w *K'* i przeznaczoną do chłodzenia gazu, nagrzanego wskutek sprężania w pompie. Przeto azot sprężony wychodzący w *h* z części dolnej aparatu *H*, posiada prawie taką samą temperaturę, jak i część górna kolumny *A*. Teraz jednak należy azot skroplić. Wyciąg azotu pasteuryzowanego czerpany w *m* jest płynny; należy go jednak dostarczyć w stanie gazowym i o temperaturze zwykłej.

Ten wyciąg azotu przedstawia zatem poważne źródło zimna utajonego i jawnego, ale ciężar tego odciągniętego azotu wynosi tylko połowę ciężaru azotu w postaci gazu, który poddaje się sprężaniu. Ciepło utajone parowania tego azotu skrapla więc w wymienniku ciepła *B* tylko około połowy całej sprężonej ilości azotu. Reszta zostanie skroplona w sąsiedniej chłodnicy *I* całkowicie, ponieważ chłodnica ta otrzymuje całkowitą ilość powietrza płynnego, skroplonego w podgrzewaczu *E*, jak to będzie wyjaśnione poniżej. Azot skroplony przechodzi przez rozdzielacz z pływakiem *b*, który nie przepuszcza części nieskroplonych i dostaje się w *n*, dzięki ciśnieniu na najwyższy talerz kolumny *A*.

Azot pasteuryzowany przeistacza się w

wymienniku *B* w gaz o bardzo niskiej temperaturze i przechodzi na dno wymiennika ciepła *C*, a następnie do węzownicy wodnej *D'*. Objętość jego podaje licznik *M*, a ustawiany ręcznie kran *d* miarkuje ilość wychodzącego gazu, stosownie do potrzeby. Stamtąd azot czysty odpływa wreszcie do zbiornika.

Niska temperatura azotu pasteuryzowanego zużytkowana jest do dostarczenia pewnej ilości bardzo zimnego powietrza, które współdziała w zasilaniu kolumny rektyfikacyjnej. Poddaje się je ciśnieniu w zbiorniku *R* i wpuszcza do chłodnicy *D*, zasilanej wodą przez *S'*, a następnie do chłodnicy rurkowej *C*, gdzie się ono ochładza przy zetknięciu się z azotem gazowym. Stamtąd powietrze płynie do skrzynki rurkowej *E*, w której się skrapla dzięki swemu ciśnieniu.

Pozostaje teraz znaleźć ujście dla trzech zanieczyszczeń lotniejszych, niż azot: neonu, wodoru i helu. Działaniem powrotnego wrzenia azotu płynnego, ściekającego na talerze górne, trzy te gazy można zupełnie odparować, wskutek czego azot, zdążający do sprężarki *J*, zawiera ich coraz to więcej: skraplanie tych gazów w *B* odbywa się przez porywanie. Mieszanina płynów przechodzi do separatora *b*, przed dostaniem się na najwyższy talerz kolumny. Separator może być typu samoczynnych oczyszczaczy umieszczanych przy ujściu węzownic parowych. Płyn wchodzący do separatora znajduje się jeszcze pod ciśnieniem, ale skoro tylko uniesie kłapy, otwierające wylot, znajdzie się pod ciśnieniem atmosferycznym, panującym w części górnej kolumny *A*, wobec czego zachodzi natychmiastowe rozprężenie i stąd częściowe odparowywanie i natychmiastowe oziębienie reszty płynu do 79° bezwzględnych. Przyczyną tego chłodzenia jest częściowe tworzenie się gazu, które stanowi właściwie destylację.

Znowu więc przejawia się ogólne prawo

destylacji, które głosi, że ulatniające się opary są daleko bogatsze w zanieczyszczenia lotne, niżli płyn; płyn ten zawierał już dość znaczne ilości neonu, wodoru i helu dzięki powtórniemu wrzeniu na dwu lub trzech najwyższych talerzach kolumny. Opary jednak wywiązujące się przy rozprężaniu są jeszcze daleko bardziej zanieczyszczone, pozostaje przeto odciągnąć zanieczyszczenia przez *N* w stosunku bardzo skromnym, aby mieć rękojmię, że wydzielana jest taka ilość gazów szlachetnych, jaką wprowadza się w każdej chwili do aparatu przez dopływ nowych ilości powietrza atmosferycznego.

