



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101726158 A

(43) 申请公布日 2010.06.09

(21) 申请号 200910198685.4

(22) 申请日 2009.11.12

(71) 申请人 上海启元科技发展有限公司

地址 201203 上海市张江高科技园区达尔文路 88 号 1 幢 402 室

申请人 上海启元空分技术发展有限公司

(72) 发明人 俞建 周大荣 严寿鹏 陈志诚 刘剑

(74) 专利代理机构 上海科盛知识产权代理有限公司 31225

代理人 林君如

(51) Int. Cl.

F25J 3/08 (2006.01)

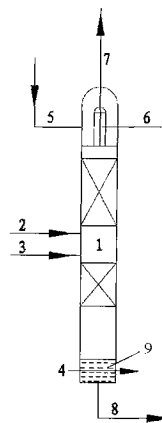
权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种从浓缩氦氖液中去氧及甲烷的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种从浓缩氦氖液中去氧及甲烷的方法,该方法包括以下步骤:将原料及惰性气体引入精馏塔,精馏塔塔顶设有冷凝蒸发器,塔釜采用电加热元件或气体加热,控制塔内的上升气量,原料经精馏塔精馏后,氦氖浓缩液从塔釜引出,氮气、氧气及甲烷混合物从塔顶引出。与现有技术相比,本发明填充低沸点惰性气体稀释塔顶氧气、甲烷的浓度保证装置安全运行,提高氦氖的回收率,塔顶部排放的气体中氮含量不超过 30ppm,本工艺流程简单、经济效益好、提高了装置运行安全性能、操作简单、节省了设备投资费用和能源消耗,避免利用高温化学催化法清除甲烷。



1. 一种从浓缩氮氙液中去除氧气及甲烷的方法,其特征在于,该方法包括以下步骤:将原料及惰性气体引入精馏塔,精馏塔塔顶设有冷凝蒸发器,塔釜采用电加热元件或气体加热,控制塔内的上升气量,原料经精馏塔精馏后,氮氙浓缩液从塔釜引出,氮气、氧气及甲烷混合物从塔顶引出。

2. 根据权利要求1所述的一种从浓缩氮氙液中去除氧气及甲烷的方法,其特征在于,所述的原料为含有氧气及甲烷的贫氮氙混合物,通过液体泵增压或者汽化自增压后以液体或气体形式进入精馏塔中部。

3. 根据权利要求1所述的一种从浓缩氮氙液中去除氧气及甲烷的方法,其特征在于,所述的惰性气体包括氮气或氮氙混合气体,从精馏塔中上部或原料进口以上位置或与原料进口等高的位置引入精馏塔。

4. 根据权利要求1所述的一种从浓缩氮氙液中去除氧气及甲烷的方法,其特征在于,所述的冷凝蒸发器采用液氮作为冷源,使塔内上升蒸汽冷凝成回流液,控制塔内温度为 $-190 \sim -110^{\circ}\text{C}$ 进行精馏。

5. 根据权利要求1所述的一种从浓缩氮氙液中去除氧气及甲烷的方法,其特征在于,所述的氮氙浓缩液中氮氙的摩尔浓度不低于99.9%。

6. 根据权利要求1所述的一种从浓缩氮氙液中去除氧气及甲烷的方法,其特征在于,所述的精馏塔及连接在塔上低温管线及阀门包在充有绝热材料超细玻璃棉或膨胀珍珠岩绝热材料的冷箱内。

## 一种从浓缩氦氙液中去除氧气及甲烷的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及稀有气体净化、提纯领域,尤其是涉及一种从浓缩氦氙液中去除氧气及甲烷的方法。

### 背景技术

[0002] 从上塔的普通液氧中提取氦氙工艺,首先将液氧送入一氦塔进行第一次氦氙浓缩,得到贫氦氙液,由于甲烷、氦、氙都属于高沸点的物质,难以分离,贫氦氙液经过高温催化反应,甲烷与氧气燃烧反应,进入分子筛纯化系统脱除反应生成的二氧化碳和水,送入低温精馏系统。在除氧塔(二氦塔)内分离氧气,如果精馏不彻底,或充装运输中被污染,约99.5%的氦氙液中含有约0.2%~1%的氧,约0.1%甲烷,直接送入除甲烷系统,由于吸附损失,氦氙的提取率将非常低。浓缩氦氙送入精馏系统,利用氦、氙、氧、甲烷的沸点差异,甲烷和氧从塔顶排放,浓缩氦氙液中甲烷与氧气比例为1:4,塔顶氧气中甲烷浓度将达到20%,超过0.5%最高允许含量,直接威胁到氦氙分离设备运行的安全,可能造成爆炸,这是十分危险的。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的就是为了克服上述现有技术存在的缺陷而提供一种提高氦氙回收率、工艺流程简单、经济效益好的从浓缩氦氙液中去除氧气及甲烷的方法。

