



УКРАЇНА

(19) UA (11) 78383 (13) C2
(51) МПК (2006)
B01D 3/14
F25J 3/02
B01D 53/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ РОЗДІЛЕННЯ КРИПТОНО-КСЕНОНОВОГО КОНЦЕНТРАТУ І ПРИСТРІЙ ДЛЯ ЙОГО ЗДІЙСНЕННЯ

1

(21) а200503956
(22) 07.10.2003
(24) 15.03.2007
(86) PCT/RU2003/000431, 07.10.2003
(31) 2002130600
(32) 15.11.2002
(33) RU
(46) 15.03.2007, Бюл. № 3, 2007 р.
(72) Савінов Михайл Юрьєвич, RU
(73) Савінов Михайл Юрьєвич, RU
(56) SU 392301, 27.07.1973
US 4417909, 29.11.1983
RU 2047062 C1, 27.10.1995
EP 0863375, 09.09.1998
US 6351970 B1, 05.03.2002
(57) 1. Спосіб розділення криптоно-ксенонового концентрату, очищеного від вуглеводнів, який включає розділення потоку криптоно-ксенонового концентрату в попередній ректифікаційній колоні з утворенням потоку криптонової фракції і потоку ксенонової фракції, подачу і розділення потоку криптонової фракції в продукційній криптонової колоні з утворенням потоку продукційного криптоно і потоку віддувочних газів криптонової колоні, подачу і розділення потоку ксенонової фракції в продукційній ксенонової колоні з утворенням потоку продукційного ксеноно і потоку віддувочних газів ксенонової колоні, який **відрізняється** тим, що потік ксенонової фракції перед подачею і розділенням у продукційній ксенонової колоні додатково розділяють ректифікацією в додатковій ксенонової колоні з утворенням потоку очищеної ксенонової фракції, відбір якої здійснюють з верхньої зони концентраційної частини додаткової ксенонової колоні і подають на розділення у продукційну ксеноновою колоною, і потоку висококиплячих домішок, потік криптонової фракції перед подачею і розділенням у продукційній криптонової колоні додатково розділяють ректифікацією в додатковій криптонової колоні з утворенням потоку очищеної криптонової фракції, який подають на розділення у продукційну криптоновою колоною, і потоку проміжних домішок, потік віддувочних газів криптонової колоні додатково розділяють ректифікацією в колоні виділення криптоно з утворенням потоку низькоки-

2

плячих домішок і потоку виділеного криптоно, причому потік виділеного криптоно і потік віддувочних газів ксенонової колоні направляють на розділення у попередню ректифікаційну колоною, при цьому запуск ректифікаційних колон у роботу здійснюють з подачі в контактний простір колон криптоно.
2. Спосіб розділення криптоно-ксенонового концентрату, очищеного від вуглеводнів, за п.1, який **відрізняється** тим, що утворення флегми в конденсаторах-випарниках ректифікаційних колон проводять за умов, що виключають виникнення твердої фази.
3. Пристрій для розділення криптоно-ксенонового концентрату, очищеного від вуглеводнів, який включає лінію потоку криптоно-ксенонового концентрату, яка живить попередню ректифікаційну колоною, продукційну криптоновою колоною з лінією потоку віддувочних газів криптонової колоні, з'єднану лінією потоку криптонової фракції з попередньою ректифікаційною колоною, продукційну ксеноновою колоною з лінією потоку віддувочних газів ксенонової колоні, з'єднану лінією потоку ксенонової фракції з попередньою ректифікаційною колоною, кожна з яких обладнана конденсатором-випарником і термоперетворювачем, який **відрізняється** тим, що на лінії потоку ксенонової фракції встановлено додаткову ксеноновою колоною з патрубком виходу потоку очищеної ксенонової фракції у верхній зоні концентраційної частини, обладнану лінією живлення додаткової ксенонової колоні, лінією потоку очищеної ксенонової фракції і лінією потоку висококиплячих домішок, причому лінія живлення додаткової ксенонової колоні з'єднана з лінією потоку ксенонової фракції, лінія потоку очищеної ксенонової фракції з'єднана з патрубком виходу потоку очищеної ксенонової фракції і з лінією живлення продукційної ксенонової колоні, на лінії потоку криптонової фракції встановлена додаткова криптоновою колоною, обладнана лінією живлення додаткової криптонової колоні, лінією потоку очищеної криптонової фракції і лінією потоку проміжних домішок, причому лінія живлення додаткової криптонової колоні з'єднана з лінією потоку криптонової фракції, лінія потоку очищеної криптонової фракції з'єднана з лінією живлення продук-

