



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110354633 A

(43)申请公布日 2019.10.22

(21)申请号 201910651640.1

C01B 3/50(2006.01)

(22)申请日 2019.07.18

(71)申请人 大连中鼎化学有限公司

地址 116039 辽宁省大连市甘井子区辛艺街18号

(72)发明人 赵霖 于洋 邱浩明 乐昀
刘智超 金万宇 郑晨达 郭奎宇
王鹏 邱长春

(74)专利代理机构 大连智高专利事务所(特殊普通合伙) 21235

代理人 李楠

(51)Int.Cl.

B01D 53/04(2006.01)

B01D 46/00(2006.01)

C01B 23/00(2006.01)

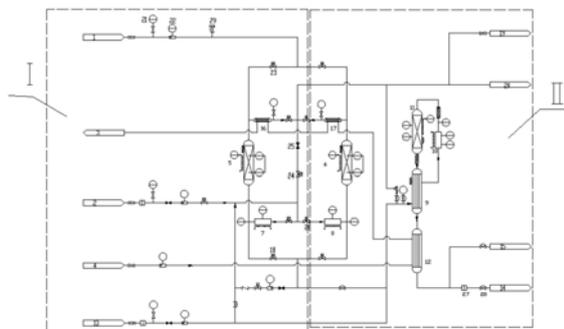
权利要求书2页 说明书10页 附图10页

(54)发明名称

一种用于氢气、氩气和氦气纯化的方法

(57)摘要

本发明涉及一种用于氢气、氩气和氦气纯化的方法,属于气体纯化工艺技术领域。主要技术方案如下:包括吸附步骤、吸气步骤、再生步骤,所述的吸附步骤如下:原料气经过滤自原料气入口进入脱氧吸附器A脱除包括一氧化碳、二氧化碳、氧气、水的杂质气体;所述的吸气步骤如下:经过吸附后的原料气进入吸气换热器与从吸气器出来的高温气体进行热交换,进入吸气加热器加热至纯化温度后进入吸气器,之后流出吸气器并再次进入吸气换热器与冷的原料气进行热交换。本发明方法采用从上部进入原料气,在纯化装置内部从上向下通过纯化填料的床层,下部产出产品气,以提高纯化效果。



1. 一种用于氢气、氙气和氦气纯化的方法,其特征在于,包括吸附步骤、吸气步骤、再生步骤,采用从脱氧吸附器A(5)上部进入原料气,在脱氧吸附器A(5)内部从上向下通过纯化填料的床层,脱氧吸附器A(5)下部产出产品气;

所述的吸附步骤如下:原料气经过滤,自原料气入口(1)进入脱氧吸附器A(5)脱除包括一氧化碳、二氧化碳、氧气、水的杂质气体;

所述的吸气步骤如下:经过吸附后的原料气进入吸气换热器(9)与从吸气器(11)出来的高温气体进行热交换,并预热,预热后进入吸气加热器(10)加热至纯化温度后进入吸气器(11),吸气器(11)中装有吸气剂,将其中的除稀有气体外的包括氮气和甲烷的杂质气体除去,之后流出吸气器(11)并再次进入吸气换热器(9)与冷的原料气进行热交换,并预冷,预冷后进行吸气冷却器(12)冷却,冷却后经过滤器、产品气出口(14)排出;

所述的再生步骤如下:先将再生加热器A(7)中的残留气体排出,从产品气出口(14)提取产品气与外接再生气混合作为再生吹扫气体通过再生加热器A(7)加热,加热温度在260~400℃,加热后进入脱氧吸附器A(5)对填床层进行吹扫,再生废气经再生冷却器A(16)冷却后排出。

2. 如权利要求1所述的用于氢气、氙气和氦气纯化的方法,其特征在于,所述步骤(4)从产品气出口(14)提取5-10wt%的产品气与外接再生气混合作为再生吹扫气体通过再生加热器A(7)加热。

3. 如权利要求1所述的用于氢气、氙气和氦气纯化的方法,其特征在于,所述脱氧吸附器A(5)包括以下部件:一级过滤器A(5-1),加料筒(5-2),定位器A(5-3),气流分配器(5-4),气流分配器支撑柱(5-5),上封头A(5-6),直筒段(5-7),二级过滤器A(5-8),二级过滤器支撑部A(5-9),三级过滤器A(5-10),三级过滤器固定板A(5-11),下封头A(5-12),进气管A(5-13),出气管A(5-14),底座A(5-15),热偶套管A(5-16)和热偶套管B(5-17);其中,上封头A(5-6)、直筒段(5-7)和下封头A(5-12)按照由上至下的顺序连接构成密封中空的容器主体并固定在底座A(5-15)上;上封头部分:上封头A(5-6)顶部中心位置开口,在上封头A(5-6)开口外端设有内径与开口尺寸相同的空心圆柱体状、一端去底的加料筒(5-2),加料筒(5-2)去底端连接在上封头A(5-6)顶端开口处,加料筒(5-2)的内设置圆柱状的一级过滤器A(5-1),一级过滤器A(5-1)侧壁设有均匀开孔,加料筒(5-2)的顶端的外侧开孔连接有与进气管A(5-13),加料筒(5-2)与一级过滤器A(5-1)之间设有定位器A(5-3),气流分配器支撑柱(5-5)一端连接在上封头A(5-6)内壁,另一端连接中心中空的气流分配器(5-4);直筒段部分:直筒段(5-7)靠近上封头A(5-6)位置设置一个热偶套管A(5-16),中部靠下位置设置一个热偶套管B(5-17),热偶套管B(5-17)的下方设置二级过滤器A(5-8),二级过滤器A(5-8)为板状结构,二级过滤器A(5-8)下方与二级过滤器支撑部A(5-9)相接触,直筒段(5-7)底部设有三级过滤器固定板A(5-11),三级过滤器固定板A(5-11)开有圆形的开口,开口处固定与其直径相同的中空,一端去底的圆柱状三级过滤器A(5-10),三级过滤器A(5-10)的另一个底面靠近二级过滤器支撑部A(5-9),三级过滤器A(5-10)的底面开孔与三级过滤器固定板A(5-11)的圆形的开口连接;下封头部分:下封头A(5-12)的底部开口连有与其直径相同的出气管A(5-14)。

4. 如权利要求1所述的用于氢气、氙气和氦气纯化的方法,其特征在于,所述再生加热器A(7)为类圆柱体,包括:加热器本体(71),加热器筒体(72),热偶套管E(73),进气管B

(74)、出气管B(75)和下封头B(76);加热器本体(71)上部为上部封头(71-1),下部为换热体A(71-2),换热体A(71-2)直径小于加热器筒体(72)内径,上部封头(71-1)的直径与加热器筒体(72)外径相同,换热体(71-2)伸入到加热器筒体(72)内部,上部封头(71-1)与加热器筒体(72)顶端接触,加热器筒体(72)下部靠近下封头B(76)的位置设有热偶套管E(73),加热器筒体(72)下端连有下封头B(76),下封头B(76)中心位置连接有出气管B(75)。