Zawartość bezwzględna gazów szlachetnych w odciagu jest bez znaczenia; wystarczy, żeby ilość uchodząca równała się ilości dopływającej, pozwala to również ustalić stosunek ilości gazów odciągniętych do ilości powietrza wprowadzonego do rektyfikacji. Stosunek ten leży w granicach od $\frac{1}{3}\%$ do $\frac{1}{2}\%$.

Po szczegółowym wyjaśnieniu zastosowania znacznego powrotnego odcieku azotu płynnego, zrozumiałem się staję, że działanie powrotnego odcieku może być zwiększane. Należy tylko przyspieszyć ruch pompy *J*; przez *M* odciąga się nadal tę samą ilość azotu, zupełnie czystego, ponieważ jednak doprowadzona zostaje znaczniejsza masa odcieku, przeto ilość azotu wychodzącego z *A* wzrośnie o tę właśnie ilość i cała czynność będzie odbywała się jak i przedtem, bez żadnych zakłóceń. Ten sposób pracy pozwala skutecznie oczyścić tak dokładnie, jak tego wymagają potrzeby przemysłu, ponieważ stopień oczyszczenia, zgodnie z zasadami wspomnianymi powyżej, zależy wprost od ilości użytego płynu oczyszczającego, t. j. odcieku powrotnego.

Powietrze płynne, które dokonywa ostatecznego skroplenia odcieku azotowego, należy zdobywać sobie możliwie tanio, a zarazem pamiętać, że im bardziej powiększa się ilość odcieku, napływającego do części górnej rektyfikatora, tem wyżej trze-

ba nagrzewać część dolną aparatu, wypada bowiem odparowywać coraz to znaczniejszą masę plynu.

Rozwiązanie zadania, opisane powyżej, posiada tę zaletę, że zapewnia dostarczenie samoczynne powietrza plynego, w ilości wzrastającej w miarę zwiększania ilości odcieku powrotnego.

Do części środkowej kolumny rektyfikacyjnej A , A' wprowadza się przez a podlegające rozdzielaniu powietrze plynne zupełnie jak w rektyfikatorze do alkoholu. Płyn ten, ściągając z jednej powierzchni kolumny na drugą w A' , oddaje azot i powiększa swą zawartość tlenu, przez proces zupełnie identyczny, jak przy oddzielaniu alkoholu od wody. W części dolnej A' potrzebne jest źródło ciepła: źródłem tem jest węzownica E , która ma za zadanie odparować czysty, t. j. pozbawiony azotu tlen, jakiego wymaga przemysł i który znajduje się w części dolnej kolumny rektyfikacyjnej. Zamiast jednak stosowania do tego pary wodnej pod ciśnieniem, jak przy rektyfikacji alkoholu, korzystniej wtłaczać tam sprężone powietrze pozbawione kwasu węglowego i wilgoci.

Powietrze wtłoczone pod ciśnieniem około 4 atm do zbiornika R zostaje nagrzane wskutek sprężenia. Ochładza się je w G świeżą wodą, wprowadzaną przez S'' , zupełnie jak poprzednio dla azotu w K . Z G powietrze sprężone wchodzi do chłodnicy F , krąży tam pomiędzy rurami, przez które przepływa tlen w postaci gazu, ale bardzo zimny (około 93° absolutnych), czerpany z części dolnej A' przez Ox . Należy przypomnieć, że na wagę powietrze zawiera około 23 kg tlenu na 77 kg azotu; wobec tego zimno 23 kg tlenu nie będzie w stanie silnie ochłodzić powietrza, potrzebnego do uzyskania 23 kg tlenu.

Powietrze ochłodzone w F , ciągle jeszcze sprężone, przechodzi wreszcie pomiędzy rurami wymiennika E , w których się znajduje plynny tlen o 93° absolutnych, jako o-

statni odciek z kolumny A' . Dzięki ciśnieniu powietrze zamiast przy 83° absolutnych, daje się skraplać przy temperaturze około 99° absolutnych; tlen plynny o 93° może je skroplić, ulatniając się sam. Te to opary czystego tlenu pozwalają z jednej strony na odciąganie ciągle tlenu w postaci gazu przez Ox , z drugiej zaś podgrzewają do wrzenia wszystkie talerze kolumny rektyfikacyjnej A , A' .