(19) UA (11) 78383 (13) C2

ційної криптонової колони, на лінії потоку віддувочних газів криптонової колони додатково встановлена колона виділення криптону, обладнана лінією живлення колони виділення криптону, лінією потоку низькокиплячих домішок і лінією потоку виділеного криптону, причому лінія живлення колони виділення криптону з'єднана з лінією потоку віддувочних газів криптонової колони, при цьому лінія потоку віддувочних газів ксенонової колони, лінія потоку висококиплячих домішок, лінія потоку проміжних домішок, лінія потоку низькокиплячих домішок і лінія потоку виділеного криптону з'єднані з пристроєм збору здувань і через пристрої підвищення тиску з'єднані з контактною частиною попередньої ректифікаційної колони, причому концентраційні частини колон додатково обладнані штуцерами виведення випереджаючих аналізів, а термоперетворювачі установлені вище підведень потоків живлення колон на відстані $L=(0,4-0,8)H$,

де H - висота концентраційної частини відповідної колони.

4. Пристрій для розділення криптоно-ксенонового концентрату, очищеного від вуглеводнів, за п. 3, який **відрізняється** тим, що конденсатори-випарники колон мають замкнуту порожнину, яка розділяє поверхню кипіння холодоагенту і поверхню конденсації парів флегми, заповнену робочим тілом, причому замкнуті порожнини конденсаторів-випарників попередньої ректифікаційної колони, продукційної криптонової колони, продукційної ксенонової колони, додаткової криптонової колони і додаткової ксенонової колони частково заповнені насадкою і робочим тілом, яким є суміш кисню і криптону, а робочим тілом у замкнутій порожнині конденсатора-випарника колони виділення криптону є азот, при цьому попередня ректифікаційна колона з'єднана трубопроводом із джерелом криптону.

Винахід відноситься до кріогенної техніки, зокрема до очищення і розділення криптоно-ксенонового концентрату, одержуваного на повіторозділних установках, і може бути використаним в хімічній і нафтогазовій промисловості.

Відомий спосіб очищення і розділення криптоно-ксенонового концентрату, що включає одержання криптоно-ксенонового концентрату методом низькотемпературної ректифікації з бідної попередньо очищеної від вуглеводнів криптоно-ксенонової суміші, очищення криптоно-ксенонового концентрату від фторо-і/чи хлоровмісних забруднень і наступне розділення у ректифікаційній колоні на високочистий криптон і високочистий ксенон. Очищення криптоно-ксенонового концентрату від фторо-і/чи хлоровмісних забруднень у відомому способі передбачене шляхом хімічної адсорбції при температурі переважно 450-550°C на твердому адсорбенті, який бажано містить більше 50% листових силікатів з утворенням діоксиду вуглецю і води, поглинання діоксиду вуглецю, і води в одному з двох адсорберів, які перемикаються, із застосуванням молекулярних сит і видалення слідів кисню при контакті з мідно-нікелевим каталізатором [EP 0863375, 1998р.].

Недоліками відомого способу є високі енергоємність і металоємність, викликані застосуванням у кріогенній технології високотемпературних процесів, а також неможливість одержання в одній колоні одночасно особливо чистих криптону і ксенону.

Найбільш близьким за технічною суттю до даного винаходу є адсорбційно-ректифікаційний спосіб розділення газів із застосуванням виморожування [US 4.417.909, 1983р.], який передбачає виділення ксенону і криптону із суміші газів, що містить у своєму складі криптон, ксенон, аргон і азот. Відповідно до відомого способу з попередньо очищеного від діоксиду вуглецю і вологи потоку газів в адсорбері із силікагелем поглинають ксенон, а суміш газів, що залишилася, направляють спочатку в ректифікаційну колону попереднього відділення криптону, а потім у криптонову колону. Виділену при регенерації адсорбера ксенонову

фракцію періодично направляють у виморожувач, що охолоджується азотом, де, виморожуючи ксенон і криптон, видаляють із фракції значну частку азоту з домішкою криптону, приєднуючи його до потоку газів на вході в колону попереднього відділення криптону, а ксеноновий концентрат, одержаний після плавлення кріоосаду, очищають від залишків азоту і криптону в ксеноновій колоні.