5.如权利要求4所述的用于氢气、氩气和氦气纯化的方法,其特征在于,所述加热器本体(71)为一体式结构,并与加热器筒体(72)和下封头B(76)形成密封柱状容器。

6.如权利要求4所述的用于氢气、氩气和氦气纯化的方法,其特征在于,所述加热器本体(71)还包括:流体通过孔(71-3),定位器B(71-4),热源内槽(71-5)和热偶内槽(71-6);流体通过孔(71-3)设在靠近上部封头(71-1)位置,流体通过孔(71-3)连接的通道在换热体A(71-2)内部与进气管B(74)连通,定位器B(71-4)设置在换热体A(71-2)靠近底端外侧位置,加热器本体(71)内竖直方向设有热源内槽(71-5),热源内槽(71-5)与进气管B(74)之间竖直设有热偶内槽(71-6),热源内槽(71-5)内装有热源,热偶内槽(71-6)内装有温度测量器。

7.如权利要求4所述的用于氢气、氩气和氦气纯化的方法,其特征在于,所述加热器本体(71)上有定位器B(71-4),设置在换热体A(71-2)靠近底端外侧位置。

8.如权利要求1所述的用于氢气、氩气和氦气纯化的方法,其特征在于,所述吸气器(11)包括:进气管C(11-1)、上封头B(11-2)、一级过滤器B(11-3)、加料口(11-4)、热偶套管C(11-5)、筒体(11-6)、热偶套管D(11-7)、二级过滤器B(11-8)、二级过滤器支撑部B(11-9)、三级过滤器B(11-10)、三级过滤器固定板B(11-11)、下封头C(11-12)、底座B(11-13)、出气管C(11-14)、加热器套管(11-15)、测温器套管(11-16)、扰流板(11-17)、气体流通孔(11-18)、换热体B(11-19)和定位器C(11-20);其中上封头B(11-2)、筒体(11-6)和下封头C(11-12)顺次连接构成类圆柱体状主体,进气管C(11-1)设置在主体上部,加热器套管(11-15)纵向设置于主体内部,加热器套管(11-15)内装管式加热器,相邻设置测温器套管(11-16),加热器套管(11-15)下方设置一级过滤器B(11-3),一级过滤器B(11-3)下面设有加料口(11-4)和热偶套管C(11-5),热偶套管C(11-5)下方设有热偶套管D(11-7),热偶套管D(11-7)下方设有二级过滤器B(11-8),二级过滤器B(11-8)下方与二级过滤器支撑部B(11-9)相接触,二级过滤器支撑部B(11-9)下方设有三级过滤器B(11-10),三级过滤器B(11-10)固定在三级过滤器固定板B(11-11)上,下封头C(11-12)中心位置设有出气管C(11-14),主体下部通过底座B(11-13)固定。

9.如权利要求1所述的用于氢气、氩气和氦气纯化的方法,其特征在于,所述吸气器(11)为再生加热器A(7)与脱氧吸附器A(5)的结合。

一种用于氢气、氙气和氦气纯化的方法

技术领域

[0001] 本发明属于气体纯化工艺技术领域,具体涉及一种用于氢气、氙气和氦气纯化的方法。

背景技术

[0002] 气体中的杂质甲烷是一种难以去除的杂质,用物理和化学吸附的方法极难去除。如果用深冷精馏的方法,投资和经济性不高,杂质氮气难以常温下被化学吸附,物理吸附时,被脱除的深度又无法满足需求($<100\text{ppb}\sim 0.1\text{ppb}$)。

发明内容

[0003] 为弥补现有技术的不足,本发明提供一种用于氢气、氙气和氦气纯化的方法。采用吸附和吸气联用的方式脱除原料气中的微量杂质氧、水、二氧化碳、一氧化碳、氢、甲烷和氮气等杂质。

[0004] 本发明的技术方案如下:一种用于氢气、氙气和氦气纯化的方法,包括吸附步骤、吸气步骤、再生步骤,采用从脱氧吸附器A上部进入原料气,在脱氧吸附器A内部从上向下通过纯化填料的床层,脱氧吸附器A下部产出产品气;

[0005] 所述的吸附步骤如下:原料气经过滤,自原料气入口进入脱氧吸附器A脱除包括一氧化碳、二氧化碳、氧气、水的杂质气体;

[0006] 所述的吸气步骤如下:经过吸附后的原料气进入吸气换热器与从吸气器出来的高温气体进行热交换,并预热,预热后进入吸气加热器加热至纯化温度后进入吸气器,吸气器中装有吸气剂,将其中除稀有气体外的包括氮气和甲烷的所有杂质气体除去,之后流出吸气器并再次进入吸气换热器与冷的原料气进行热交换,并预冷,预冷后进行吸气冷却器冷却至常温,冷却后经过滤器、产品气出口排出;

[0007] 所述的再生步骤如下:先将再生加热器A中的残留气体排出,从产品气出口提取产品气与外接再生气混合作为再生吹扫气体通过再生加热器A加热,加热温度在 $260\sim 400^{\circ}\text{C}$,加热后进入脱氧吸附器A对填床层进行吹扫,再生废气经再生冷却器A冷却后排出;

[0008] 所述的原料气入口位于外接再生气入口、冷却水回水口、冷却水上水口的上方。

[0009] 进一步的,所述步骤从产品气出口提取 $5\sim 10\text{vt}\%$ 的产品气与外接再生气混合作为再生吹扫气体通过再生加热器A加热。

[0010] 所述的脱氧吸附器A包括以下部件:一级过滤器A,加料筒,定位器A,气流分配器,气流分配器支撑柱,上封头A,直筒段,二级过滤器A,二级过滤器支撑部A,三级过滤器A,三级过滤器固定板A,下封头A,进气管A,出气管A,底座A,热偶套管A和热偶套管B;其中,上封头A、直筒段和下封头A按照由上至下的顺序连接构成密封中空的容器主体并固定在底座A上;上封头部分:上封头A顶部中心位置开口,在上封头A开口外端设有内径与开口尺寸相同的空心圆柱体状、一端去底的加料筒,加料筒去底端连接在上封头A顶端开口处,加料筒内设置圆柱状的一级过滤器A,一级过滤器A侧壁设有均匀开孔,加料筒的顶端的外侧开孔连

