РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** (11) **2 870 856**(13) **C1**

(51) МПК
F25J 3/08 (2006.01)
B01D 53/04 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
F25J 3/08 (2026.05); B01D 53/04 (2026.05)

(21)(22) Заявка: **2026103019, 05.02.2026**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
05.02.2026

Дата регистрации:
28.09.2026

Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: **05.02.2026**

(45) Опубликовано: **28.09.2026** Бюл. № **28**

Адрес для переписки:
105005, Москва, вн.тер.г. Муниципальный округ Басманный, ул. 2-я Бауманская, 5, стр. 1, ФГАОУ ВО "МГТУ", Амелина Ксения Евгеньевна

(72) Автор(ы):
Куприянов Максим Юрьевич (RU),
Бондаренко Виталий Леонидович (RU),
Парфенова Виктория Дмитриевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет) (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **CN 119637819 A, 18.03.2025. SU 204351 A1, 20.10.1967. SU 1677464 A2, 15.09.1991. CN 213528016 U, 25.06.2021. JPS 60200815 A, 11.10.1985.**

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СВЕРХЧИСТОГО АРГОНА

(57) Реферат:

Изобретение относится к получению сверхчистого аргона и может быть использовано, например, в химической промышленности. Техническим результатом является получение сверхчистого аргона с чистотой не менее 99,999999 %. Способ получения сверхчистого аргона характеризуется тем, что подача потока предварительно очищенного аргона из источника аргона по магистрали подачи аргона осуществляется с расходом 20 $м^3$/ч через входной фильтр грубой очистки и расположенный за ним рекуперативный теплообменный аппарат. Нагрев потока аргона, поступающего в основной адсорбционный блок, осуществляется перед поступлением потока аргона со входа основного адсорбционного блока в основной адсорбционный блок посредством нагрева в рекуперативном теплообменном аппарате до температуры более 500 °С. Очистка нагретого потока аргона, поступившего в основной адсорбционный блок, осуществляется как от примесей O_2, так и от примесей CH_4, CO, CO_2, N_2 с общим количеством примесей на выходе основного адсорбционного блока в диапазоне порядка 10 ppb - 1 ppm. Выдача очищенного в основном адсорбционном блоке потока аргона на вход дополнительного адсорбционного блока осуществляется через рекуперативный теплообменный аппарат и расположенный за ним воздушный теплообменный аппарат. Охлаждение потока аргона, очищенного в основном адсорбционном блоке и поступающего в дополнительный адсорбционный блок, осуществляется перед поступлением потока аргона с выхода основного адсорбционного блока на вход дополнительного адсорбционного блока посредством охлаждения в рекуперативном теплообменном аппарате до температуры плюс 350 °С за счет непрямого контакта с потоком аргона, поступившим в рекуперативный