Недоліками відомого способу є його переривчастість, пов'язана з застосуванням виморожувача, періодично заповнюваного ксеноновою фракцією, додаткові витрати холодоагента й електроенергії на почергові процеси охолодження і нагрівання ксенонової фракції, а також неможливість одержання особливо чистих криптону і ксенону при наявності у вихідній суміші, наприклад, фторо- хлоровмісних сполук.

Метою винаходу є підвищення економічності при одержанні особливо чистих криптону і ксенону в результаті їх максимального вилучення з вихідної суміші.

Поставлена мета досягається у спосіб, який передбачає розділення криптоно-ксенонового концентрату, очищеного від вуглеводнів, і включає розділення потоку криптоно-ксенонового концентрату в попередній ректифікаційній колоні з утворенням потоку криптонової фракції і потоку ксенонової фракції, подачу і розділення потоку криптонової фракції в продукційній криптоновій колоні з утворенням потоку продукційного криптону і потоку віддувочних газів криптонової колони, подачу і розділення потоку ксенонової фракції в продукційній ксеноновій колоні з утворенням потоку продукційного ксенону і потоку віддувочних газів ксенонової колони. Відмінною рисою є те, що потік ксенонової фракції перед подачею і розділенням у продукційній ксеноновій колоні додатково розділяють ректифікацією в додатковій ксеноновій колоні з утворенням потоку очищеної ксенонової фракції, відбір якої здійснюють з верхньої зони концентраційної частини додаткової ксенонової колони і подають на розділення у продукційну ксенонову колону, і потоку висококиплячих домішок. Потік криптонової фракції перед подачею і розді-

ленням у продукційній криптоновій колоні додатково розділяють ректифікацією в додатковій криптоновій колоні з утворенням потоку очищеної криптонової фракції, що подають на розділення у продукційну ректифікаційну колону, і потоку проміжних домішок. Потік віддувочних газів криптонової колони додатково розділяють ректифікацією в колоні виділення криптону з утворенням потоку низькокиплячих домішок і потоку виділеного криптону. Потік виділеного криптону і потік віддувочних газів ксенонової колони направляють на розділення у попередню ректифікаційну колону. При цьому запуск ректифікаційних колон у роботу здійснюють з подачі в контактний простір колон криптону, а утворення флегми в конденсаторах-випарниках ректифікаційних колон проводять в умовах, що виключають виникнення твердої фази.

Відомий пристрій очищення і розділення криптоно-ксенонового концентрату, який має з'єднані трубопроводами з арматурою низькотемпературну ректифікаційну колону одержання криптоно-ксенонового концентрату, ємність, заповнену твердим сорбентом, що містить листові силікати, для видалення з концентрату при температурі 450-550°C фторо- і/чи хлоровмісних забруднень, два адсорбери, які перемикаються, реактор з мідно-нікелевим каталізатором і ректифікаційною колоною для одержання високочистих криптону і ксенону [EP 0863375, 1998р.].

Недоліками відомого пристрою є високі енергоємність і металоємність, неможливість одержання в одній колоні одночасно особливо чистих криптону і ксенону.

Найбільш близьким за технічною суттю до даного винаходу є пристрій розділення газів, що включає два адсорбери, заповнені молекулярним ситом, адсорбер із силікагелем, виморожувач ксенону, ректифікаційну колону попереднього відділення криптону, ректифікаційні колони криптону і ксенону, з'єднані трубопроводами з арматурою [US 4.417.909, 1983р.].

Недоліками відомого пристрою є переривчастість його роботи, пов'язана з застосуванням виморожувача, періодично заповнюваного ксеноною фракцією, додаткові витрати холодоагента й електроенергії при охолодженні і нагріванні виморожувача, а також неможливість одержання особливо чистих криптону і ксенону при наявності у вихідній суміші, наприклад, фторо- і/чи хлоровмісних забруднень.

Метою винаходу є підвищення економічності при одержанні особливо чистих криптону і ксенону в результаті їх максимального вилучення з вихідної суміші.