接有与进气管A,加料筒与一级过滤器A之间设有定位器A,气流分配器支撑柱一端连接在上封头A内壁,另一端连接中心中空的气流分配器;直筒段部分:直筒段靠近上封头A位置设置一个热偶套管A,中部靠下位置设置一个热偶套管B,热偶套管B的下方设置二级过滤器A,二级过滤器A为板状结构,二级过滤器A下方与二级过滤器支撑部A相接触,直筒段底部设有三级过滤器固定板A,三级过滤器固定板A开有圆形的开口,开口处固定与其直径相同的中空,一端去底的圆柱状三级过滤器A,三级过滤器A的另一个底面靠近二级过滤器支撑部A,三级过滤器A的底面开孔与三级过滤器固定板A的圆形的开口连接;下封头部分:下封头A的底部开口连有与其直径相同的出气管A。

[0011] 所述再生加热器A为类圆柱体,包括:加热器本体,加热器筒体,热偶套管E,进气管B、出气管B和下封头B;加热器本体上部为上部封头,下部为换热体A,换热体A直径小于加热器筒体内径,上部封头的直径与加热器筒体外径相同,换热体伸入到加热器筒体内部,上部封头与加热器筒体顶端接触,加热器筒体下部靠近下封头B的位置设有热偶套管E,加热器筒体下端连有下封头B,下封头B中心位置连接有出气管B。

[0012] 所述加热器本体为一体式结构,并与加热器筒体和下封头B形成密封柱状容器。

[0013] 所述加热器本体还包括:流体通过孔,定位器B,热源内槽和热偶内槽;流体通过孔设在靠近上部封头位置,流体通过孔连接的通道在换热体A内部与进气管B连通,定位器B设置在换热体A靠近底端外侧位置,加热器本体内竖直方向设有热源内槽,热源内槽与进气管B之间竖直设有热偶内槽,热源内槽内装有热源,热偶内槽内装有温度测量器。

[0014] 所述加热器本体上有定位器B,设置在换热体A靠近底端外侧位置。

[0015] 所述吸气器包括:进气管C、上封头B、一级过滤器B、加料口、热偶套管C、筒体、热偶套管D、二级过滤器B、二级过滤器支撑部B、三级过滤器B、三级过滤器固定板B、下封头C、底座B、出气管C、加热器套管、测温器套管、扰流板、气体流通孔、换热体B和定位器C;其中上封头B、筒体和下封头C顺次连接构成类圆柱体状主体,进气管C设置在主体上部,加热器套管纵向设置于主体内部,加热器套管内装管式加热器,相邻设置测温器套管,加热器套管下方设置一级过滤器B,一级过滤器B下面设有加料口和热偶套管C,热偶套管C下方设有热偶套管D,热偶套管D下方设有二级过滤器B,二级过滤器B下方与二级过滤器支撑部B相接触,二级过滤器支撑部B下方设有三级过滤器B,三级过滤器B固定在三级过滤器固定板B上,下封头C中心位置设有出气管C,主体下部通过底座B固定。如果设备规模较大,吸气器也可以是再生加热器A与脱氧吸附器A的结合。

[0016] 本发明的有益效果如下:

[0017] (1) 本发明吸气工序中的吸气剂为消耗性吸附剂,不可重复利用和再生,达到吸附容量后即失去吸附能力,因此,在吸气工序前端加上可以再生重复使用的吸附工序用于原料气中的氧、水、一氧化碳、二氧化碳和氢(纯化氢气时不脱氢),后端吸气工序只吸附原料气中的杂质甲烷和氮气,可将吸气剂的使用寿命延长3倍以上,降低运行和填料的更换成本。

[0018] (2) 采用了换热器,从吸气器出来的高温气体在换热器与冷的进气进行热交换,热量回收率>80%,给热气预冷却,冷气预加热。可减小吸气加热器的装机功率,降低吸气冷却器的冷却面积70%以上,有效地降低了投资成本和运营成本。本工艺可将原料气中的气体杂质降低至体积分量的0.1ppb(百亿分之一)以下。

[0019] (3) 根据气体流动特性,为提高气体的纯化效果,本工艺采用从脱氧吸附器上部进入原料气,在脱氧吸附器内部从上向下通过纯化填料的床层,脱氧吸附器下部产出产品气,能够显著提高纯化效果。现有技术中,气体的流向是原料气由脱氧吸附器下部封头进入,产品气由脱氧吸附器上部封头产出,因气体为轻质流体,从脱氧吸附器下部进入,上部出来会增加脱氧吸附器内线速,减少与填料接触的停留时间,对填料除去原料气中的杂质不利(停留时间越长,对脱除杂质越有利)。本发明提供的技术方案中原料气由脱氧吸附器上部封头进入,产品气由脱氧吸附器下部封头产出。气体为轻质流体,由上至下的流通方向,会减小脱氧吸附器内线速,配合内置的气流分配器,脱氧吸附器内气体的分布更加均匀,增加与填料接触的几率,延长气体在填料间的停留时间,有利于填料除去原料气中的杂质。

[0020] (4) 本工艺是一种可连续产气的气体纯化工序,两个脱氧吸附器内装吸附剂,吸附剂有吸附容量,需要定期激活再生,操作时,一台脱氧吸附器纯化气体,另一台再生或待用。因为每一组中的纯化用填料有吸附容量,饱和后需要进行再生处理,如果吸附组为两组以上,可以对达到饱和的吸附柱进行再生,其他的可以继续纯化气体,以实现连续产气的目的和作用。

[0021] (5) 本发明提供的工艺,原料气体流通区别于老工艺,即从装有吸附剂的脱氧吸附器上部进入,在脱氧吸附器中由上向下经过吸附剂,原料气中的杂质在被经过的吸附剂吸附脱除,再从脱氧吸附器下部离开,可以有效提高气流分配均匀程度,增加气体中杂质与吸附剂接触的几率,提高停留时间,改善纯化效果。另一个改进之处是加热器和填料床层分离。以前纯化装置和工艺中,加热器内置于脱氧吸附器内部,与填料接触,加热器和填料床层混装,这样的结构往往会使填料产生装填不实,致使产生沟流现象;加热不均,致使填料活化不彻底;即加热器与填料之间会产生较填料间较大的缝隙,由于流体会选择阻力低的方向流动,所以气体会更多的由填料与加热器之间的缝隙通过,而不从填料间通过一会使脱氧吸附器内很大部分的填料不会被利用,而减少填料的利用率,降低产品气的品质,以上缺点对填料的利用率和气体的纯化效果产生极不利的影 响。本发明的技术方案将加热器外置于脱氧吸附器外部,与填料无接触,加热器与填料床层分离,使填料装填密致,使气流流动加均匀;加热更加均匀,使填料活化更加彻底;以上的改进对填料利用率提高很大,对气体的纯化效果的提升也很明显。

[0022] (6) 目前的纯化装置所使用的脱氧吸附器,是采用普通的内表面(内部的,填料接触的表面)未经打磨或抛光处理的不锈钢无缝钢管或不锈钢板制作而成,根据发明人以往的使用和实践经验,在使用一定时间后,杂质含量会提高,经试验,排除填料性能下降因素,确认是脱氧吸附器内部粗糙表面附着了气体杂质,经长时间累计,并达到一定程度后,向外释放,影响产品气指标。因高超纯度气体单项杂质含量非常低(通常小于1ppb或0.1ppb),从内壁释放的杂质往往使气体的指标无法达到纯度设计指标的要求。