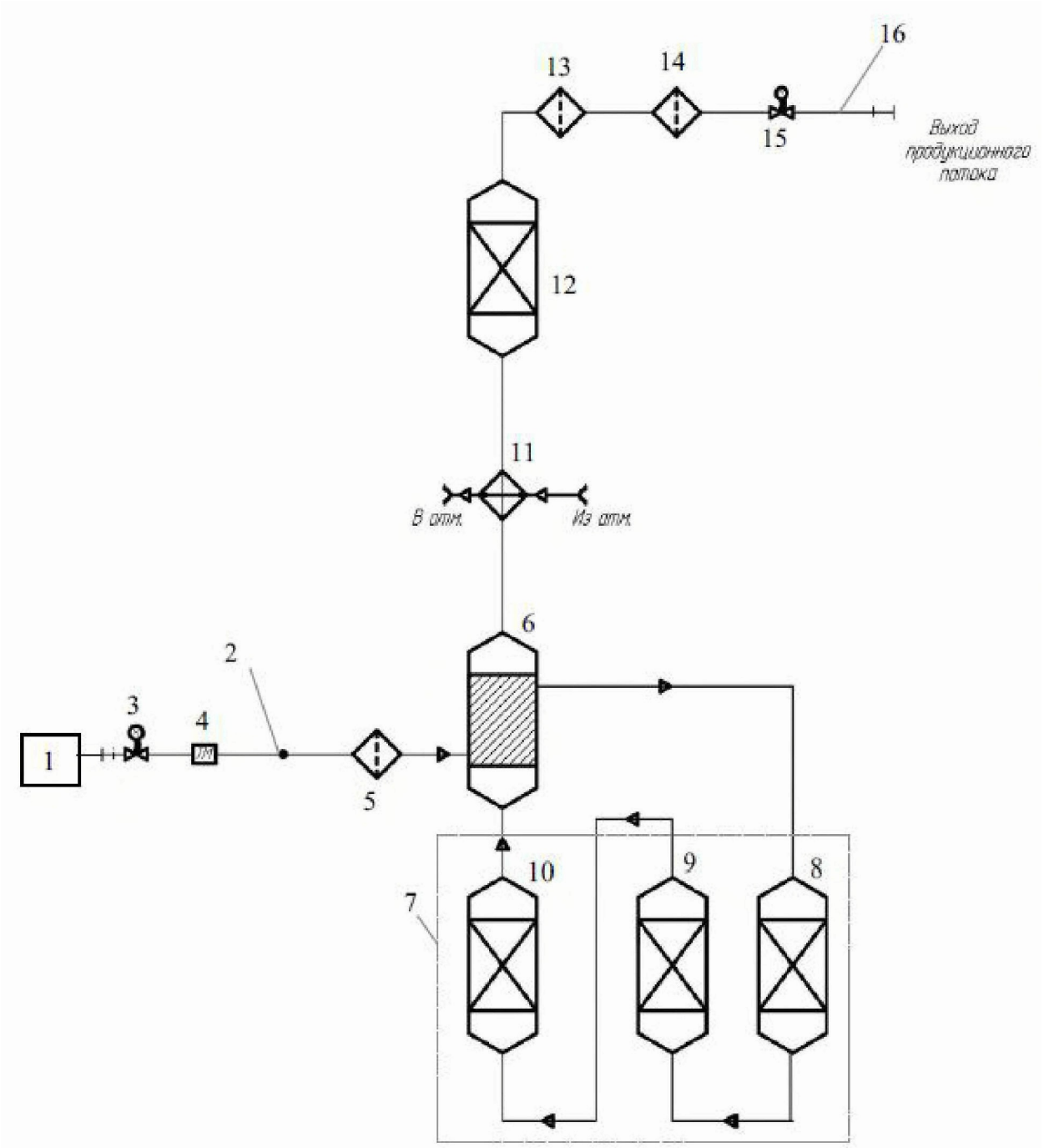
RU 2870856 C1

RU 2870856 C1

теплообменный аппарат с входного фильтра грубой очистки и осуществляется посредством охлаждения в воздушном теплообменном аппарате до температуры из диапазона плюс 20-30 °С. Очистка охлажденного потока аргона, очищенного в основном адсорбционном блоке и поступившего в дополнительный адсорбционный блок, осуществляется преимущественно от примесей H_2 с общим количеством примесей в потоке аргона на выходе дополнительного адсорбционного блока порядка 1 ppb. Выдача очищенного в дополнительном адсорбционном блоке потока аргона в продуктовую магистраль осуществляется через последовательно установленные выходной фильтр грубой очистки и выходной фильтр тонкой очистки при температуре не более плюс 30 °С и давлении не менее 0,6 МПа. При этом нагрев потока аргона в рекуперативном теплообменном аппарате до температуры более 500 °С осуществляется путем нагрева потока аргона до температуры более 500 °С посредством непрямого теплообмена с потоком аргона, очищенным в основном адсорбционном блоке и поступающим в дополнительный адсорбционный блок с последующим подогревом потока аргона до температуры более 500 °С нагревателем рекуперативного теплообменного аппарата. Основной адсорбционный блок состоит из трех последовательно соединенных по направлению потока адсорберов основного адсорбционного блока, являющихся хемоадсорберами, в картриджах которых используется однотипный наполнитель на основе хемосорбента основного адсорбционного блока, дополнительный адсорбционный блок выполнен на основе хемоадсорберов, в картриджах которых используется однотипный наполнитель на основе хемосорбента дополнительного адсорбционного блока. 1 ил.

RU 2870856 C1

RU 2870856 C1



Фиг. 1

RU 2870856 C1

RUSSIAN FEDERATION

FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 870 856**(13) **C1**

(51) Int. Cl.
F25J 3/08 (2006.01)
B01D 53/04 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC
F25J 3/08 (2026.05); B01D 53/04 (2026.05)

(21)(22) Application: **2026103019, 05.02.2026**

(24) Effective date for property rights:
05.02.2026

Registration date:
28.09.2026

Priority:
(22) Date of filing: **05.02.2026**

(45) Date of publication: **28.09.2026** Bull. № **28**

Mail address:
105005, Moskva, vn.ter.g. Munitsipalnyj okrug Basmannyj, ul. 2-ya Baumanskaya, 5, str. 1, FGAOU VO "MGTU", Amelina Kseniya Evgenevna

(72) Inventor(s):
Kupriianov Maksim Iurevich (RU),
Bondarenko Vitalii Leonidovich (RU),
Parfenova Viktoriia Dmitrievna (RU)

(73) Proprietor(s):
Federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego obrazovaniia "Moskovskii gosudarstvennyi tekhnicheskii universitet imeni N.E. Baumana (natsionalnyi issledovatelskii universitet)" (RU)

RU 2870856 C1

(54) METHOD FOR PRODUCING ULTRA-PURE ARGON

(57) Abstract:

FIELD: chemical industry.

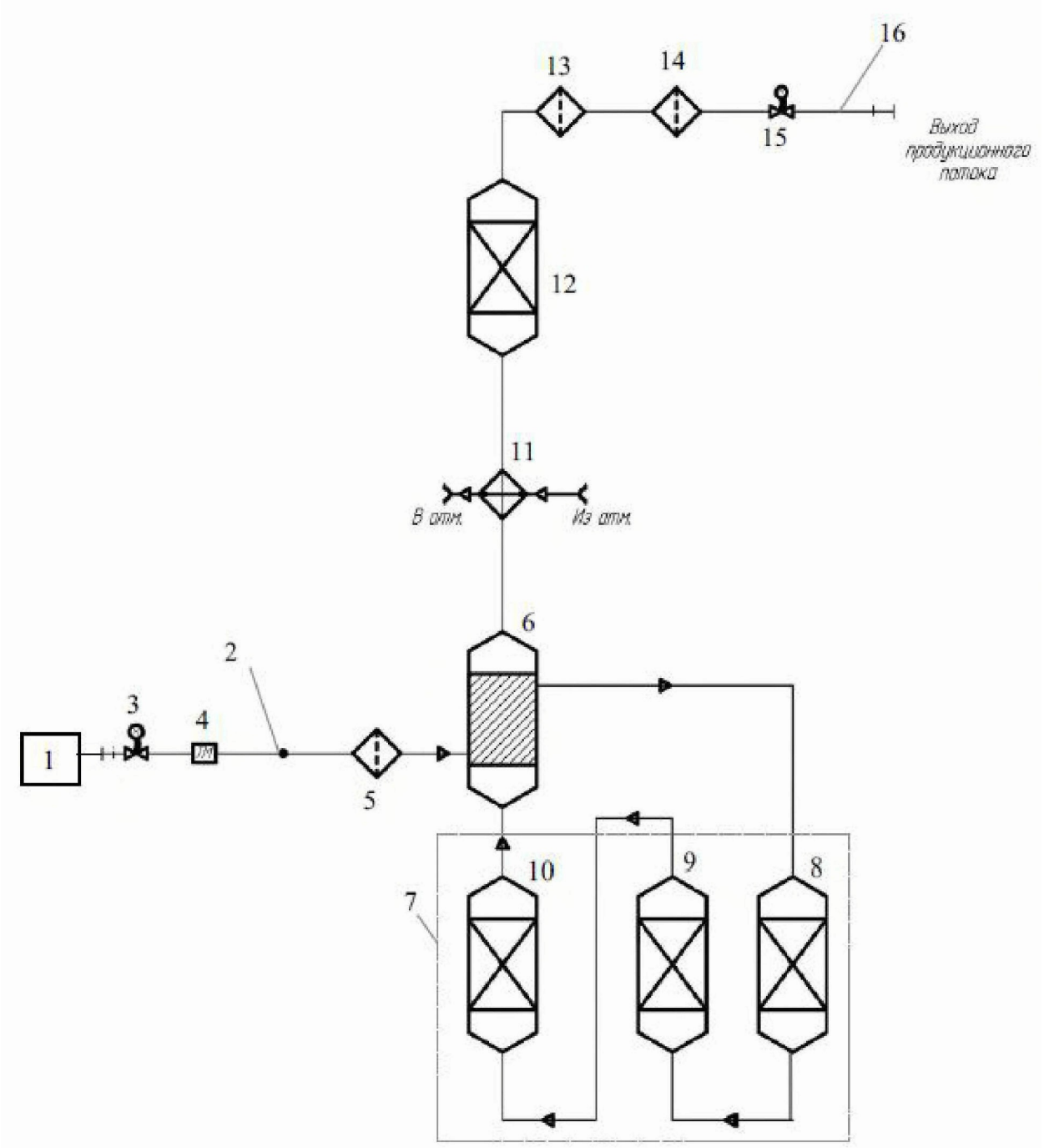
SUBSTANCE: invention relates to the production of ultra-pure argon and can be used. The method for producing ultra-pure argon is characterized in that the a stream of pre-purified argon is supplied from an argon source through an argon supply line at a flow rate of 20 m^3/h through an inlet coarse filter and a recuperative heat exchanger located behind it. The argon flow entering the main adsorption unit is heated before the argon flow enters the main adsorption unit from the inlet of the main adsorption unit by heating in a recuperative heat exchanger to a temperature of more than 500 °C. The heated argon flow entering the main adsorption unit is purified from both O_2 impurities and CH_4, CO, CO_2, N_2 impurities, with the total amount of impurities at the outlet of the main adsorption unit in the range of about 10 ppb - 1 ppm. The argon flow purified in the main adsorption unit is supplied to the input of the additional adsorption unit through a recuperative heat exchanger and an air heat exchanger located behind it. The argon flow purified in the main adsorption unit and entering the additional adsorption unit is cooled before the argon flow enters from the outlet of the main adsorption unit to the inlet of the additional adsorption unit by cooling in a recuperative heat exchanger to a temperature of +350 °C due to indirect contact with the argon flow entering the recuperative heat exchanger from the inlet coarse filter and is carried out by cooling in the air heat exchanger to a temperature in the range of plus 20-30 °C. The cooled argon flow purified in the main adsorption unit and fed to the additional adsorption unit purified primarily from H_2 impurities with the total amount of impurities in the argon flow at the outlet of the additional adsorption unit being about 1 ppb. The argon stream purified in the additional adsorption unit is discharged into the product line through a coarse outlet filter and a fine outlet filter installed in series at a temperature of no more than plus 30°C and a pressure of at least 0.6 MPa. The argon flow is heated in the recuperative heat exchanger to a temperature of more than 500 °C by heating the argon flow to a temperature