Tlen w postaci gazu odciągnięty w Ox , przechodzi przez chłodnice F i G , oddaje swoje zimno powietrzu sprężonemu, płynącemu ze zbiornika R , jak to już było wyjaśnione wyżej, a potem przez licznik M' udaje się do zbiornika. Co się zaś tyczy powietrza plynego, znajdującego się pod ciśnieniem w E , to zamiast kierowania go przez pośredni samoczynny aparat oczyszczający e na talerz zasilający a , wyzykuje się ciśnienie, żeby powietrze to podnieść całkowicie do komory z rurkami I , w której działa ono, jak już zaznaczono wyżej, jako czynnik wykończający skroplenie odcieku powrotnego azotu.

Dostawszy się do I , powietrze plynne poczyną wrzeć, częściowo przechodząc w opary powietrzne (bogatsze w azot), a to w ilości, potrzebnej do ostatecznego skroplenia azotu. Cała zbywająca ilość pozostaje w stanie plynym. Następnie płyn i opary przechodzą na talerz zasilający a . Opary przyłączają się do oparów bogatych w azot, które się wywiązują na talerzach A' , poczem mieszanina ta podnosi się razem na talerze A , gdzie odbywa się ostateczna destylacja azotu.

Wynika stąd, że z wtłoczeniem większej ilości odcieku powrotnego do części górnej kolumny A , otrzymuje się tam większą ilość powietrza, odparowywującego w I , podczas gdy wrzenie w części dolnej A' , zależne od nagrzewania E , pozostaje jednakowe. W A będzie przeto, jak to jest koniecznem, ilość oparów rektyfikacji zwiększona dodatkową ilością azotu plynego z

odcieku, jaki ma zostać powtórnie odparowany. Warunki przeto pracy stają się coraz to pomyślniejsze bez potrzeby jakiegokolwiek mozolnej regulacji.

Nie należy zapominać, że, pomimo użycia materiałów, ze złych przewodników ciepła niepodobna uniknąć przedostania się do kolumny rektyfikacyjnej przez ścianki aparatu niewielkiej ilości ciepła, które sprzyja tworzeniu się oparów, t. j. nagrzewaniu się aparatu. O ile nie zapobiec temu, cały aparat nagrzeje się i na talerzach nie pozostanie płyn. Trzeba przeto koniecznie aparat ochłodzić, żeby utrzymać oziębienie jego niezmiennem.

W tym celu umieszcza się z boku aparatu rektyfikacyjnego chłodnicę rurkową *U* i do jej komory wprowadza się powietrze płynne ze sprężarki, która je wytwarza. Powietrze płynne wchodzi przez *y*, a opary powietrza bardzo zimne wychodzą przez *u* i wracają do sprężarki, wytwarzającej płynne powietrze.

Z drugiej strony przez rurkę *v* odciąga się pewną ilość oparów z rektyfikatora, czerpiąc je ze stopnia, gdzie jest już dość dużo tlenu. Opary skraplają się przy bezwzględnej temperaturze, wyższej od temperatury powietrza płynnego, nawet bez potrzeby sprężania i wracają w stanie płynnym na ten sam talerz, z którego były odciągnięte. Do zmierzenia stopnia oziębienia, osiągniętego w ten sposób, pomieszcza się czuły termometr *t* z tarczą (skala) na wybranym stopniu. Jeżeli kolumna rektyfikacyjna nie oddaje potrzebnej ilości ciepła, termometr *t* podnosi się i należy wpuścić pewną ilość powietrza płynnego kranem *y* do chłodnicy *U*; przeciwnie zaś, zmniejszyć tę ilość, skoro termometr wykazuje tendencję spadania.

Tlenowi są również właściwe pewne zanieczyszczenia, a mianowicie: argon, który wrze przy $-187^{\circ} = 86^{\circ}$ bezwzgl., t. j. między temperaturą wrzenia tlenu i azotu, a następnie krypton i ksenon, daleko mniej lotne niż tlen.

Oddzielenie tych trzech zanieczyszczeń jest bardzo łatwe, jeżeli się zwrócić do teorii rektyfikacji ciągłej alkoholu E. Barbet'a. Wynika z niej, że argon, wydany z wyższych powierzchni kolumny rektyfikacyjnej przez odciek powrotny i oddestylowany z części niższej aparatu przez wrzenie, zmuszony jest zatrzymać się na jakimś talerzu pośrednim. Wystarczy zatem umieścić na piętrze o największej koncentracji kran *Ar*, z odgiętą rurką połączoną w płyn, aby odciągnąć płyn a nie gaz. Jeżeli miarkować kran w ten sposób, że odciągnięta ilość wynosi $\frac{1}{4}\%$ — $\frac{1}{3}\%$, to nie pozostanie śladu argonu ani w tlenie, ani w azocie.