[0023] 为解决此问题,本发明采用的脱氧吸附器内表面均进行了抛光处理,处理后的表面粗糙度 $<10\mu\text{m}$,在更高纯度产品方案中粗糙度甚至达到 $<1\mu\text{m}$ 。改进后,得到极大改善,在长时间运行后,产品气中的杂质指标与初始产品指标基本无下降现象。即使高超纯度气体的生产,指标也长时间稳定于设计指标之内(单项杂质小于1ppb或0.1ppb)。

[0024] (7) 现有技术方案中脱氧吸附器内部仅设置进口和出口两个过滤器,过滤精度最大100目(180 μm),过滤精度相对较差,会有大的固体杂质进入产品气。但如果脱氧吸附器出

口过滤器采用精度更高的过滤器,因脱氧吸附器出口过滤器为平面设计,与填料填充高度方向垂直,长时间运行后,填料粉化后的粉末(长时间气体冲刷,摩擦使填料粉化是所有填料的正常现象)降落到脱氧吸附器出口过滤器,有很大几率堵塞出口过滤器的很小的孔隙,导致整体压力将过高。影响产品气的品质。

[0025] 本发明技术方案中的脱氧吸附器中的过滤装置,采用三重过滤,即脱氧吸附器入口粗过滤,脱氧吸附器出口二级过滤和脱氧吸附器出口精密过滤。即在脱氧吸附器入口设置过滤器与现有的技术方案无差别,主要过滤原料气从气源处带来的固体杂质。但在脱氧吸附器出口先设置二级过滤,精度采用100目(180um),用以过滤较大的填料颗粒,同时因为孔隙较大,颗粒不会堵塞。在二级过滤后设置脱氧吸附器出口精密过滤,精度采用1um,且过滤面与填料填充高度的方面平采用本发明的技术方案,既保证了脱氧吸附器出口的过滤精度,也保证了通过脱氧吸附器气体的压力降保持在很小的范围(设计指标范围内,<0.02MPa)。

[0026] (8) 现有技术方案的脱氧吸附器中没有设置气流分配器,气体在进入脱氧吸附器后,有可能因内部元件尺寸和结构的误差,出现气流在脱氧吸附器内部通过不均匀的现象,这样会使填料的利用率、填料的利用率,使产气量下降,有一定几率出现死体积下降,会使产品气品质下降。本发明的技术方案中,在脱氧吸附器入口处设置气流分配器,气体进入脱氧吸附器后,在气流分配器的作用下,进行重新分配,使气体在脱氧吸附器内的填料的各个位置的流量均匀,以提高填料的利用率,进而提高产量和产品气品质。

[0027] (9) 现有技术方案中采用的管道和管件的洁净等级BA级(表面粗糙度<10um),工艺管件内表面越粗糙,脱氧吸附器越累计附着杂质成分,在高超纯度气体纯化中,会对气体指标产生不利影响。本发明技术方案中采用的管道和管件的洁净等级为EP级(表面粗糙度<1um,且表面有电化学涂层),使内表面附着和累计杂质组分量大大减少,并且电化学涂层有很好的耐腐蚀作用。

[0028] 现有技术方案中的活接头采用卡套方式连接,卡套的连接方式虽然有操作简单,不需要焊接操作,但连接处存在较大的死体积,死体积中容易累计杂质组分,对产品气纯度产生不利影响。本发明技术方案中的活接头均采用VCR连接方式,虽然采用VCR连接方式需要有额外的焊接工作,但VCR接头连接处几乎无死体积,对产品气的不利影响很小。

[0029] (10) 现有技术方案中采用对于原料气入口至脱氧吸附器入口之间的阀门采用填料阀(如球阀、旋塞阀、针阀等),此类阀门虽然价格相对便宜,但其内部结构存在死体积,容易累计杂质组分,且其泄漏率相对较高(一般为10-7mbar.l/sec),易于通过死体积释放和外部浓度差渗漏,增加原料气中的杂质组分,增大填料的负担,对产品气的指标产生不利影响。本发明技术方案中采用对于原料气入口至脱氧吸附器和入口之间的阀门采用隔膜阀,此类阀门虽然价格相对较高,但其内部结构几乎不存在死体积,不容易累计杂质组分,且其泄漏率相对较低(一般为<10-9mbar.l/sec,甚至可以达到<10-12mbar.l/sec),可以很好地保证原料气原有指标的稳定性。出口阀门采用的隔膜阀或波纹管阀的洁净等级提高至EP级,能够很好的保证产品气指标的稳定性。

附图说明

[0030] 图1为本发明的结构示意图。

- [0031] 图2为脱氧吸附器A的结构图。
- [0032] 图3为气流分配器的俯视图。
- [0033] 图4为三级过滤器A及固定板俯视图。
- [0034] 图5为再生加热器A的结构图。
- [0035] 图6为加热器本体的结构图。
- [0036] 图7为加热器本体A-A方向剖面图。
- [0037] 图8为加热器本体B-B方向剖面图。
- [0038] 图9为吸气器的结构图1。
- [0039] 图10为换热体的水平剖视图。
- [0040] 图11为三级过滤器B的水平剖视图1。
- [0041] 图12为吸气器的结构图2。
- [0042] 图13为管式加热器部分的水平剖视图。
- [0043] 图14为三级过滤器B的水平剖视图2。
- [0044] 图15为图1的I部放大图。
- [0045] 图16为图1的II部放大图。
- [0046] 其中:1、原料气入口,2、外接再生气入口,3、冷却水回水口,4、冷却水上水口,5、脱氧吸附器A,6、脱氧吸附器B,7、再生加热器A,8、再生加热器B,9、吸气换热器,10、吸气加热器,11、吸气器,12、吸气冷却器,13、氩气入口,14、产品气出口,15、分析采样出口,16、再生冷却器A,17、再生冷却器B,18、脱氧吸附器出口阀,19、低位排液阀,20、废气排放口,21、原料气入口压力测量仪表,22、原料气流量测量仪表,23、脱氧吸附器入口阀,24、放空吹扫截止阀,25、再生气流量调节阀,26、再生气入口阀,27、产品过滤器,28、产品气出口阀,29、原料气入口过滤器,5-1、一级过滤器A,5-2、加料筒,5-3、定位器A,5-4、气流分配器,5-5、气流分配器支撑柱,5-6、上封头A,5-7、直筒段,5-8、二级过滤器A,5-9、二级过滤器支撑部A,5-10、三级过滤器A,5-11、三级过滤器固定板A,5-12、下封头A,5-13、进气管A,5-14、出气管A,5-15、底座A,5-16、热偶套管A,5-17、热偶套管B,71、加热器本体,71-1、上部封头,71-2、换热体A,71-3、流体通过孔,71-4、定位器,71-5、热源内槽,71-6、热偶内槽,72、加热器筒体,73、热偶套管E,74、进气管B,75、出气管B,76、下封头B,11-1、进气管C,11-2、上封头B,11-3、一级过滤器B,11-4、加料口,11-5、热偶套管C,11-6、筒体,11-7、热偶套管D,11-8、二级过滤器B,11-9、二级过滤器支撑部B,11-10、三级过滤器B,11-11、三级过滤器固定板B,11-12、下封头C,11-13、底座B,11-14、出气管C,11-15、加热器套管,11-16、测温器套管,11-17、扰流板,11-18、气体流通孔,11-19、换热体B,11-20、定位器C。