RU 2870856 C1

of more than 500 °C by means of indirect heat exchange with the argon flow purified in the main adsorption unit and entering the additional adsorption unit, followed by heating of the argon flow to a temperature of more than 500 °C with a recuperative heat exchanger heater. The main adsorption unit consists of three adsorbers of the main adsorption unit connected in series in the direction of flow, which are chemoadsorbers, in the cartridges of which the same type of filler is used based on the chemisorbent of the main adsorption unit, the additional adsorption unit is made on the basis of chemoadsorbers, in the cartridges of which the same type of filler is used based on the chemisorbent of the additional adsorption unit.

EFFECT: production of ultra-pure argon with a purity of at least 99.999999%.

1 cl, 1 dwg



Фиг. 1

RU 2870856 C1

RU 2870856 C1

Изобретение относится к устройствам и способам для получения сверхчистого аргона, а именно к устройствам и способам адсорбционной очистки (доочистки) недостаточно очищенного аргона и может быть использовано, например, в химической промышленности.

В группе изобретений по патенту CN 104291284 B МПК B01D53/04, C01B23/00, опубл. 22.06.2016 г. описан технологический процесс получения сверхчистого аргона, в котором очистка аргона осуществляется в модуле очистки и фильтрации, во время технологического процесса активация (запуск) модуля очистки и фильтрации происходит при давлении в модуле очистки и фильтрации менее $1{,}5\cdot10^{-5}$ Па с одновременным включением регулятора температуры модуля очистки и фильтрации для поддержания температуры из диапазона от плюс 150 °С до плюс 250 °С в течение 20 - 40 минут и при этом, если по результатам наблюдения за изменением давления не наблюдается превышение величины равной $1{,}5\cdot10^{-2}$ Па, то в модуле очистки и фильтрации поддерживают температуру из диапазона от плюс 350 °С до плюс 450 °С в течение 20-40 минут, а если по результатам наблюдения за изменением давления при повышенных температурах по прежнему не наблюдается превышение величины равной $1{,}5\cdot10^{-2}$ Па, то проводят нагрев модуля очистки и фильтрации до температуры от плюс 450 °С до плюс 550 °С, после чего поддерживают постоянную температуру в течение 30 - 60 минут с активацией геттерного материала модуля очистки и фильтрации. Несмотря на то, что использование этого способа позволяет получать достаточно чистый аргон, он характеризуется сложностью и повышенной сверхчувствительностью параметров технологического процесса по отношению к изменениям температуры и давления в ходе технологического процесса, что приводит к необходимости поддерживать температуру и давление в динамике с очень высокой точностью во всех (даже второстепенных) узлах и модулях реализующей способ системы на всех этапах выполнения способа, и, как следствие, к значительному ухудшению качества очистки аргона даже в результате несущественного однократного изменения температуры и/или давления в одном из узлов или модулей (вызванного, например, изменениями в работе электрических сетей или пусковыми режимами работы оборудования), устранение последствий которого чаще всего приводит к необходимости остановки работы реализующей способ системы в целях ее настройки и регулировки.

Из изобретения (группы изобретений) по патенту US 9676629 B2 МПК B01D53/04, C01B23/00, опубл. 13.06.2017 известен способ адсорбционной очистки жидкого аргона при переменной температуре с использованием гелия (в наиболее предпочтительном варианте) или какого-либо другого инертного газа (смеси инертных газов) в качестве теплоносителя, при этом в процессе работы по крайней мере один слой адсорбента в среде теплоносителя охлаждают до криогенных температур для поддержания аргона в жидкой фазе, а теплоноситель выполняют из материала, значение теплопроводности которого, измеренное при температуре 100 К, является большим или равным 2,0 мВт/(м·К). По мнению авторов изобретения, благодаря очень высокой теплопроводности гелия трудоемкие этапы регенерации (нагревание, регенерация и предварительное охлаждение) в способе интенсификации процесса адсорбции при переменных температурах для удаления примесей из потока жидкой фазы могут быть значительно сокращены, что позволяет очень сильно интенсифицировать этот процесс. Несмотря на то, что этот способ позволяет получать достаточно чистый аргон, он характеризуется очень высокой сложностью и невысокой холодопроизводительностью систем охлаждения и подачи гелия, используемого для подачи в процессе абсорбционной

очистки, из-за чего технологический процесс очистки и получения чистого и сверхчистого аргона становится длительным, достаточно чувствительным к незначительным колебаниям параметров технологического процесса и неэффективным с позиций технико-экономического анализа и широкого внедрения в практику.

В изобретении (группе изобретений) по заявке WO 2014/134383 A1 МПК B01D53/04, C01B23/00, F25J3/04 опубл. 04.09.2014, описан способ получения очищенного сжиженного аргонового продукта, содержащий этапы получения потока загрязненного жидкого аргона на криогенной воздухоразделительной установке с колонной для отделения аргона от кислорода посредством разделения потока исходного сырья на аргоносодержащий поток и воздухосодержащий поток и последующего разделения полученного аргоносодержащего потока на поток загрязненного жидкого аргона и кислородсодержащий поток; очистки потока загрязненного жидкого аргона путем введения потока загрязненного жидкого аргона в слой адсорбента и адсорбции оставшихся примесей кислорода в адсорбенте для получения очищенного потока жидкого аргона, представляющего собой очищенный жидкий аргоновый продукт; чередующегося циклического воздействия на слой адсорбента, при этом цикл воздействия состоит из оперативной фазы, в которой поток неочищенного жидкого аргона очищается внутри слоя адсорбента, и из автономной фазы, в которой происходит регенерация адсорбента в слое адсорбента; поддержания пониженной температуры слоя адсорбента во время оперативной фазы цикла воздействия и отвода из слоя адсорбента потока остаточного жидкого аргона во время автономной фазы цикла воздействия, при этом температуру выбирают достаточной для предотвращения испарения потока жидкого аргона в процессе косвенного теплообмена от слоя адсорбента к потоку хладагента, а отведенный поток остаточного жидкого аргона вводят в криогенную воздухоразделительную установку; регенерации адсорбента путем удаления примесей кислорода из адсорбента, по крайней мере частично, путем пропускания регенерационного газа через слой адсорбента; повторного заполнения слоя адсорбента очищенным потоком жидкого аргона, представляющего собой очищенный жидкий аргоновый продукт перед оперативной фазой цикла воздействия. Использование данного способа на практике позволяет получить аргон высокой чистоты, однако этот способ требует осуществления постоянного оперативного контроля процесса адсорбции и регенерации на всех этапах, а также устранения недостатков управляющих элементов, связанных с их невысокой надежностью и систематически проявляющихся при частом переключении с автономной на оперативную фазу и наоборот.