Поставлена мета досягається тим, що пристрій розділення криптоно-ксенонового концентрату, очищеного від вуглеводнів, включає лінію потоку криптоно-ксенонового концентрату, що живить попередню ректифікаційну колону, продукційну криптонову колону з лінією потоку віддувочних газів криптонової колони, з'єднану лінією потоку криптонової фракції з попередньою ректифікаційною колоною, продукційну ксенонову колону з лінією потоку віддувочних газів ксенонової колони, з'єднану лінією потоку ксенонової фракції з попередньою ректифікаційною колоною, кожна з яких

обладнана конденсатором-випарником і термоперетворювачем. Відмінною рисою є те, що на лінії потоку ксенонової фракції встановлена додаткова ксенонова колона з патрубком у верхній зоні концентраційної частини, обладнана лінією живлення додаткової ксенонової колони, лінією потоку очищеної ксенонової фракції, з'єднану з патрубком у верхній зоні концентраційної частини, і лінією потоку висококиплячих домішок. Лінія живлення додаткової ксенонової колони з'єднана з лінією потоку ксенонової фракції. Лінія потоку очищеної ксенонової фракції з'єднана з патрубком виходу потоку очищеної ксенонової фракції і з лінією живлення продукційної ксенонової колони. На лінії потоку криптонової фракції встановлена додаткова криптонова колона, обладнана лінією живлення додаткової криптонової колони, лінією потоку очищеної криптонової фракції і лінією потоку проміжних домішок. Лінія живлення додаткової криптонової колони з'єднана з лінією потоку криптонової фракції. Лінія потоку очищеної криптонової фракції з'єднана з лінією живлення продукційної криптонової колони. На лінії потоку віддувочних газів криптонової колони додатково встановлена колона виділення криптону, обладнана лінією живлення колони виділення криптону, лінією потоку низькокиплячих домішок і лінією потоку виділеного криптону. Лінія живлення колони виділення криптону з'єднана з лінією потоку віддувочних газів криптонової колони, при цьому лінія потоку віддувочних газів ксенонової колони, лінія потоку висококиплячих домішок, лінія потоку проміжних домішок, лінія потоку низькокиплячих домішок і лінія потоку виділеного криптону з'єднані з пристроєм збору здувань і через пристрої підвищення тиску з'єднані з контактною частиною попередньої ректифікаційної колони. Концентраційні частини колон додатково обладнані штуцерами виводу попередніх аналізів, а термоперетворювачі встановлені вище підведення потоків живлення колон на відстані $L=(0,4-0,8)H$, де H -висота концентраційної частини відповідної колони. Конденсатори-випарники колон містять замкнуту порожнину, яка розділяє поверхню кипіння холодоагента і поверхню конденсації парів флегми, заповнену робочим тілом. Замкнуті порожнини конденсаторів-випарників попередньої ректифікаційної колони, продукційної криптонової колони, продукційної ксенонової колони, додаткової криптонової колони і додаткової ксенонової колони частково заповнені насадкою і робочим тілом, яким є суміш кисню і криптону, а робочим тілом у замкнутій порожнині конденсатора-випарника колони виділення криптону є азот, при цьому попередня ректифікаційна колона з'єднана трубопроводом із джерелом криптону. Спосіб розділення криптоно-ксенонового концентрату, який заявляється, може бути реалізований у пристрої, що заявляється, схематично показаному на кресленні.

Пристрій (установка) має попередню ректифікаційну колону 1, додаткову криптонову колону 2, продукційну криптонову колону 3, додаткову ксенонову колону 4, продукційну ксенонову колону 5, колону виділення криптону 6. Кожна ректифікаційна колона в голові має конденсатор-випарник 7-1÷7-6, а знизу - куб 8-1÷8-6, обладнаний електро-

нагрівальним елементом 9-1÷9-6. Куб 8-1 поперечної ректифікаційної колони 1 крім цього має випарник 10.

Кожен конденсатор-випарник 7-1÷7-6 має замкнуту порожнину 12-1÷12-6, заповнювану робочим тілом. Причому верхня частина поверхні замкнутої порожнини має теплову взаємодію з поверхнею 13-1÷13-6 кипіння холодоагента, а нижня частина - з поверхнею 14-1÷14-6 конденсації парів флегми. При цьому середня частина об'єму замкнутої порожнини конденсаторів-випарників 7-1÷7-5 заповнена насадкою 15-1÷15-5.