具体实施方式

[0047] 下面结合具体实施例对本发明做进一步的说明。

[0048] 实施例1

[0049] 如图1-16所示,一种用于氢气、氩气和氦气纯化的装置,包括原料气入口1、外接再生气入口2、冷却水回水口3、冷却水上水口4,所述的原料气入口1位于外接再生气入口2、冷却水回水口3、冷却水上水口4的上方,所述的原料气入口1通过阀门连接脱氧吸附器A5、脱氧吸附器B6,脱氧吸附器A5、脱氧吸附器B6出口分别并联引出并连接再生加热器A7、再生加

热器B8,所述的外接再生气入口2连接再生加热器A7、再生加热器B8,所述的脱氧吸附器A5或脱氧吸附器B6出口分别并联引出并连接再生冷却器A16、再生冷却器B17,所述的脱氧吸附器A5或脱氧吸附器B6出来的半成品气体进入吸气换热器9,所述的吸气换热器9通过吸气加热器10连接吸气器11,所述的吸气换热器9连接吸气冷却器12,氩气入口13通过管道连接外接再生气入口2管道,氩气入口13连接吸气换热器9,所述的吸气冷却器12连接产品气出口14和分析采样出口15。

[0050] 所述的脱氧吸附器A5包括以下部件:一级过滤器A5-1,加料筒5-2,定位器A5-3,气流分配器5-4,气流分配器支撑柱5-5,上封头A5-6,直筒段5-7,二级过滤器A5-8,二级过滤器支撑部A5-9,三级过滤器A5-10,三级过滤器固定板A5-11,下封头A5-12,进气管A5-13,出气管A5-14,底座A5-15,热偶套管A5-16和热偶套管B5-17;其中,上封头A5-6、直筒段5-7和下封头A5-12按照由上至下的顺序连接构成密封中空的容器主体并固定在底座A5-15上;上封头部分:上封头A5-6顶部中心位置开口,在上封头A5-6开口外端设有内径与开口尺寸相同的空心圆柱体状、一端去底的加料筒5-2,加料筒5-2去底端连接在上封头A5-6顶端开口处,加料筒5-2的内设置圆柱状的一级过滤器A5-1,一级过滤器A5-1侧壁设有均匀开孔,加料筒5-2的顶端的外侧开孔连接有与进气管A5-13,加料筒5-2与一级过滤器A5-1之间设有定位器A5-3,气流分配器支撑柱5-5一端连接在上封头A5-6内壁,另一端连接中心中空的气流分配器5-4;直筒段部分:直筒段5-7靠近上封头A5-6位置设置一个热偶套管A5-16,中部靠下位置设置一个热偶套管B5-17,热偶套管B5-17的下方设置二级过滤器A5-8,二级过滤器A5-8为板状结构,二级过滤器A5-8下方与二级过滤器支撑部A5-9相接触,直筒段5-7底部设有三级过滤器固定板A5-11,三级过滤器固定板A5-11开有圆形的开口,开口处固定与其直径相同的中空,一端去底的圆柱状三级过滤器A5-10,三级过滤器A5-10的另一个底面靠近二级过滤器支撑部A5-9,三级过滤器A5-10的底面开孔与三级过滤器固定板A5-11的圆形的开口连接;下封头部分:下封头A5-12的底部开口连有与其直径相同的出气管A5-14。所述的脱氧吸附器A5右侧2个温度测量仪表的用于测量和控制脱氧吸附器内吸附剂的温度;脱氧吸附器左侧外再生加热器上的1个温度测量仪表用于测量和控制外再生加热器的加热温度和脱氧吸附器外壁温度;加热器上的用于测量再生加热器的温度;再生加热器和脱氧吸附器之间的用于测量经再生加热器加热后再生气的温度。通过套管设置安装温度测量仪表。脱氧吸附器A5和脱氧吸附器B6表面均进行抛光处理,其处理后的表面粗糙度 $<10\mu\text{m}$;优选其处理后表面粗糙度 $<1\mu\text{m}$ 的脱氧吸附器A和脱氧吸附器B。内部还设有过滤装置,采用三重过滤,即入口粗过滤,出口二级过滤和出口精密过滤。其中,二级过滤,精度采用 $180\mu\text{m}$;出口精密过滤精度采用 $1\mu\text{m}$,且过滤面与填料填充高度的方面平行设置。装置中采用的管道和管件的洁净等级为EP级:表面粗糙度 $<1\mu\text{m}$ 。管道和管件连接处的活接头均采用VCR连接方式。本发明纯化装置中原料气入口至脱氧吸附器入口之间的阀门采用隔膜阀或波纹管阀,洁净等级为EP级。

[0051] 所述再生加热器A7为类圆柱体,包括:加热器本体71,加热器筒体72,热偶套管E73,进气管B74、出气管B75和下封头B76;加热器本体71上部为上部封头71-1,下部为换热体A71-2,换热体A71-2直径小于加热器筒体72内径,上部封头71-1的直径与加热器筒体72外径相同,换热体1-2伸入到加热器筒体72内部,上部封头71-1与加热器筒体72顶端接触,加热器筒体72下部靠近下封头B76的位置设有热偶套管E73,加热器筒体72下端连有下封头

B76,下封头B76中心位置连接有出气管B75。

[0052] 所述加热器本体71为一体式结构,并与加热器筒体72和下封头B76形成密封柱状容器。

[0053] 所述加热器本体71还包括:流体通过孔71-3,定位器B71-4,热源内槽71-5和热偶内槽71-6;流体通过孔71-3设在靠近上部封头71-1位置,流体通过孔71-3连接的通道在换热体A71-2内部与进气管B74连通,定位器B71-4设置在换热体A71-2靠近底端外侧位置,加热器本体71内竖直方向设有热源内槽71-5,热源内槽71-5与进气管B74之间竖直设有热偶内槽71-6,热源内槽71-5内装有热源,热偶内槽71-6内装有温度测量器。