Из изобретения (группы изобретений) по заявке WO 2014/133896 A1 МПК B01D53/04, C01B23/00, F25J3/04, F25J3/08, опубл. 04.09.2014 г., известен способ получения сжиженного очищенного аргонового продукта, содержащий циклически повторяющиеся этапы подвода потока сжиженного кислородсодержащего аргонового сырья к слою адсорбента с последующим адсорбированием части кислорода в слое адсорбента и выходом сжиженного очищенного аргонового продукта; отвода из слоя адсорбента сжиженного очищенного остаточного жидкого аргона за счет введения продувочного газа; нагрева слоя адсорбента до температур десорбции по крайней мере части адсорбированного кислорода с отводом из слоя адсорбента адсорбированного кислорода таким образом, что обеспечивается повторный ввод в слой адсорбента сжиженного очищенного остаточного жидкого аргона; охлаждения слоя адсорбента таким образом, чтобы слой адсорбента охлаждался до температуры ниже температуры точки кипения аргона. Несмотря на то, что способ и реализующее способ устройство могут быть реализованы как в стационарных, так и в полевых условиях и в них

присутствует возможность подбора адсорбента на предмет соответствия заданным критериям оптимальности, этот способ эффективен только в случае конкретных типов адсорберов и адсорбционных материалов при условии очень незначительных колебаний концентрации аргона в газовой смеси и очень незначительных изменений в составе газовой смеси в процессе работы.

Известен способ извлечения и очистки аргона, описанный в изобретении (группе изобретений) по заявке CN 119637819 A МПК B01D46/00, B01D53/04, B01D53/62, B01D53/86, C01B23/00, опубл. 18.03.2025 г., включающий этапы ввода потока неочищенного аргона в фильтр грубой очистки и фильтрации твердых механических частиц в фильтре грубой очистки; отвода потока отфильтрованного аргона через буферное устройство (фильтр тонкой очистки) и сжатия потока отфильтрованного аргона до давления, по величине превышающего рабочее давление на последующих этапах очистки; ввода потока сжатого аргона через регулирующий клапан в криогенный адсорбер и прохождения через адсорбент и катализатор на различных адсорбционных слоях криогенного адсорбера с удалением влаги, оксида углерода и диоксида углерода в криогенном адсорбере; ввода потока аргона, вышедшего с криогенного адсорбера, в криогенный модуль с последовательным прохождением потока аргона через теплообменник криогенного адсорбера с целью охлаждения и через адсорбционный слой внутреннего криогенного адсорбера для удаления азота, кислорода и примесей с получением потока очищенного аргона; ввода потока очищенного аргона в теплообменник криогенного адсорбера с целью нагрева; вывода нагретого потока очищенного аргона в производственную линию. Несмотря на то, что использование этого способа позволяет достичь выхода 99,999 % чистого аргона, этот способ является крайне энергозатратным, а возможные варианты улучшения этой технологии, направленные на повышение степени очистки аргона, приводят к ее очень сильному усложнению и сводят на нет ее преимущества.

Из изобретения (группы изобретений) по патенту US 9890044 B2 МПК C01B23/00, B01D53/26, опубл. 13.02.2018 г., известен способ очистки аргона, содержащий этапы ввода отработанного аргона в фильтр грубой очистки с удалением твердых частиц и последующим отводом аргона в двухступенчатый компрессор; сжатием аргона в первой ступени двухступенчатого компрессора с повышением температуры аргона до плюс 100 °C - плюс 200 °C, добавлением кислорода и осуществлением в катализаторе за первой ступенью двухступенчатого компрессора каталитической реакции превращения монооксида углерода в диоксид углерода с последующим охлаждением аргона; сжатием аргона в второй ступени двухступенчатого компрессора с повышением температуры аргона до плюс 100 °C - плюс 200 °C, добавлением водорода и осуществлением в катализаторе за второй ступенью двухступенчатого компрессора каталитической реакции превращения кислорода в воду; отвода аргона с двухступенчатого компрессора в осушитель с удалением влаги и после осушителя в адсорбционный блок, состоящий из трех адсорбционных колонн, в котором происходит адсорбция азота и диоксида углерода; выхода очищенного аргона из адсорбционного блока. Этот способ характеризуется сложностью реализации и ограниченностью применения.

Известен способ очистки аргоносодержащего газа от примесей методом адсорбции, описанный в изобретении (группе изобретений) по патенту JP 4733960 B2 МПК B01D53/04, C01B23/00, опубл. 27.07.2011, содержащий этапы: подачи аргоносодержащего газа в фильтр грубой очистки, последующего сжатия компрессором и подачи очищенного от твердых частиц аргоносодержащего газа в фильтр тонкой очистки (маслоотделитель, заполненный активированным углем или т.п. веществом); подачи очищенного от масла

и т.п. частиц аргоносодержащего газа в теплообменник с последующим поступлением аргоносодержащего газа в катализаторную трубку, при этом осуществляется нагрев аргоносодержащего газа как нагревателем, так и посредством теплообмена с газами, отводимыми из катализаторной трубки, при этом поддерживается температура в диапазоне плюс 150 °С - плюс 400°С; отвода очищенного от водорода аргоносодержащего газа из катализаторной трубки через теплообменник в две однотипные адсорбционные колонны, попеременно работающие в режиме адсорбции и регенерации для адсорбции и удаления воды, диоксида углерода, азота и монооксида углерода из аргона, при этом в каждой из адсорбционных колонн осуществляется последовательное прохождение аргоносодержащего газа через первый адсорбционный слой для удаления воды, второй адсорбционный слой для удаления диоксида углерода и третий адсорбционный слой для удаления оксида углерода и азота, при этом в состав адсорбентов первого адсорбционного слоя входят силикагель, активированный оксид алюминия и различные цеолиты, такие как КА, Na-A, Ca-A и Na-X, в состав адсорбентов второго адсорбционного слоя входят цеолиты (при использовании цеолитов типа Ca-A и Na-X первый и второй адсорбционные слои могут быть объединены), в состав адсорбентов третьего адсорбционного слоя входит цеолит типа ZSM-5, модифицированный ионами меди, или подобный ему, при этом температурные условия адсорбции в первом, втором и третьем адсорбционных слоях одинаковы в диапазоне температур от плюс 10 °С до плюс 50 °С, а температурные условия регенерации в первом, втором и третьем адсорбционных слоях одинаковы в диапазоне температур от плюс 150 °С до плюс 400 °С; отвода очищенного от примесей аргона в магистраль потребителям, при этом часть отводимых газов (с наименьшей концентрацией чистого аргона) поступает в адсорбционные колонны и используется для охлаждения адсорбционных слоев. Несмотря на то, что использование этого способа гарантирует получение аргона, очищенного до чистоты не менее 99,999 %, его эффективная работа возможна только при условии априорного соблюдения определенного молярного соотношения содержания оксида углерода, кислорода и водорода в содержащем примеси аргоне, подаваемом в катализаторную трубку (содержание оксида углерода превышает содержание кислорода, а содержание кислорода, в свою очередь превышает содержание водорода), что ограничивает использование этого способа отдельными технологическими применениями (в качестве атмосферного газа в печах для производства монокристаллов кремния, используемых в качестве полупроводниковых подложек).