Усі конденсатори-випарники мають патрубки, з'єднані з лініями 16-1÷16-6 підведення рідкого холодоагента і патрубки, з'єднані з лініями 17-1÷17-6 відводу парів холодоагента. Замкнуті порожнини конденсаторів-випарників мають патрубки, з'єднані з лініями 18-1÷18-6 подачі робочого тіла в рідкому стані чи з лініями 19-1÷19-6 подачі робочого тіла в газоподібному стані, а також патрубки, з'єднані лініями 20-1÷20-5 випуску робочого тіла в пристрій 28 збору здувань. Попередня ректифікаційна колона 1 у середній частині має патрубок, з'єднаний трубопроводом через випарник 10 з лінією 21 потоку криптоно-ксенонового концентрату (потік А), у верхній частині патрубком, з'єднаний лінією 22 потоку криптонової фракції (потік Б) з патрубком у середній частині додаткової криптонової колони 2, а в нижній частині куб 8-1 має патрубок, з'єднаний лінією 23 потоку ксенонової фракції (потік В) з патрубком у середній частині додаткової ксенонової колони 4.

Додаткова криптонова колона 2 має у верхній частині патрубок, з'єднаний лінією 24 потоку очищеної криптонової фракції (потік Г) з патрубком у середній частині продукційної криптонової колони 3, а в нижній частині, у кубі 8-2 патрубком, з'єднаний лінією 25 потоку проміжних домішок (потік Д) через випарник 26 і пристрій 27 підвищення тиску з патрубком, розташованим у нижній частині контактного простору попередньої ректифікаційної колони 1, чи після випарника 26 із пристроєм 28 збору здувань чи з виходом з установки.

Продукційна криптонова колона 3 має у верхній частині патрубок, з'єднаний лінією 29 потоку віддучних газів криптонової колони (потік Е) з патрубком у середній частині колони виділення криптонової фракції 6, а в нижній частині в кубі 8-3 патрубком, з'єднаний лінією 30 потоку продукційного криптонової фракції (потік Ж) через випарник 26 з виходом з установки.

Додаткова ксенонова колона 4 має у верхній частині патрубок, з'єднаний лінією 31 потоку очищеної ксенонової фракції (потік З) з патрубком у середній частині продукційної ксенонової колони 5, у верхній зоні концентраційної частини патрубком, з'єднаний лінією 44 з лінією 31, а в нижній частині в кубі 8-4 патрубком, з'єднаний лінією 32 потоку висококиплячих домішок (потік И) через випарник 26 і пристрій підвищення тиску 33 з патрубком, розташованим у нижній частині контактного простору попередньої ректифікаційної колони 1, чи після випарника 26 із пристроєм 28 збору здувань чи з виходом з установки.

Продукційна ксенонова колона 5 має у верхній частині патрубок, з'єднаний лінією 34 потоку від-

дучних газів ксенонової колони (потік К) із пристроєм 28 збору здувань чи через пристрій 35 підвищення тиску з патрубком, розташованим у нижній частині контактного простору попередньої ректифікаційної колони 1, а в нижній частині в кубі 8-5 патрубком, з'єднаний лінією 36 потоку продукційного ксенонової фракції (потік Л) через випарник 26 з виходом з установки.

Колона виділення криптонової фракції 6 має у верхній частині патрубок, з'єднаний лінією 37 потоку низькокиплячих домішок (потік М) із пристроєм 28 збору здувань або через пристрій 43 підвищення тиску з патрубком, розташованим у нижній частині контактного простору попередньої ректифікаційної колони 1, чи з виходом з установки, а в нижній частині в кубі 8-6 патрубком, з'єднаний лінією 38 потоку виділеного криптонової фракції (потік Н) через випарник 26 із пристроєм 28 збору здувань чи через пристрій 41 підвищення тиску з патрубком, розташованим у нижній частині контактного простору попередньої ректифікаційної колони 1 чи з виходом з установки.

Для запуску пристрою в роботу в схемі передбачене джерело 39 криптонової фракції, який з'єднаний лінією 40 подачі криптонової фракції (потік О) з попередньою ректифікаційною колоною 1.