[0054] 所述加热器本体71上有定位器B71-4,设置在换热体A71-2靠近底端外侧位置。

[0055] 所述吸气器11包括:进气管C11-1、上封头B11-2、一级过滤器B11-3、加料口11-4、热偶套管C11-5、筒体11-6、热偶套管D11-7、二级过滤器B11-8、二级过滤器支撑部B11-9、三级过滤器B11-10、三级过滤器固定板B11-11、下封头C11-12、底座B11-13、出气管C11-14、加热器套管11-15、测温器套管11-16、扰流板11-17、气体流通孔11-18、换热体B11-19和定位器C11-20;其中上封头B11-2、筒体11-6和下封头C11-12顺次连接构成类圆柱体状主体,进气管C11-1设置在主体上部,加热器套管11-15纵向设置于主体内部,加热器套管11-15内装管式加热器,相邻设置测温器套管11-16,加热器套管11-15下方设置一级过滤器B11-3,一级过滤器B11-3下面设有加料口11-4和热偶套管C11-5,热偶套管C11-5下方设有热偶套管D11-7,热偶套管D11-7下方设有二级过滤器B11-8,二级过滤器B11-8下方与二级过滤器支撑部B11-9相接触,二级过滤器支撑部B11-9下方设有三级过滤器B11-10,三级过滤器B11-10固定在三级过滤器固定板B11-11上,下封头C11-12中心位置设有出气管C11-14,主体下部通过底座B11-13固定。如果设备规模较大,吸气器11也可以是再生加热器A7与脱氧吸附器A5的结合。

[0056] 本发明的纯化过程如下:

[0057] (一) 吸附工序

[0058] 原料气从原料气入口1进入工艺入口阀,进入工艺,原料气的压力和流量通过原料气入口压力测量仪表21和原料气流量测量仪表22测量压力和流量,以保证原料气的工况条件在设计要求的范围内,通过原料气入口过滤器29过滤掉原料气来源可能带有的固体杂质。

[0059] 进入吸附工序,以脱氧吸附器A5生产,脱氧吸附器B6再生为例,原料气经脱氧吸附器入口阀23进脱氧吸附器A5,原料气在其内部的填料的作用下,脱除原料气中的氧、水、一氧化碳和二氧化碳等杂质,达到纯化的目的。之后从产品气出脱氧吸附器出口阀流出脱氧吸附器A5,进入吸气工序。

[0060] 需要再生激活的脱氧吸附器B6中的残留气体从放空吹扫截止阀24排出,并用外接再生气流量调节阀25调节排出流速,以防止对容器中的填料床层冲击过大,产生物理性的损耗。之后从纯化后的产品气中提取一部分5-10vt%,作为再生吹扫气与外接再生气混合后经再生气入口阀26通过再生加热器B8加热,加热温度在260~400℃,加热后的再生气进入脱氧吸附器B6,并对其中的填料床层进行吹扫。脱氧吸附剂的成分为金属氧化物,型号为DM2。

[0061] 再生废气在再生冷却器B17冷却后通过再生废气出口阀排出,如果再生时产生水

或者废液,则从低位排液阀19排除工艺。

[0062] 加热再生完成后,再生加热器和容器外加热器停止加热,进行吹冷,冷却后,对脱氧吸附器B6进行充压至工作压力,完成上述步骤后,关闭阀门,保压待用。

[0063] (二)吸气工序

[0064] 从吸附工序出来的原料气进入吸气换热器9与从吸气器11出来的高温气体进行热交换,并预热,之后经过吸气加热器10加热至纯化温度后200~550℃,进入吸气器11,在其装填的吸气剂的作用下(吸气剂型号为XJ6,成分为多元合金),将原料气中的甲烷、氮气和经吸附工序后,残留的除稀有气体外(氦、氖、氩、氪、氙等)的其他气体杂质氧、水、一氧化碳、二氧化碳、氢、氮和甲烷等脱除,之后气体流出吸气器11并再次进入吸气换热器9与冷的原料气进行热交换,并预冷,再进入吸气冷却器12冷却至常温,之后经过产品过滤器27精密过滤固体颗粒,从产品气出口阀28流出。吸气器11的结构如图9,如果设备规模较大,也可以采用与加热器的结合,如图12所示。

[0065] 本发明纯化方法与现有技术对比结果如下表1:

[0066] 表1纯化效果比较

[0067]

序号	项目	原容器方案效果	技术改进后的容器方案效果	备注
1	脱氧吸附器规格-mm	DN250*1000	DN250*1000	取相同规格的容器-内径*高度
2	脱氧吸附器内部处理	酸洗钝化, 表面粗糙, 未打磨抛光	打磨抛光处理, 内表面粗糙度<10um 或<1um	
3	气体流向	下进上出	上进下出	1、原方案: 原料气由容器下部封头进入, 产品气由容器上部封头产出; 2、技术改进后方案: 原料气由容器上部封头进入, 产品气由容器下部封头产出;
4	气流分配器	未设置	入口设置气流分配器	
5	填料装填量	N	N	以 N 代替具体数量, 都是 N 表示装填数量一致
6	处理气量-Nm ³ /h	60	100	改进后处理气体量是原方案的 2 倍
7	产品气品质-纯度	99.99999%	99.999999%	在处理量大大提高的情况下, 技术改进后的产品气纯

[0068]

				度比原方案产品气纯度提高 10 倍
8	装机电功率	10.8KW	10.8KW	技术改进后的产品气纯度比原方案装机功率基本没有改变
9	加热到达的温度-℃	350	350	设定相同的温度
10	加热气体流量-Nm ³ /h	6	10	技术改进后的产品气纯度比原方案加热气体有增加
11	加热到达温度所需的时间-小时	2.5	4	技术改进后的产品气纯度比原方案加热时间有增加
12	加热气体总量-m ³	15	40	技术改进后的产品气纯度比原方案加热气体总量有增加

[0069] 从上表看出,在脱氧吸附器规格和填料使用数量一样的情况下,本发明技术方案的脱氧吸附器的处理气体量和产品气的指标都有大幅度的提高,尤其气体纯度提高了1个数量级。

[0070] 虽然加热消耗的气体量较大,但产能的提高和产品品质的大幅提升所带来的经济价值更高(高纯度气体的单价会有数量级的提升)。

[0071] 上述实施例只是用于对本发明的举例和说明,而非意在将本发明限制于所描述的实施例范围内。此外本领域技术人员可以理解的是,本发明不局限于上述实施例,根据本发明的教导还可以做出更多种的变型和修改,这些变型和修改均落在本发明所要求保护的范围内。