Наиболее близким по технической сущности решением является способ получения сверхчистого аргона, описанный в изобретении по патенту US 9772139 B2 МПК C01B23/00, F25J3/00, F25J3/04, F25J3/08, опубл. 26.09.2017 г. (см. также изобретение по патенту US 9222727 B2 МПК C01B23/00, F25J3/04, F25J3/08, опубл. 29.12.2015 г.), содержащий этапы: подачи потока предварительно очищенного до чистоты 99 %-99,999 % аргона из источника аргона по магистрали подачи аргона до входа основного адсорбционного блока; поступления потока аргона со входа основного адсорбционного блока в основной адсорбционный блок и нагрева потока аргона, поступающего в основной адсорбционный блок; очистки нагретого потока аргона, поступившего в основной адсорбционный блок, от примесей CH_4, CO, CO_2, H_2O, N_2, O_2 в основном адсорбционном блоке; выдачи очищенного в основном адсорбционном блоке потока аргона с выхода основного адсорбционного блока на вход дополнительного адсорбционного блока; поступления очищенного в основном адсорбционном блоке потока аргона в дополнительный адсорбционный блок и охлаждения потока аргона, поступающего в

дополнительный адсорбционный блок; очистки охлажденного потока аргона, очищенного в основном адсорбционном блоке и поступившего в дополнительный адсорбционный блок, от примесей H_2 в дополнительном адсорбционном блоке; выдачи очищенного в дополнительном адсорбционном блоке потока аргона с выхода дополнительного адсорбционного блока в продуктовую магистраль. Несмотря на то, что этот способ позволяет получить сверхчистый аргон с чистотой 99.9999 %-99.99999 % из аргона, предварительно очищенного до чистоты 99,0 %-99,999 %, возможности этого способа не позволяют получить аргон с чистотой свыше 99,99999 %. Также следует отметить, что этот способ крайне неэффективен в случае, если в исходном сырье в значительном количестве присутствуют химические примеси, отличные от кислорода, т.к. реализация способа не предусматривает очистку от таких примесей.

Техническим результатом, на достижение которого направлено заявленное изобретение, является создание способа получения сверхчистого аргона с чистотой не менее 99,999999 % из аргона, предварительно очищенного до чистоты 99,998 %. Технический результат достигается за счет того, что способ получения сверхчистого аргона содержит этапы: подачи потока предварительно очищенного до чистоты 99,998 % аргона из источника аргона по магистрали подачи аргона до входа основного адсорбционного блока; поступления потока аргона со входа основного адсорбционного блока в основной адсорбционный блок и нагрева потока аргона, поступающего в основной адсорбционный блок; очистки нагретого потока аргона, поступившего в основной адсорбционный блок, от примесей CH_4, CO, CO_2, H_2O, N_2, O_2 в основном адсорбционном блоке; выдачи очищенного в основном адсорбционном блоке потока аргона с выхода основного адсорбционного блока на вход дополнительного адсорбционного блока; поступления очищенного в основном адсорбционном блоке потока аргона в дополнительный адсорбционный блок и охлаждения потока аргона, поступающего в дополнительный адсорбционный блок; очистки охлажденного потока аргона, очищенного в основном адсорбционном блоке и поступившего в дополнительный адсорбционный блок, от примесей H_2 в дополнительном адсорбционном блоке; выдачи очищенного в дополнительном адсорбционном блоке потока аргона с выхода дополнительного адсорбционного блока в продуктовую магистраль. Характеризуется тем, что подача потока предварительно очищенного аргона из источника аргона по магистрали подачи аргона до входа основного адсорбционного блока осуществляется через входной фильтр грубой очистки и расположенный за ним рекуперативный теплообменный аппарат. При этом подача потока предварительно очищенного аргона до входного фильтра грубой очистки осуществляется с расходом 20 $м^3$/ч. Нагрев потока аргона, поступающего в основной адсорбционный блок, осуществляется перед поступлением потока аргона со входа основного адсорбционного блока в основной адсорбционный блок посредством нагрева в рекуперативном теплообменном аппарате до температуры более 500 °C. Очистка нагретого потока аргона, поступившего в основной адсорбционный блок, осуществляется как от примесей O_2, так и от примесей CH_4, CO, CO_2, N_2 с общим количеством примесей на выходе основного адсорбционного блока в диапазоне порядка 10 ppb - 1 ppm. Выдача очищенного в основном адсорбционном блоке потока аргона с выхода основного адсорбционного блока на вход дополнительного адсорбционного блока осуществляется через рекуперативный теплообменный аппарат и расположенный за ним воздушный теплообменный аппарат. Охлаждение потока аргона, очищенного в основном адсорбционном блоке и поступающего в дополнительный адсорбционный

блок, осуществляется перед поступлением потока аргона с выхода основного адсорбционного блока на вход дополнительного адсорбционного блока посредством охлаждения в рекуперативном теплообменном аппарате до температуры плюс 350 °С за счет непрямого контакта с потоком аргона, поступившим в рекуперативный теплообменный аппарат с входного фильтра грубой очистки и осуществляется посредством охлаждения в воздушном теплообменном аппарате до температуры из диапазона плюс 20 °С - плюс 30 °С. Очистка охлажденного потока аргона, очищенного в основном адсорбционном блоке и поступившего в дополнительный адсорбционный блок, осуществляется преимущественно от примесей H_2 с общим количеством примесей в потоке аргона на выходе дополнительного адсорбционного блока порядка 1 ppb. Выдача очищенного в дополнительном адсорбционном блоке потока аргона с выхода дополнительного адсорбционного блока в продуктовую магистраль осуществляется через последовательно установленные выходной фильтр грубой очистки и выходной фильтр тонкой очистки. Выдача потока очищенного аргона в продуктовую линию осуществляется производится при температуре не более плюс 30 °С и давлении не менее 0,6 МПа. При этом нагрев потока аргона в рекуперативном теплообменном аппарате до температуры более 500 °С осуществляется путем нагрева потока аргона до температуры более 500 °С посредством непрямого теплообмена с потоком аргона, очищенным в основном адсорбционном блоке и поступающим в дополнительный адсорбционный блок с последующим подогревом потока аргона до температуры более 500 °С нагревателем рекуперативного теплообменного аппарата. Основной адсорбционный блок состоит из трех последовательно соединенных по направлению потока адсорберов основного адсорбционного блока, являющихся хемоадсорберами, в картриджах которых используется однотипный наполнитель на основе хемосорбента основного адсорбционного блока, дополнительный адсорбционный блок выполнен на основе хемоадсорберов, в картриджах которых используется однотипный наполнитель на основе хемосорбента дополнительного адсорбционного блока.