Усі ректифікаційні колони містять термоперетворювачі Т1-1÷Т1-6 вимірювання температур рідини в кубі, термоперетворювачі Т2-1÷Т2-6 вимірювання температур середовища, встановлені в перетині верхньої (концентраційної) частини, що знаходиться вище введення потоків А, Б, В, Г, З, Е на відстані L, яка становить від 0,4 до 0,8 висоти Н концентраційної частини відповідної колони, штуцери А1-1÷А1-6 виводу аналізних труб з парової зони куба, пробовідбирачі А2-1÷А2-6 виводу парової фази, встановлені на відстані $L_1=0,5\div1,0$ м від верха концентраційної частини і штуцери М1÷М6 виводу імпульсних труб до пневмоперетворювачам. Штуцери А3-1÷А3-6 для виводу аналізних труб установлені також відповідно на лініях потоків Б, Г, Е, З, К, М та штуцер А4-1 на лінії потоку В. Усі ректифікаційні колони і низькотемпературні трубопроводу поміщені в ізолюючому кожусі 11 і засипані теплоізолятором, наприклад, перлітовим порошком.

Спосіб розділення криптоно-ксенонової концентрату здійснюється таким чином.

У попередньо вакуумовані контактні простори ректифікаційних колон 1÷6 подають лінією 40 із джерела 39 криптонової фракції потік О криптонової фракції, підтримуючи тиск після редуктора від 0,15 до 0,3 МПа, краще 0,2 МПа. Одночасно лініями 16-1÷16-6 подають до поверхонь кипіння холодоагента 13-1÷13-6 конденсаторів-випарників 7-1÷7-6 рідкий азот, який використовують як холодоагент, що кипить під тиском 0,11-0,15 МПа, а пари, що утворилися, відводять лініями 17-1÷17-6. Після завершення охолодження поверхонь кипіння, яке характеризується різким зменшенням кількості пари, яка відводиться лініями 17-1÷17-6, у замкнуті порожнини 12-1÷12-5 конденсаторів-випарників 7-1÷7-5 подають як робоче тіло киснево-криптонову суміш, яка містить 40÷90% криптонової фракції, у газоподібному стані лініями 19-1÷19-5 чи в рідкому стані лініями 18-1÷18-5

станах, у замкнуту порожнину 12-6 конденсатора-випарника 7-6 подають як робоче тіло газоподібний азот лінією 19-6 чи рідкий азот - лінією 18-6. При подачі киснево-криптонової суміші в газоподібному стані тиск суміші підтримують від 0,2 до 0,7 МПа, переважно 0,3 МПа, при подачі газоподібного азоту тиск на вході підтримують 2,4-3,0 МПа, бажано 2,5 МПа. Після конденсації необхідної кількості робочого тіла, яка визначається за рівнем у нижній частині поверхні замкнутої порожнини, подача його припиняється. При подачі робочого тіла в рідкому стані пару, яка утворилася при охолодженні конденсують у верхній частині поверхні замкнутої порожнини. Одночасно з появою рідини робочого тіла в нижній частині поверхні замкнутої порожнини починається конденсація криптону і подальше охолодження ректифікаційних колон. З появою рідкого криптону в кубах 8-1÷8-6 процес охолодження закінчений, до електронагрівальних елементів 9-1÷9-6 підводять електричну потужність, колони переводять у режим "нескінченної флегми" шляхом зміни витрати холодоагента, а в замкнутій порожнині конденсаторів-випарників підтримують тиск, який дозволяє з однієї сторони встановити робочий тиск у контактній порожнині ректифікаційних колон, а з іншого боку - температуру поверхні конденсації парів флегми вище температури замерзання криптону, тобто таку, що виключає намерзання криги.