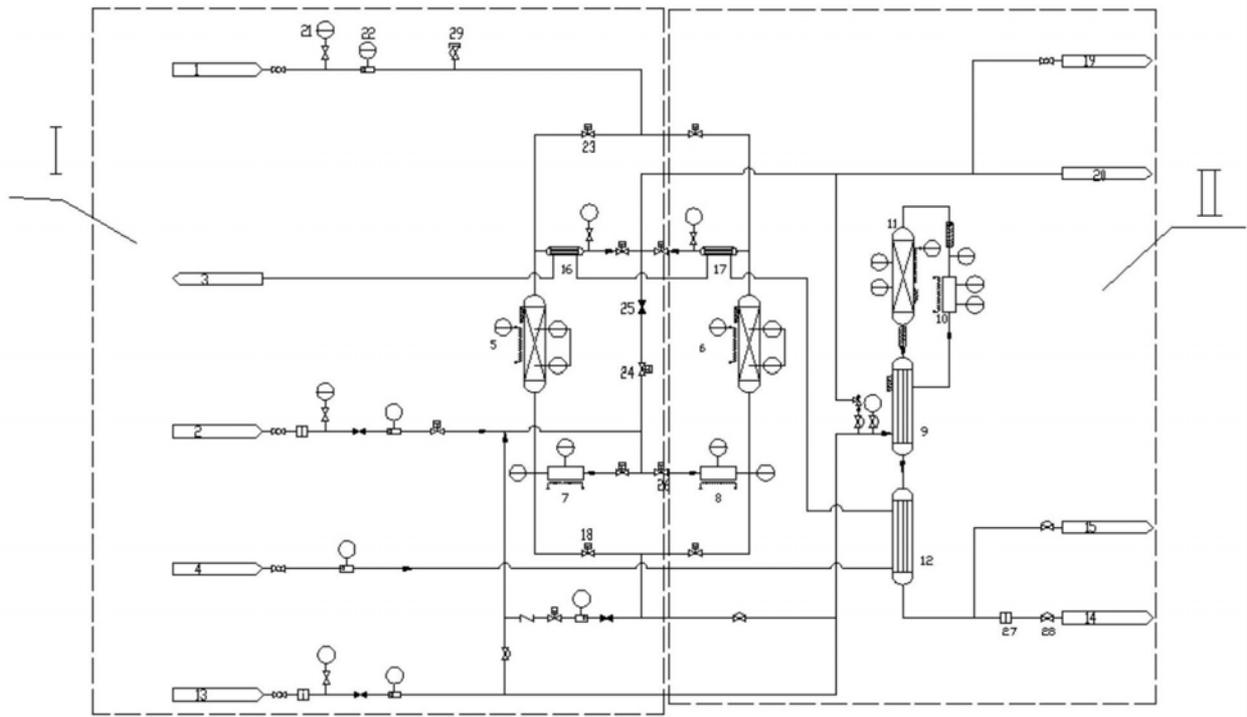


图1

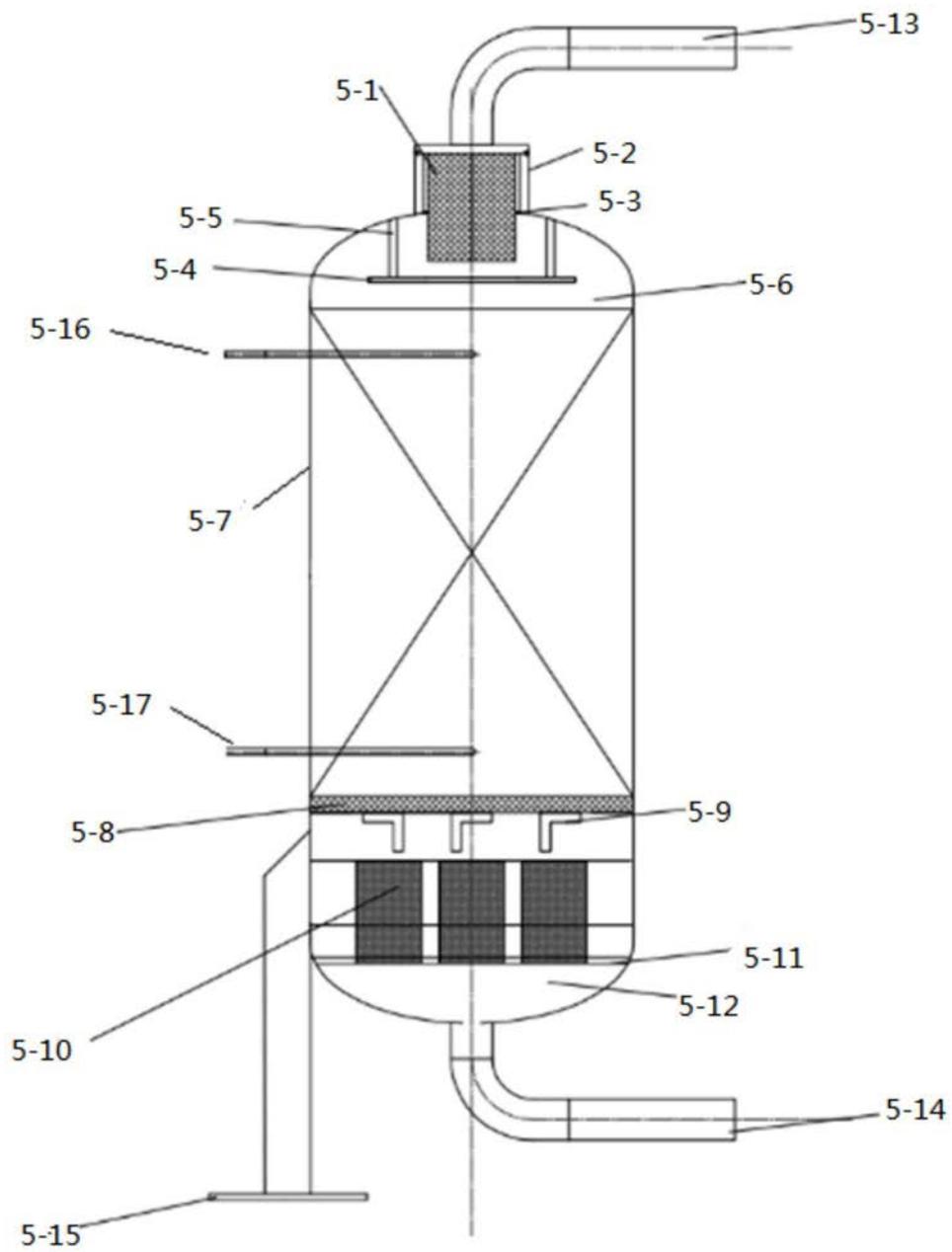


图2

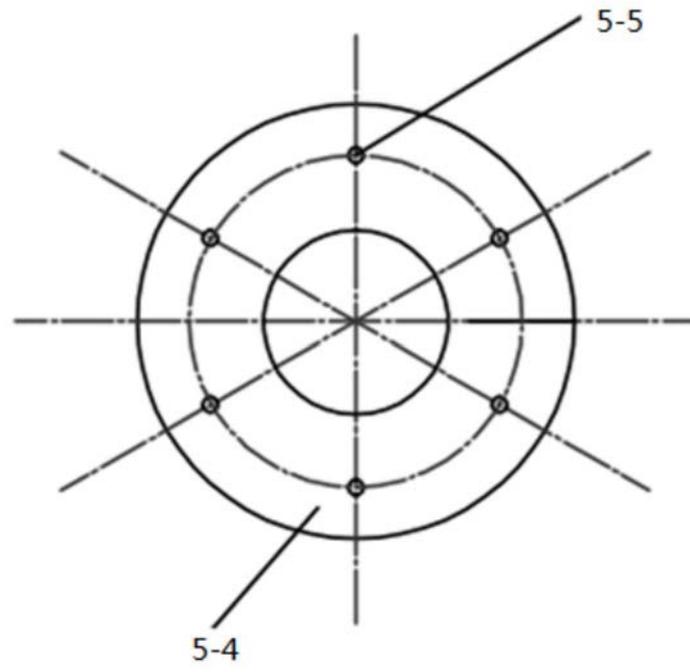