[0004] 本发明的目的可以通过以下技术方案来实现:

[0005] 一种从浓缩氦氙液中去除氧气及甲烷的方法,其特征在于,该方法包括以下步骤:将原料及惰性气体引入精馏塔,精馏塔塔顶设有冷凝蒸发器,塔釜采用电加热元件或气体加热,控制塔内的上升气量,原料经精馏塔精馏后,氦氙浓缩液从塔釜引出,氮气、氧气及甲烷混合物从塔顶引出。

[0006] 所述的原料为含有氧气及甲烷的贫氦氙混合物,通过液体泵增压或者汽化自增压后以液体或气体形式进入精馏塔中部。

[0007] 所述的惰性气体包括氮气或氦氙混合气体,从精馏塔中上部或原料进口以上位置或与原料进口等高的位置引入精馏塔。

[0008] 所述的冷凝蒸发器采用液氮作为冷源,使塔内上升蒸汽冷凝成回流液,控制塔内温度为 $-190 \sim -110^{\circ}\text{C}$ 进行精馏。

[0009] 所述的氦氙浓缩液中氦氙的摩尔浓度不低于99.9%。

[0010] 所述的精馏塔及连接在塔上低温管线及阀门包在充有绝热材料超细玻璃棉或膨胀珍珠岩绝热材料的冷箱内。

[0011] 与现有技术相比,本发明具有以下优点:

[0012] (1) 采用填充低沸点惰性气体(例如氮气,氩气或者其混合气)的方法稀释塔顶氧气、甲烷的浓度,在含氧氦氙混合物中控制甲烷浓度低于0.5%,保证装置安全运行;

[0013] (2) 提高了氦氙的回收率,塔顶部排放的气体中氦含量不超过30ppm;

[0014] (3) 使得甲烷从塔顶部彻底脱除,塔釜馏出液中甲烷含量不超过 0.3ppm;

[0015] (4) 工艺流程简单、经济效益好、提高了装置运行安全性能、操作简单、节省了设备投资费用和能源消耗,避免再次利用高温化学催化法清除甲烷。

### 附图说明

[0016] 图 1 为实施例 1 中的工艺流程图;

[0017] 图 2 为实施例 2 中的工艺流程图。

[0018] 图中 1 为精馏塔、2 为惰性气体、3 为原料、4 为惰性气体、5 为液氮、6 为冷凝蒸发器、7 为氮气、氧气及甲烷混合物、8 为氮氙浓缩液、9 为电加热元件。

### 具体实施方式

[0019] 下面结合附图和具体实施例对本发明进行详细说明。

[0020] 实施例 1

[0021] 一种从浓缩氮氙液中去氧及甲烷的方法,其工艺流程如图 1 所示,该方法包括以下步骤:将氧气及甲烷的贫氮氙混合物的原料 3 通过液体泵增压后以液体形式进入精馏塔 1 的中部,原料 3 的流量为  $0.1\text{m}^3/\text{h}$ ,氮的摩尔含量为 78%,氙的摩尔含量为 21.5%,氧的摩尔含量为 0.3%,甲烷的和氟化物总含量为 1150ppm,惰性气体 2 为氮气,流量为  $0.3\text{m}^3/\text{h}$ ,从精馏塔 1 的中上部引入塔内。精馏塔 1 的塔顶设有冷凝蒸发器 6,采用液氮 5 作为冷源,使塔内上升蒸汽冷凝成回流液,控制塔内温度为  $-190^\circ\text{C}$  进行精馏。惰性气体 4 为氮气,流量为  $0.5\text{m}^3/\text{h}$ ,从精馏塔 1 的塔釜引入塔内,塔釜设有电加热元件 9,控制塔内的上升气量。原料 3 经精馏塔 1 精馏后,氮氙浓缩液 8 从塔釜引出,氮氙的摩尔浓度为 99.9%,甲烷的摩尔浓度为  $0.2 \times 10^{-6}$ ,氮气、氧气及甲烷混合物 7 从塔顶引出,混合物组成为 99% 氮气、0.1% 氧气、0.03% 甲烷。精馏塔 1 及连接在塔上低温管线及阀门包在充有超细玻璃棉绝热材料的冷箱内。