Co się tyczy kryptonu i ksenonu, to przy odciąganiu tlenu w postaci gazu przez *Ox*, a więc z talerza o kilka talerzy ponad spodem kolumny, dwa powyższe zanieczyszczenia będą się gromadziły na dole i w aparacie rurkowym *E*. Ilość ich nie powinna tam jednak wzrastać niepomieranie, czemu można zapobiec, odciągając ciągle po trochu płynu w *X*, około $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$, a nawet 1%, stosownie do analizy tlenu, który powinien być chemicznie czysty. W ten sposób wszystkie trzy zanieczyszczenia: argon, krypton i ksenon wydzielić można, nie uciekając się do żadnego osobnego skraplania, ani sztucznych jakichkolwiek środków.

Aparat, tak zestawiony, jest nader pośluszny w pracy, czyni zadosyć wszelkim wymaganiom co do czystości i charakteru wytwarzania. Czyste gazy, azot i tlen, doprowadzone do temperatury zwykłej, przechodzą przez liczniki *M* i *M'*, które pozwalają bardzo dokładnie umiarkować ich ilości stożkowe. Zasilanie powietrzem kolumny rektyfikacyjnej jest bardzo łatwe.

Pozostaje przypomnieć, że powietrze sprężane winno być starannie uwolnione przedewszystkiem od kwasu węglowego przepuszczaniem w postaci drobnych pęcherzyków przez roztwór sody żrącej lub kwaśnego węglanu sodu, następnie zaś od

wilgoci przepuszczeniem przez kwas siarczany o 50—55° Baumé.

Na aparacie trzeba umieścić manometry i termometry elektryczne albo inne i zapatrzyć go w bardzo staranną otulinę.

Uwidoczniony na fig. 1 zespół do skraplania powrotnego odcieku azotu jest tylko jednym z przykładów wykonania, rzecz jednak prosta, że doświadczony konstruktor może zmieniać według swej woli sprężanie, chłodzenie i wyzyskiwanie oziębienia przez wymianę. Zawsze tylko wypada mieć na widoku oszczędność zimna, aby aparat, raz puszczony w ruch, wystarczał sam sobie jak można najkorzystniej.

Możnaby, np., przełożyć budowę wymienników według szkicu przedstawionego na fig. 2.

Sprężarka *J* daje tu azotowi sprężenie nieco większe, niż w przykładzie poprzednim. Podwójna ilość azotu, wychodząc z części górnej kolumny, oziębia azot bardziej sprężony przez *J*, np. od 5 do 6 atm. Azot sprężony, oziębiony w *H*, jest jeszcze w stanie gazowym. Zamiast go skraplać, według schematu poprzedniego, kieruje się go do komory rurkowej *E*, gdzie się on całkowicie skrapla. Ponieważ masa azotu jest większa od masy powietrza, które według fig. 1 płynęło do *E*, osiąga się przeto ostatecznie większe odparowanie tlenu, a stąd wzmożone wrzenie aparatu rektyfikacyjnego i dokładniejsze oczyszczenie. Azot, zupełnie skroplony w *E*, przechodzi przez rozdzielacz, podnosi się swoim ciśnieniem aż do *n*, dostaje się na najwyższy talerz kolumny rektyfikacyjnej i tam tworzy obfity powrotny odciek azotu. W rozdzielaczu *e* azot częściowo rozpręża się i gazuje, co pozwoli odciągnąć przez *N* lekkie gazy: neon, wodór i hel. Azot pasteuryzowany zostaje odciągnięty, jako płyn, w *m*, a potem przechodzi w stan lotny w *B*, gdzie drogą wymiany utajonego ciepła parowania skrapla mniej więcej jednakową ilość powietrza, ściekającego stamtąd celem zasilenia ko-

lumnny przez separator *T*. Następnie azot dąży dalej do wymienników, a z nich do licznika *M*. W odciąganiu tlenu w postaci gazu przez *Ox* nie zmienia się nic oprócz tego, że powietrze, które wyzyskuje zimno czystego tlenu, ma nieznaczne tylko ciśnienie, najwyżej 0,2 atm i w rezultacie nie potrzebuje chłodnicy wodnej. *F* i *G* oznaczają dwa wymienniki, a tlen wychodzi przez licznik *M'*. Powietrze, ochłodzone w *F* i *G*, nie mogące jednak być skroplonem, podnosi się do *Q*, gdzie się przyczynia do zasilania aparatu. Zasilanie jest więc podwójne: przez *P* wchodzi około $\frac{3}{4}$ potrzebnego powietrza w postaci płynu, reszta przez *Q* w stanie gazu, ale bardzo zimnego.