Изобретение поясняется чертежом:

Фиг. 1 - Изображение структурной схемы устройства, реализующего способ получения сверхчистого аргона.

Введены следующие обозначения:

1 - источник предварительно очищенного до высокой чистоты аргона (источник аргона);

2 - магистраль подачи аргона, предварительно очищенного до высокой чистоты (магистраль подачи аргона);

3 - входной регулирующий вентиль;

4 - термомассовый расходомер;

5 -входной фильтр грубой очистки;

6 - рекуперативный теплообменный аппарат;

7 - основной адсорбционный блок;

8 - первый адсорбер основного адсорбционного блока;

9 - второй адсорбер основного адсорбционного блока;

10 - третий адсорбер основного адсорбционного блока;

11 - воздушный теплообменный аппарат;

12 - дополнительный адсорбционный блок;

13 - выходной фильтр грубой очистки;

14 - выходной фильтр тонкой очистки;

15 - выходной регулирующий вентиль;

16 - продуктовая магистраль;

17- нагреватель рекуперативного теплообменного аппарата;

В общем случае устройство, реализующее способ получения сверхчистого аргона, показано на фиг. 1 (изображена структурная схема устройства).

В процессе работы устройства в источнике аргона 1 исходный поток аргона, являющийся смесью чистого аргона и примесей, при помощи какого-либо известного способа подвергают предварительной очистке до достижения заданной чистоты 99,998 % (в наиболее предпочтительном варианте с объемной долей чистого аргона не менее 99,999 %), в результате чего исходный аргон становится предварительно очищенным до высокой чистоты аргоном, пригодным для дальнейшей доочистки (переработки) и поток предварительно очищенного до высокой чистоты аргона по магистрали подачи аргона 2 с заданным расходом предварительно очищенного до высокой чистоты аргона с выхода источника аргона 1 поступает на вход входного фильтра грубой очистки 3 (он же вход устройства, реализующего способ получения сверхчистого аргона). В магистраль подачи аргона 2 между входом входного фильтра грубой очистки 5 и источником аргона 1 встроены последовательно расположенные по направлению потока аргона входной регулирующий вентиль 3 (может быть как с электроприводом, так и с ручным приводом) и термомассовый расходомер 4, при помощи которых осуществляется регулировка параметров входного потока аргона (требуемый и поддерживаемый расход аргона вентилем 20 $м^3$/ч, давление газа на выходе из регулирующего вентиля не превышает 1 МПа). Фильтр грубой очистки 5 предназначен для очистки входного потока аргона от механических частиц и твердых включений (фильтрации твердых механических частиц), конструктивно это может быть пылеуловитель, блок электростатического осаждения и другое спроектированное или специально подобранное устройство исходя из требований проектировщиков по обеспечению фильтрации твердых механических частиц тех или иных типов в пределах заданных размеров.

Очищенный от твердых механических частиц поток аргона по магистрали подачи входной фильтр грубой очистки 5 - рекуперативный теплообменный аппарат поступает с выхода фильтра грубой очистки 5 на один из входов рекуперативного теплообменного аппарата 6. В рекуперативном теплообменном аппарате 6 очищенный от твердых механических частиц поток аргона нагревается до температуры более 600 °С, после чего с одного из выходов рекуперативного теплообменного аппарата 6 по магистрали подачи рекуперативный теплооообменный аппарат 6 - основной адсорбционный блок 7 нагретый поток аргона поступает на вход основного адсорбционного блока 7, где подвергается очистке от примесей (CH_4, CO, CO_2, N_2,O_2), после чего очищенный от примесей поток аргона с выхода основного адсорбционного блока 7 поступает на один из входов рекуперативного теплообменного аппарата 6 по магистрали подачи основной адсорбционный блок 7 - рекуперативный теплооообменный аппарат 6. Конструкция рекуперативного теплообменного аппарата 6 выполнена таким образом, что очищенный от твердых механических частиц поток аргона, пришедший по магистрали подачи входной фильтр грубой очистки 5 - рекуперативный теплообменный аппарат 6, нагревается до температуры более плюс 500 °С посредством непрямого теплообмена с очищенным от примесей в основном адсорбционном блоке 7 потоком аргона, пришедшим по магистрали подачи основной адсорбционный блок 7 - рекуперативный теплооообменный аппарат 6, после чего нагретый до температуры более плюс 500 °С поток аргона подогревается до температуры плюс 600 °С нагревателем рекуперативного теплообменного аппарата 17 (на фиг. 1 не показан), который состоит из группы

керамических нагревательных элементов и находится в точке начала магистрали подачи рекуперативный теплоообменный аппарат 6 - основной адсорбционный блок 7.

В состав основного адсорбционного блока 7 входят последовательно соединенные по направлению потока аргона первый адсорбер основного адсорбционного блока 8, второй адсорбер основного адсорбционного блока 9, третий адсорбер основного адсорбционного блока 10, при этом вход первого адсорбера основного адсорбционного блока 8 является входом основного адсорбционного блока 7, а выход третьего адсорбера основного адсорбционного блока 10 является выходом основного адсорбционного блока 7. Нагретый поток аргона, проходит по магистрали подачи рекуперативный теплоообменный аппарат 6 - основной адсорбционный блок 7, попадает через вход первого адсорбера основного адсорбционного блока 8 в первый адсорбер основного адсорбционного блока 8, где осуществляется первый этап очистки нагретого потока аргона от примесей, после чего очищенный на первом этапе очистки поток аргона с выхода первого адсорбера основного адсорбционного блока 8 по магистрали подачи первый адсорбер основного адсорбционного блока 8 - второй адсорбер основного адсорбционного блока 9 попадает через вход второго адсорбера основного адсорбционного блока 9 в второй адсорбер основного адсорбционного блока 9, где осуществляется второй этап очистки нагретого потока аргона от примесей, после чего очищенный на втором этапе очистки поток аргона с выхода второго адсорбера основного адсорбционного блока 9 по магистрали подачи второй адсорбер основного адсорбционного блока 9 - третий адсорбер основного адсорбционного блока 10 попадает через вход третьего адсорбера основного адсорбционного блока 10 в третий адсорбер основного адсорбционного блока 10, осуществляется третий этап очистки нагретого потока аргона от примесей, после чего очищенный на третьем этапе очистки поток аргона с выхода третьего адсорбера основного адсорбционного блока 10 выходит из основного адсорбционного блока 7 по магистрали подачи основной адсорбционный блок 7 - рекуперативный теплоообменный аппарат 6. Первый адсорбер основного адсорбционного блока 8, второй адсорбер основного адсорбционного блока 9, третий адсорбер основного адсорбционного блока 10 являются хемоадсорберами, в картриджах которых используется наполнитель на основе хемосорбента одного типа, предназначенного для удаления максимально широкого спектра примесей и наиболее эффективно работающего при температурах более плюс 500 °С (для определенности назовем его хемосорбентом основного адсорбционного блока), он может быть выбран из известных материалов (например, это может быть аналог материала типа AresKleen™ purification material в плане возможностей очистки, но работающий в более высокотемпературном диапазоне) или специально разработан (например, по образу и подобию описанного в изобретении по патенту RU 2533491 C1 МПК B01J20/32, B01J20/02, опубл. 20.11.2014 Бюл. № 32), в зависимости от используемого типа хемосорбента (смеси хемосорбентов) происходит очистка от примесей CH_4, CO, CO_2, N_2, O_2 с общим количеством примесей на выходе основного адсорбционного блока 7 в диапазоне порядка 10 ppb - 1 ppm.