[0022] 实施例 2

[0023] 一种从浓缩氮氙液中去氧及甲烷的方法,其工艺流程如图 2 所示,该方法包括以下步骤:将氧气及甲烷的贫氮氙混合物的原料 3 通过汽化自增压后以气体形式进入精馏塔 1 的中部,原料 3 的流量为  $0.2\text{m}^3/\text{h}$ ,氮的摩尔含量为 75%,氙的摩尔含量为 20%,氧的摩尔含量为 0.3%,甲烷的和氟化物总含量为 1500ppm。精馏塔 1 的塔顶设有冷凝蒸发器 6,采用液氮 5 作为冷源,使塔内上升蒸汽冷凝成回流液,控制塔内温度为  $-110^\circ\text{C}$  进行精馏。惰性气体 4 为氮氙混合气体,流量为  $0.4\text{m}^3/\text{h}$ ,从精馏塔 1 的塔釜引入塔内,塔釜采用气体加热,控制塔内的上升气量。原料 3 经精馏塔 1 精馏后,氮氙浓缩液 8 从塔釜引出,氮氙的摩尔浓度为 99.95%,甲烷的摩尔浓度为  $0.1 \times 10^{-6}$ ,氮气、氧气及甲烷混合物 7 从塔顶引出,混合物组成为 99% 氮气、0.2% 氧气、0.1% 甲烷。精馏塔 1 及连接在塔上低温管线及阀门包在充有膨胀珍珠岩绝热材料的冷箱内。

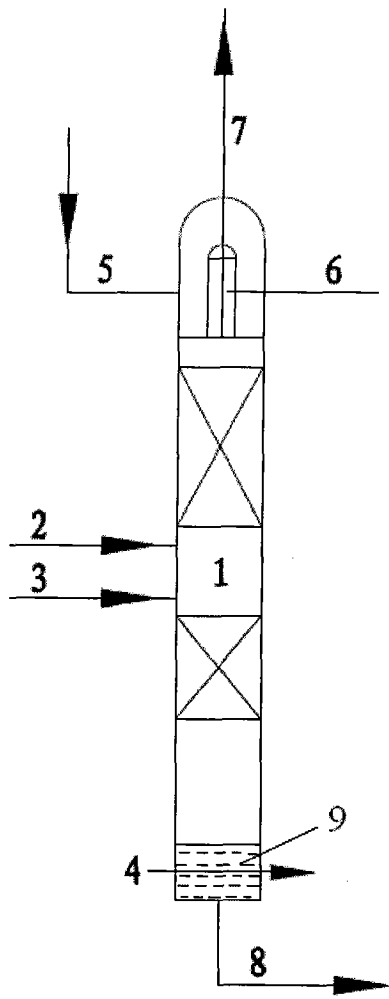


图 1

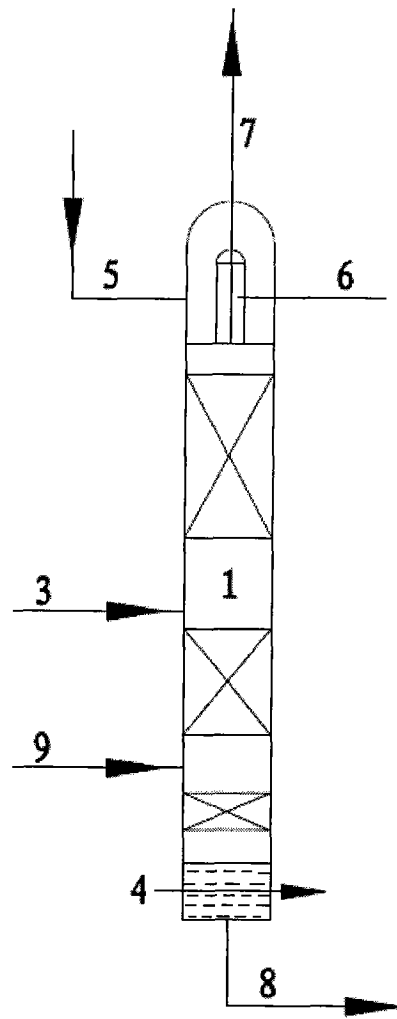


图 2