Криптоно-ксеноновий концентрат, одержуваний на повітродільних установках, очищений від вуглеводнів, який містить у своєму складі криптон Кг, ксенон Хе з домішками, наприклад, азоту N₂, кисню O₂, аргону Ar, неону Ne, гелію He, водню H₂, оксиду вуглецю CO, тетрафторметану CF₄, гексафторетану C₂F₆, монофтортрихлорметану (фреон 11) CFCI₃, дифтордихлорметану (фреон 12) CF₂Cl₂ та ін. подають лінією 21 бажано при тиску 0,2-0,25 МПа в попередню ректифікаційну колону 1, флегмою в якій є конденсат криптону. У результаті процесу ректифікації в кубі 8-1 збирається ксенонова фракція, яка містить весь ксенон і висококиплячі відносно криптону домішки, наприклад, C₂F₆, CFCI₃, CF₂Cl₂ та ін., а також невелика, спеціально підтримувана кількість криптону (2-5% об.), а в голові колони - криптонова фракція, яка містить криптон, летучі відносно криптону домішки, а також CF₄ та ін. домішки, які мають близьку до криптону температуру кипіння. Процес ректифікації ведуть за показниками пневмопертворювача, підключеного до штуцера M1, термопертворювачів T1-1 і T2-1, аналізів, узятих зі штуцерів A1-1 A3-1, A4-1, і аналізу, узятого з пробовідбирача A2-1, причому термопертворювач T2-1, установлений на відстані L=(0,4-0,8)H вище введення потоку А, де Н - у даному випадку висота концентраційної частини попередньої ректифікаційної колони, знаходиться у зоні максимальної зміни концентрацій і тому є дуже чутливим до зміни режиму, а аналіз із пробовідбирача A2-1 є випереджуючим для прийняття мір щодо виключення, наприклад, виходу ксенону до поверхні конденсації.

У замкнутій порожнині 12-1 при вмісті криптону, наприклад, 80% об. підтримують тиск 0,25 МПа, який забезпечує мінімальну різницю температур

по незамерзанні криптону приблизно 2К. Такий низький тиск у замкнутій порожнині обумовлений застосуванням як робочого тіла суміші криптону і кисню з розділенням компонентів суміші на насадці 15-1, у результаті чого температура кипіння суміші в нижній частині замкнутої порожнини вище температури конденсації кисню у верхній частині замкнутої порожнини на 18К. Виключення умов утворення криги на поверхні конденсації 14-1, а також на поверхні конденсації 14-2÷14-6 в інших конденсаторах-випарниках запобігає можливості зупинки установки в зв'язку з забиванням ректифікаційних колон, необхідністю їхнього відігрівання і наступного запуску.

З голови попередньої ректифікаційної колони 1 лінією 22 направляють потік криптонової фракції в додаткову криптонову колону 1, де флегмою є конденсат криптону. Оскільки тетрафторметан CF₄ і інші домішки, які мають за однакового тиску температуру кипіння вищу, ніж температура кипіння криптону, є важколеткими відносно криптону, вони разом із криптоном концентруються в кубі 8-2 колони, звідкіля лінією 25 потоку проміжних домішок через випарник 26 можуть бути виведені з установки і використані як кінцевий продукт, наприклад, при застосуванні криптону як газу-наповнювача віконних склопакетів чи спрямовані в пристрій 28 збору здувань або через пристрій 27 підвищення тиску повернуті в контактну частину попередньої ректифікаційної колони 1.

З голови колони 2 виводять лінією 24 потік очищеної криптонової фракції, що вже не містить важколетких відносно криптону домішок і направляють у середню частину продукційної криптонової колони 3, де флегмою є конденсат криптону. У результаті процесу ректифікації в кубі 8-3 збирається продукційний криптон, який лінією 30 потоку продукційного криптону виводять з установки, а з голови продукційної криптонової колони 3 лінією 29 виводять потік віддувочних газів криптонової колони, який у своєму складі містить криптон і всі леткі відносно криптону речовини і направляють у середню частину колони виділення криптону 6. Як уже відзначалося вище, у замкнутій порожнині 12-6 конденсатора-випарника 7-6 знаходиться азот під тиском приблизно 2,5 МПа, а в контактній порожнині колони криптон. Тому на початку пуску установки флегмою в колоні виділення криптону є конденсат криптону, який утворюється на поверхні конденсації 14-6 без виникнення твердої фази.

В міру подачі в колону виділення криптону потоку віддувочних газів криптонової колони тиск у ній збільшується, його зменшують до попереднього значення відводом газів, які неконденсуються, лінією 37 потоку низькокиплячих домішок і одночасним поступовим зменшенням тиску азоту в замкнутій порожнині 12-6, яке здійснюють збільшенням поверхні 13-6 кипіння холодоагента шляхом збільшення його рівня. При зменшенні тиску азоту в замкнутій порожнині 12-6 до 0,2÷0,25 МПа флегма в колоні виділення криптону вже складається із суміші низькокиплячих рідин (N₂, O₂, Ar), а вміст криптону в лінії 37 потоку низькокиплячих домішок не перевищує 0,3% об. При цьому подачу холодоагента в конденсатор-випарник 7-6 переводять на лінію 16-6 безпосередньо в замкнуту порожнину

12-6 з виводом пари холодоагента лінією 20-6.