Очищенный от примесей на третьем этапе очистки поток аргона, поступает по магистрали подачи основной адсорбционный блок 7 - рекуперативный теплоообменный аппарат 6 через один из входов рекуперативного теплоообменный аппарат 6 в рекуперативный теплоообменный аппарат 6 и после непрямого теплообмена с неочищенным от примесей (очищенным от твердых механических частиц) потоком аргона в рекуперативном теплообменном аппарате 6, сопровождающегося при этом понижением температуры очищенного от примесей на третьем этапе очистки потока

аргона до плюс 350 °С, попадает с одного из выходов рекуперативного теплообменного аппарата 6 по магистрали подачи рекуперативный теплоообменный аппарат 6 - воздушный теплообменный аппарат 11 через вход воздушного теплообменного аппарата 10 в воздушный теплообменный аппарат 11, где происходит охлаждение очищенного от примесей третьем этапе очистки потока аргона до температуры из диапазона плюс 20 °С - плюс 30 °С. Охлажденный очищенный от примесей третьем этапе очистки поток аргона с выхода воздушного теплообменного аппарата 11 по магистрали подачи воздушный теплообменный аппарат 11 - дополнительный адсорбционный блок 12 попадает через вход дополнительного адсорбционного блока 12 в дополнительный адсорбционный блок 12. Дополнительный адсорбционный блок 12 выполнен на основе хемоадсорберов, в картриджах которых используется однотипный наполнитель на основе хемосорбента одного типа, предназначенного для удаления узкого спектра примесей и наиболее эффективно работающего в диапазоне температур от плюс 20 °С до плюс 30 °С (для определенности назовем его хемосорбентом дополнительного адсорбционного блока), он может быть выбран из известных материалов (например, этом может аналог материала типа используемого в установках Mega Torr® PS5 Series Rare Gas Purifier в плане возможностей очистки, но с избирательностью, например, по водороду) или специально разработан, в зависимости от используемого типа хемосорбента (смеси хемосорбентов) происходит очистка преимущественно от примесей H_2 с общим количеством примесей в потоке аргона на выходе дополнительного адсорбционного блока 12 порядка 1 ppb. Конструктивное исполнение дополнительного адсорбционного блока 12, как и конструктивное исполнение адсорберов основного адсорбционного блока 8-10 и параметры технологического процесса в целом определяются исходя из требований проектировщиков по обеспечению заданной глубины переработки (заданной производительности) в устройстве в целом и в фильтрационных камерах в частности с учетом особенностей работы и ограничений по производительности, массогабаритным и другим характеристикам (например, по металлоемкости или потерям от теплопритоков из окружающей среды).

Из дополнительного адсорбционного блока 12 с выхода дополнительного адсорбционного блока 12 по магистрали подачи дополнительный адсорбционный блок 12 - выходной фильтр грубой очистки 13 химически очищенный поток аргона попадает в выходной фильтр грубой очистки 13 через вход выходного фильтра грубой очистки 13. Выходной фильтр грубой очистки 13 предназначен для очистки химически очищенного потока аргона от механических частиц и твердых включений (фильтрации твердых механических частиц), конструктивно это может быть спроектированное или специально подобранное устройство исходя из требований проектировщиков по обеспечению фильтрации твердых механических частиц тех или иных типов в пределах заданных размеров, материал и параметры конструкции выходного фильтра грубой очистки 13 выбирают (проектируют) таким образом, в нем осуществляется фильтрация твердых механических частиц с характерными размерами, на 2-3 порядка меньшими, чем размеры твердых механических частиц, фильтруемых в входном фильтре грубой очистки 5.

Из выходного фильтра грубой очистки 13 через выход выходного фильтра грубой очистки 13 химически и механически очищенный (повторно) поток аргона по магистрали подачи выходной фильтр грубой очистки 13 - выходной фильтр тонкой очистки 14, где осуществляется фильтрация твердых механических частиц с характерными размерами, на 2-3 порядка меньшими, чем размеры твердых механических частиц, фильтруемых в выходном фильтре грубой очистки 13.

Окончательно химически и механически очищенный поток аргона из выходного фильтра тонкой очистки 14 через выход выходного фильтра тонкой очистки 14 попадает в продуктовую магистраль 15, по которой направляется потребителям, при этом при помощи выходного регулирующего вентиля 15 (может быть как с электроприводом, так и с ручным приводом), встроенного в продуктовую магистраль 15 после выходного фильтра тонкой очистки 14 по направлению движения химически и механически очищенного потока аргона, осуществляется регулировка параметров выходного потока химически и механически очищенного аргона (давление газа на выходе из регулирующего вентиля не ниже 0,6 МПа), при этом поддерживается постоянная температура, не превышающая плюс 30 °С.