Urządzenie znacznieby się uprościło, szczególnie w części górnej aparatu, gdyby zaniechać odciągania gazów rzadkich. Co się tyczy czystości tlenu, to wydzielanie argonu, kryptonu i ksenonu jest tak proste, nie wymaga bowiem ani wymienników, ani chłodnic, że nie warto pozbawiać się urządzeń, gwarantujących tę czystość.

Jak widać z powyższego, praca wymaga zastosowania znacznej ilości chłodnic lub wymienników. Chłodnice te muszą posiadać znaczną stosunkowo wydajność, żeby odzyskać zimno czystych gazów, otrzymywanych z powietrza świeżego, wprowadzanego do aparatu celem skroplenia i rektyfikacji. Wszelako budowa tych wymienników przedstawia poważne trudności konstrukcyjne, o ile praca ma się odbywać ekonomicznie.

Wymiana temperatury dwóch gazów wymaga wielkich powierzchni, gdyż współczynnik przewodnictwa cieplnego gazów jest bardzo mały w porównaniu z współczynnikiem przewodnictwa pary wodnej. Można jednak podnieść bardzo poważnie współczynnik, jeżeli się zmusi gaz do przechodzenia wzdłuż ścianek metalowych z bardzo znaczną szybkością, np. 10—15 m na sekundę. Do dopięcia tego celu należy

zmniejszyć średnicę rurek mniej więcej do grubości otwora, zredukować ilość ich, ale wzmianki znacznie je przedłużyć. Ponieważ jednak walcować rurki długości 10—12 m jest trudno, jak również praca w warunkach, transport i ustawianie na miejscu przyrządów z rurkami o 10—12 m długości nastrocza poważne trudności, należy więc powiększyć ilość pęków rur i łączyć je szeregowo, np. dziesiątkami. Udzielenie wielkiej szybkości gazom, przechodzącym wewnątrz rur, jest jeszcze rzeczą możliwą przez zmniejszenie średnicy wewnętrznej rur i ich liczby. Należy jednak nadać zarazem tę samą wielką szybkość i gazowi, który krąży z zewnątrz rur; to zaś przedstawia trudność, wzrastającą jeszcze w pewnych wypadkach wskutek tego, że gaz ten znajduje się często pod pewnym ciśnieniem od 3 do 5 atm, które zmniejsza jego objętość. Wreszcie wymienniki, najbliższe do kolumny rektyfikacyjnej, pracują przy temperaturze -190° , co również poważnie zmniejsza objętość gazu.

Fig. 3 daje przecięcie pionowe konstrukcji wymiennika, pozwalającego osiągnąć zamierzony rezultat.

Snop rurek niezmiernie długi nie jest prosty. Na niewielkiej odległości od każdej z tarcz 1 i 2 rurki 3 są odchylone do środka aby mogły się pomieścić w walcu 4 o przekroju daleko mniejszym od tarcz. Od tego miejsca zatem kanał na gaz jest znacznie zwężony, a prędkość przepływu powiększona. Dochodzi się do ostatecznych granic, jeżeli snop rur będzie tak ścieśniony, że rurki się zetkną; w tym wypadku przejście dla gazu zewnętrznego staje się daleko mniejszem, niż wewnętrzny przewód rur. Skoro przejście to ma być powiększone, można nalutować na rurkach 3 co pewien odstęp drut miedziany albo takąż obrączkę 5 należytej grubości, obliczonej w ten sposób, aby między wszystkimi rurkami pozostawała jednakowa zawsze przestrzeń. Najkorzystniej ustawić obrączki w ten sposób,

aby nigdy dwie z nich nie mogły się dotykać, gdyż to podwoiłoby odległość między rurkami. Ten środek daje przeto możliwość nadania gazom z zewnątrz rur dowolnej szybkości. Pozostaje tylko znaleźć konstrukcję, pozwalającą zrealizować to urządzenie. Cel ten można osiągnąć w rozmaity sposób. Jeden ze sposobów pokazany na rysunku, przedstawia się jak następuje:

Snop rur umieszcza się w walcu prostym 4, tak by rury wychodziły na 50 cm poza okucie dolne 6. Końce rurek są dostatecznie cienkie, żeby je można było łatwo gnać w ręku. Po zbliżeniu dna 1, przewleka się przez otwory jego jedną za drugą, rząd za rzędem rurek. Koniec każdej rury wypuszcza się na 2—3 cm z dna i mocuje przez odpowiednie rozwalcowanie. Po ukończeniu tej czynności wstawia się dno i rurki w rozszerzoną część 7 walca i przynitowuje brzeg dna w miejscu, jakie winno ono zajmować. W tym momencie walec kończy się w 8; cała wyższa część walcowo-stożkowa 11 nie jest jeszcze dołączona. Walec 4 zaopatrzony jest w pierścień mosiężny 9 o gwincie zewnętrznym, na który nasrubowuje się następnie kołnierz 10. Tymczasem kołnierz ten nie jest jeszcze związany z piścieniem 9 i może się ślizgać po walcu 4, również jak i cała część 11, z której górnego stożka wszystkie rurki wystają na jakieś 60—80 cm.

Powtarza się wówczas czynność, skuteczną już przy dnie dolnem. Przez otwory w tarczy 2 przewleka się rząd za rzędem, rurki 3, które powinny wystawać na kilka centymetrów, poczem końce te rozwalcowuje się. Wreszcie podciąga się część walcowo-stożkową 11, nawet nieco ponad jej pozycję normalną. Teraz nasrubowuje się okucie 10 na gwint 9 tak, aby górne powierzchnie tych części przypadły na tym samym poziomie, zakłada się szczęliwo i doprowadza część 11 do zetknięcia się z niem, poczem zaciska się je między koł-

nierzami zapomocą śrub. Pozostaje jeszcze tylko przynitować brzeg dna 2 i aparat jest gotów. Do osiągnięcia wreszcie zupełnej szczelności zalać można powierzchnie zewnętrzne den 1 i 2 lutem cynowym.

Łatwo spostrzec, że gaz, przybywający przez rurę 12, płynie bez przeszkody między rurkami, ponieważ w tem miejscu są one wzajemnie dość odległe, dalej gaz się dzieli i krąży w każdym z małych kanałków pomiędzy rurkami, w części zwężonej otaczającej je powłoki walcowej 4.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania czystego azotu i tlenu w jednym przebiegu roboczym, znamienne tem, że powietrze przeznaczone do rozkładu podlega w kolumnie nieprzerwanej rektyfikacji ciągłej w ten sposób, iż w celu całkowitego wydzielenia tak zwanych gazów szlachetnych azot, otrzymywany z najwyższej części kolumny rektyfikacyjnej, zostaje po skropleniu uwolniony od gazów szlachetnych zapomocą rozprężenia i zwrócony do części górnej kolumny w stanie płynnym, gdzie na górnych talerzach zostaje oddzielony od zanieczyszczeń przez wrzenie powtórne, będąc w stanie ciekłym odbierany z talerzy górnych, podczas gdy argon odciąga się w stanie płynnym w miejscu jego największego stężenia, t. j. w pobliżu środka kolumny, a tlen — w części dolnej kolumny w celu wydzielenia niewielkiej ilości gazów szlachetnych częściowo w stanie płynnym, przeciwnie zaś czysty tlen w stanie gazowym odciąga się z talerzy nieco wyżej od spodu kolumny.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienne tem, że część tylko, około połowy azotu płynnego, powracającego do kolumny rektyfikacyjnej, odciąga się w stanie czystym na jednym z górnych talerzy kolumny rektyfikacyjnej, osiągając azot handlowy czysty.

3. Sposób według zastrz. 1, znamienne tem, że czystość odciągniętego azotu reguluje się szybkością krążenia, udzieloną azotowi przez zmianę biegu sprężarki, sprężającej azot w stanie gazowym, w celu jego skroplenia.

4. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 1—3, znamienne tem, że kolumna rektyfikacyjna w swej części górnej zaopatrzona jest w dopływ (*n*) azotu płynnego, poniżej — w odpływ (*m*) dla czystego azotu płynnego, a prawie w połowie — w odpływ (*Az*) dla argonu płynnego, zaś w swej części dolnej w dwa odpływy, z których przez jeden (*X*) odciąga się tlen razem z ksenonem i kryptonem, a przez drugi (*Ox*) powyżej — czysty tlen płynny.