Потік низькокиплячих домішок М з голови колони виділення криптону 6 виводять з установки чи направляють у пристрій 28 збору здувань або через пристрій 43 підвищення тиску повертають у контактний простір попередньої ректифікаційної колони 1. Із куба 8-6 потік виділеного криптону Н через випарник 2 6 виводять з установки чи направляють у пристрій 28 збору здувань або через пристрій 41 підвищення тиску повертають у контактний простір попередньої ректифікаційної колони 1.

З куба 8-1 попередньої ректифікаційної колони 1 потік ксенонової фракції В направляють лінією 23 у середню частину додаткової ксенонової колони 4. При цьому одночасно в замкнутій порожнині 12-4 конденсатора-випарника 7-4 поступово проводять підвищення тиску киснево-криптонової суміші до - 2,5МПа, яке здійснюють зменшенням поверхні 13-4 кипіння холодоагента шляхом зменшення його рівня. При досягненні тиску - 2,5МПа на поверхні конденсації 14-4 утворюється ксенонова флегма, а криптон, стає газом, який не конденсується. У результаті процесу ректифікації в кубі 8-4 разом з частиною ксенону концентруються всі домішки, які знаходяться в потоці ксенонової фракції, що мають температуру кипіння вищу, ніж температура кипіння ксенону, у т.ч. C_2F_6 , $CFCl_3$, CF_2Cl_2 , та ін. З куба 8-4 потік висококиплячих домішок И лінією 32 через випарник 26 виводять з установки як кінцевий продукт, наприклад, при застосуванні ксенону як газу-наповнювача віконних склопакетів або повертають через пристрій 33 підвищення тиску в контактний простір попередньої ректифікаційної колони 1 чи направляють у пристрій 28 збору здувань.

З голови додаткової ксенонової колони 4 лінією 31 чи з верхньої зони концентраційної частини додаткової ксенонової колони 4 лінією 44 потік очищеної ксенонової фракції З, який має у своєму складі тільки ксенон і криптон, направляють у середню частину продукційної ксенонової колони 5, де флегмою є конденсат криптону. У результаті

процесу ректифікації в кубі 8-5 збирається продукційний ксенон, який лінією 36 через випарник 26 виводять з установки, а з голови продукційної ксенонової колони лінією 34 виводять потік віддувочних газів ксенонової колони К, який направляють у пристрій 28 збору здувань чи через пристрій 35 підвищення тиску повертають у контактний простір попередньої ректифікаційної колони 1.

При добірї очищеної фракції з верхньої зони концентраційної частини додаткової ксенонової колони 4 лінією 44 у додатковій ксеноновій колоні флегмою є конденсат криптону, що дозволяє зменшити робочий тиск киснево-криптонової суміші в замкнутій порожнині 12-4 конденсатора-випарника 7-4 з 2,5МПа до 0,2-0,25МПа.

При необхідності зупинки установки весь вміст контактного простору колон 1, 2, 3 після випару перепускають у колони 4 і 6, звідкіля лініями відповідно 32 і 38 направляють у пристрій 28 збору здувань і далі через пристрій 35 підвищення тиску лінією 42 виводять з установки в сховище для наступної переробки. Після скиду вмісту контактного простору колон у пристрій 28 збору здувань, випускають киснево-криптонову суміш із замкнутих просторів 15-1÷15-5 конденсаторів-випарників відповідно лініями 20-1÷20-5, звідкіля через пристрій 35 підвищення тиску лінією 42 направляють її з установки в окреме сховище для наступного використання за призначенням.

Запропоновані спосіб і пристрій розділення криптоно-ксенонового концентрату практично з будь-якими домішками дозволяють досягти коефіцієнт вилучення по криптону і ксенону не менше 0,99995 при вмісті домішок у продукційних криптоні і ксеноні не більше $10 \cdot 10^{-11}$ об.частки.

Запропоновані спосіб розділення криптоно-ксенонового концентрату і пристрій для його здійснення дозволяють підвищити економічність при одержанні особливо чистих криптону і ксенону за рахунок їх максимального вилучення і безперервності процесу.