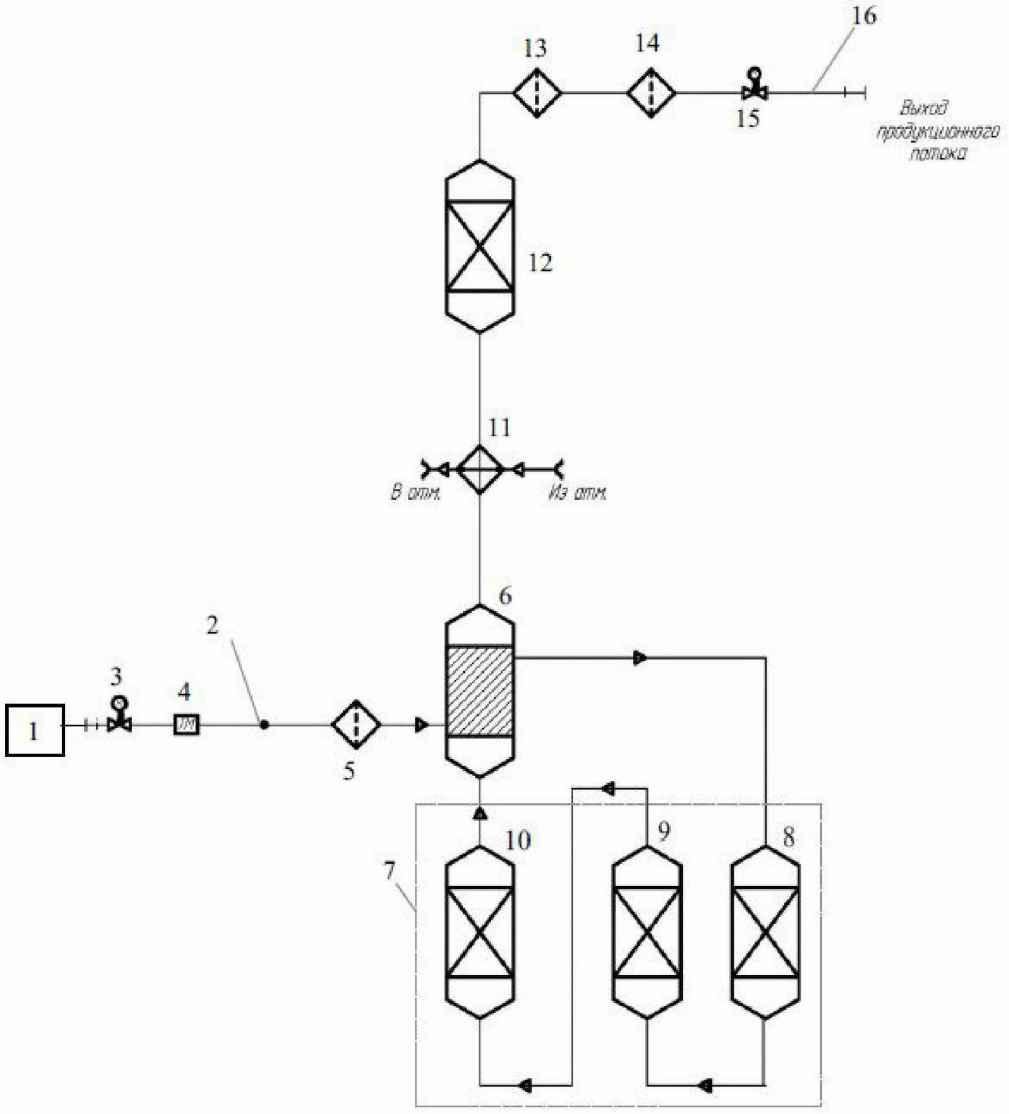
(57) Формула изобретения

Способ получения сверхчистого аргона, содержащий этапы:

подачи потока предварительно очищенного до чистоты 99-99,998 % аргона из источника аргона по магистрали подачи аргона до входа основного адсорбционного блока; поступления потока аргона со входа основного адсорбционного блока в основной адсорбционный блок и нагрева потока аргона, поступающего в основной адсорбционный блок; очистки нагретого потока аргона, поступившего в основной адсорбционный блок, от примесей CH_4, CO, CO_2, H_2O, N_2, O_2 в основном адсорбционном блоке; выдачи очищенного в основном адсорбционном блоке потока аргона с выхода основного адсорбционного блока на вход дополнительного адсорбционного блока; поступления очищенного в основном адсорбционном блоке потока аргона в дополнительный адсорбционный блок и охлаждения потока аргона, поступающего в дополнительный адсорбционный блок; очистки охлажденного потока аргона, очищенного в основном адсорбционном блоке и поступившего в дополнительный адсорбционный блок, от примесей H_2 в дополнительном адсорбционном блоке; выдачи очищенного в дополнительном адсорбционном блоке потока аргона с выхода дополнительного адсорбционного блока в продуктовую магистраль, отличающийся тем, что подача потока предварительно очищенного аргона из источника аргона по магистрали подачи аргона до входа основного адсорбционного блока осуществляется через входной фильтр грубой очистки и расположенный за ним рекуперативный теплообменный аппарат, при этом подача потока предварительно очищенного аргона до входного фильтра грубой очистки осуществляется с расходом 20 $м^3$/ч; нагрев потока аргона, поступающего в основной адсорбционный блок, осуществляется перед поступлением потока аргона со входа основного адсорбционного блока в основной адсорбционный блок посредством нагрева в рекуперативном теплообменном аппарате до температуры не менее плюс 500 °С; очистка нагретого потока аргона, поступившего в основной адсорбционный блок, осуществляется как от примесей O_2 ,так и от примесей CH_4, CO, CO_2, N_2 с общим количеством примесей на выходе основного адсорбционного блока в диапазоне порядка 10 ppb - 1 ppm; выдача очищенного в основном адсорбционном блоке потока аргона с выхода основного адсорбционного блока на вход дополнительного адсорбционного блока осуществляется через рекуперативный теплообменный аппарат и расположенный за ним воздушный теплообменный аппарат; охлаждение потока аргона, очищенного в основном адсорбционном блоке и поступающего в дополнительный адсорбционный блок, осуществляется перед поступлением потока аргона с выхода основного адсорбционного блока на вход дополнительного адсорбционного блока посредством охлаждения в рекуперативном

теплообменном аппарате до температуры плюс 350 °С за счет непрямого контакта с потоком аргона, поступившим в рекуперативный теплообменный аппарат с входного фильтра грубой очистки, и осуществляется посредством охлаждения в воздушном теплообменном аппарате до температуры из диапазона плюс 20-30 °С; очистка охлажденного потока аргона, очищенного в основном адсорбционном блоке и поступившего в дополнительный адсорбционный блок, осуществляется преимущественно от примесей H_2 с общим количеством примесей в потоке аргона на выходе дополнительного адсорбционного блока порядка 1 ppb; выдача очищенного в дополнительном адсорбционном блоке потока аргона с выхода дополнительного адсорбционного блока в продуктовую магистраль осуществляется через последовательно установленные выходной фильтр грубой очистки и выходной фильтр тонкой очистки, при этом выдача потока очищенного аргона в продуктовую линию осуществляется при температуре не более плюс 30 °С и давлении не менее 0,6 МПа; при этом нагрев потока аргона в рекуперативном теплообменном аппарате до температуры не менее плюс 500 °С осуществляется путем нагрева потока аргона до температуры не менее плюс 500 °С посредством непрямого теплообмена с потоком аргона, очищенным в основном адсорбционном блоке и поступающим в дополнительный адсорбционный блок с последующим подогревом потока аргона до температуры более плюс 500 °С нагревателем рекуперативного теплообменного аппарата, основной адсорбционный блок состоит из трех последовательно соединенных по направлению потока адсорберов основного адсорбционного блока, являющихся хемоадсорберами, в картриджах которых используется однотипный наполнитель на основе хемосорбента основного адсорбционного блока, дополнительный адсорбционный блок выполнен на основе хемоадсорберов, в картриджах которых используется однотипный наполнитель на основе хемосорбента дополнительного адсорбционного блока.

1


16
13
14
15
Выход продукционного потока
12
11
В атм.
Из атм.
6
2
3
4
1
5
10
9
8
7

Фиг. 1