5. Urządzenie według zastrz. 4, znamienne tem, że między odpływem (*Az*) dla azotu gazowego i dopływem (*n*) włączony jest przyrząd do wydzielania przez rozprężenie neonu, helu i wodoru.

6. Urządzenie według zastrz. 4, znamienne tem, że prawie w środku kolumny włączony jest przewód boczny (*v*), który prowadzi część gazów do chłodnicy pomocniczej (*U*).

7. Urządzenie według zastrz. 4—6, znamienne tem, że posiada wymiennik ciepła zaopatrzony w snop rurek bardzo długich, zwężony pośrodku i ułożony w osłonie (*1*), posiadającej na końcach komory o znacznym przekroju poprzecznym, w których otwierają się końce rurek każdego snopa.

8. Urządzenie według zastrz. 7, znamienne tem, że rurki w środku przyrządu zaopatrzone są w pewnych odstępach w małe obrączki, zapewniające odpowiedni luz między rurkami.

Société
E. Barbet & Fils & Cie.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

Fig.1.

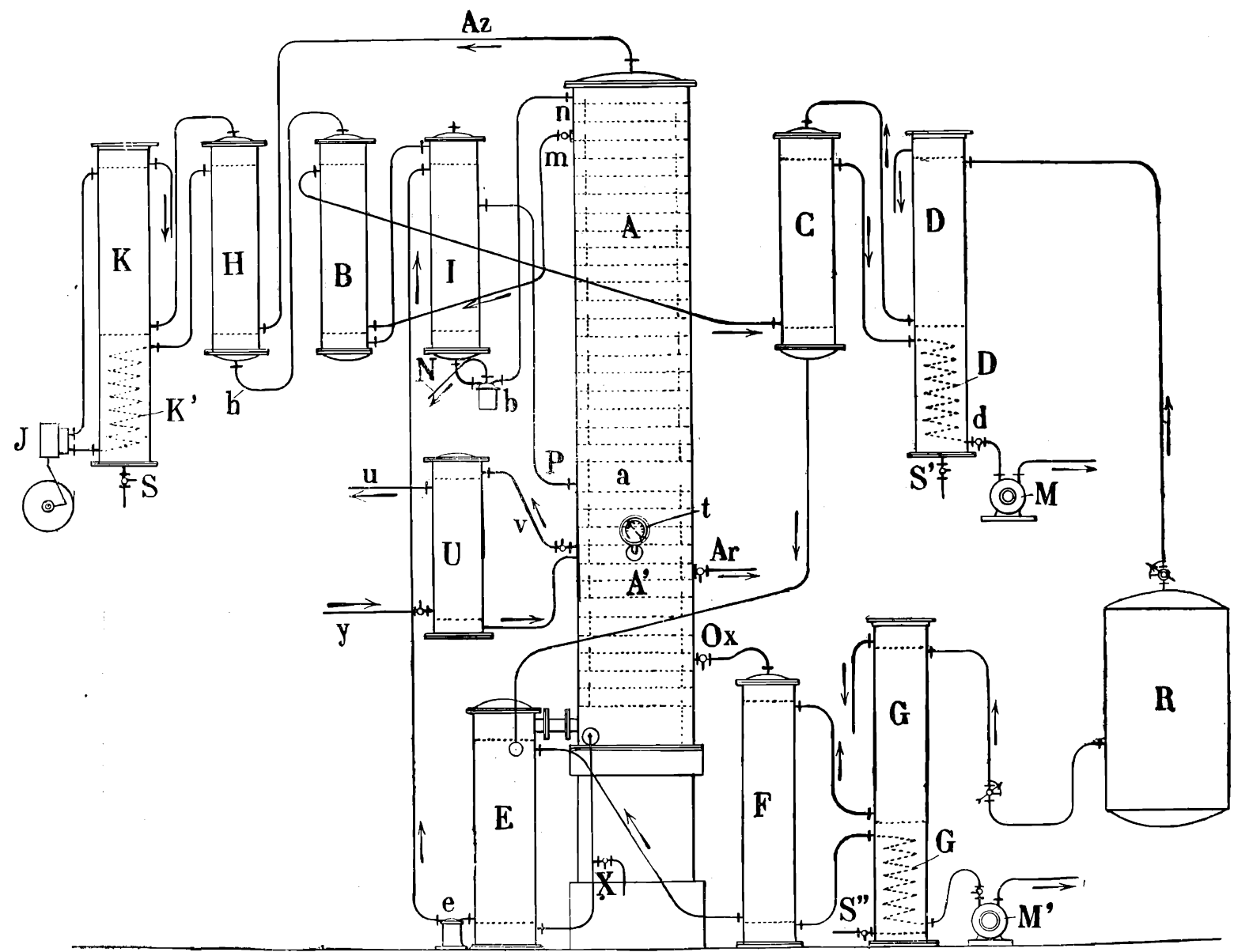


Fig. 2.

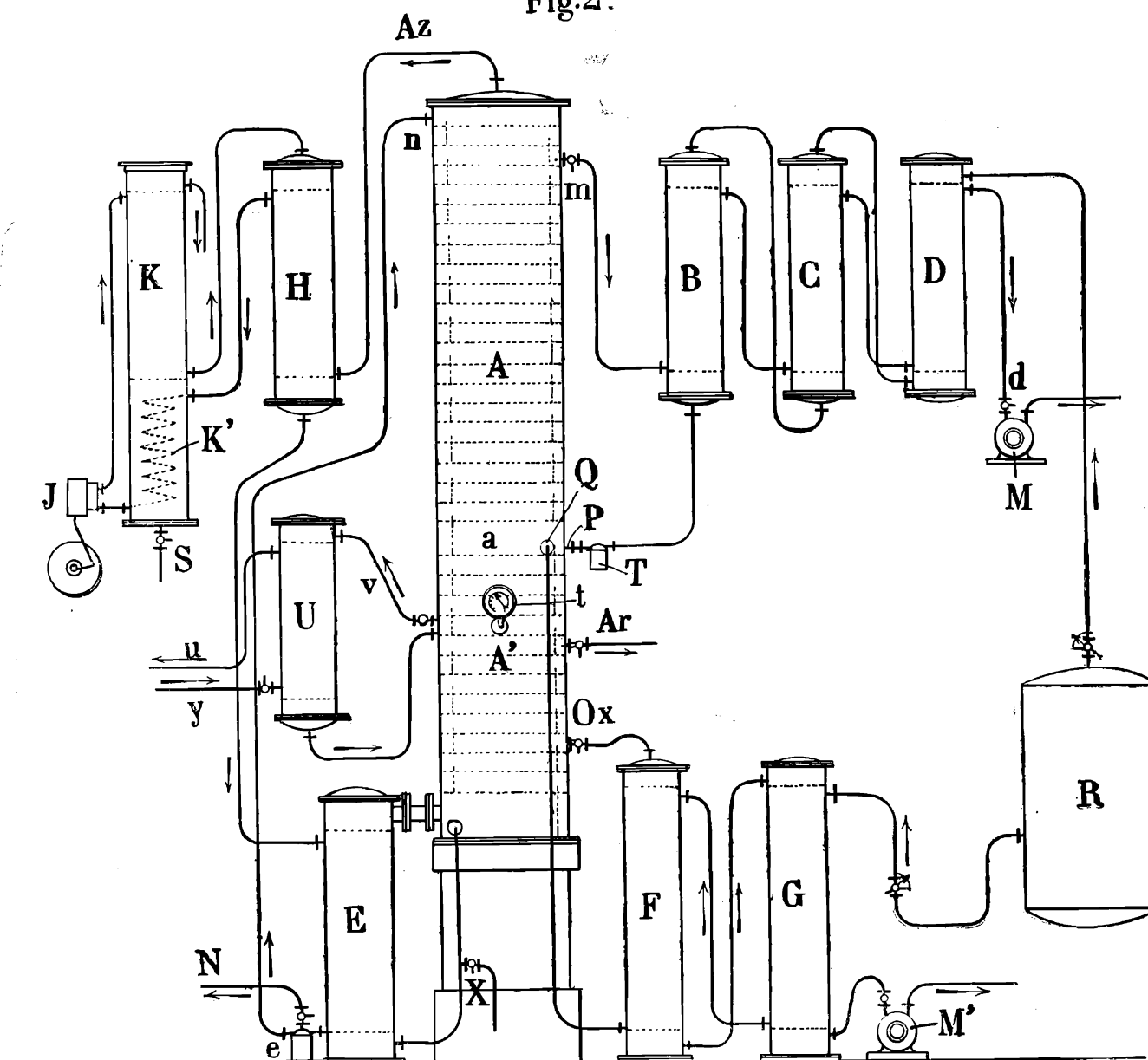


Fig. 3.