图3

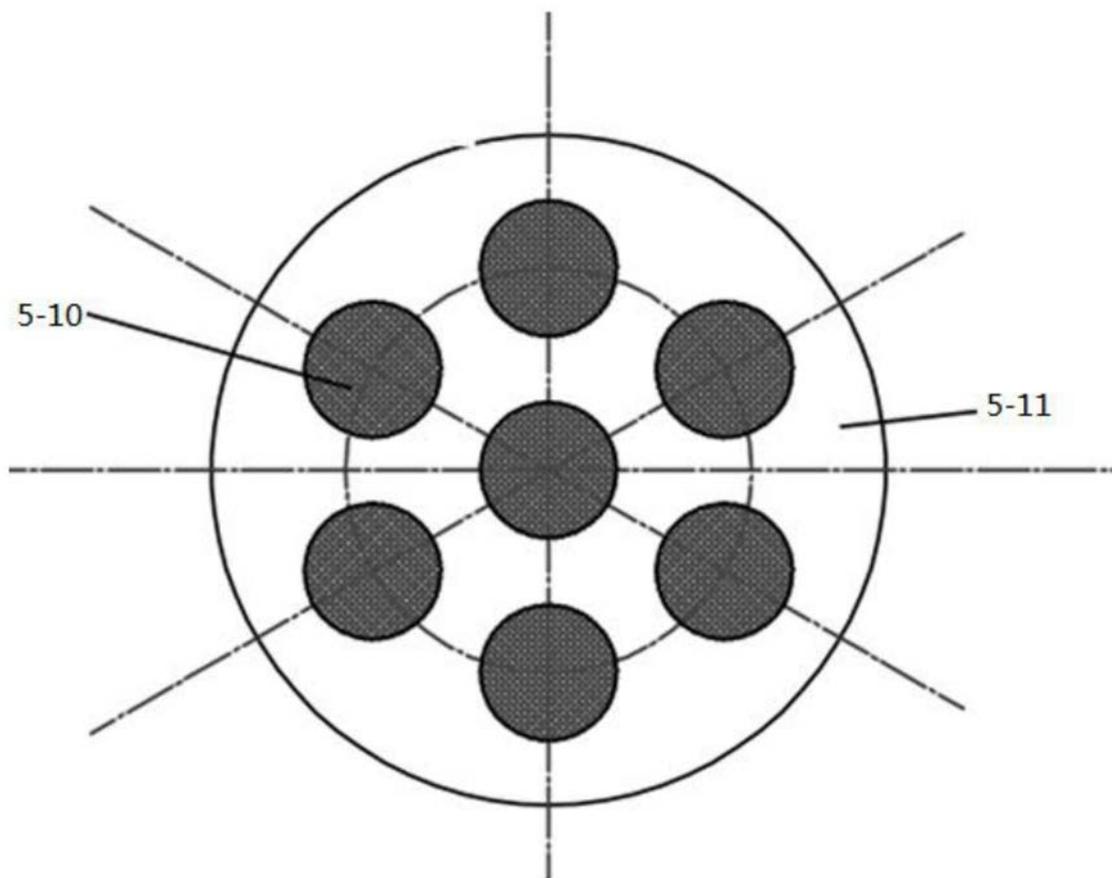


图4

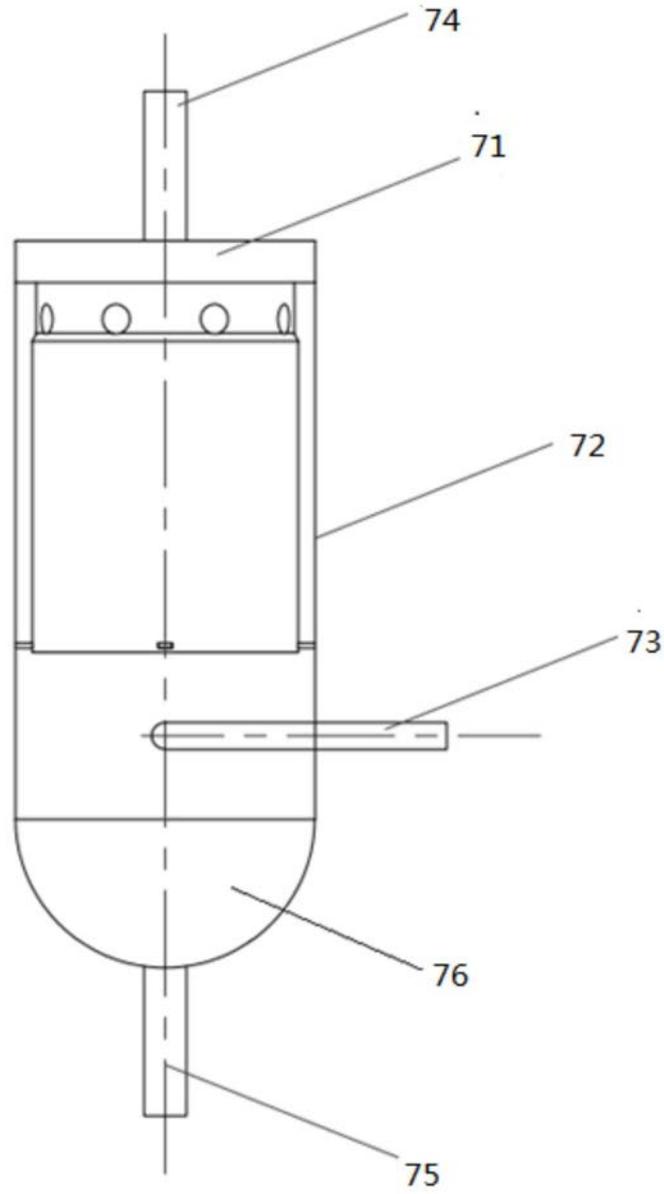


图5

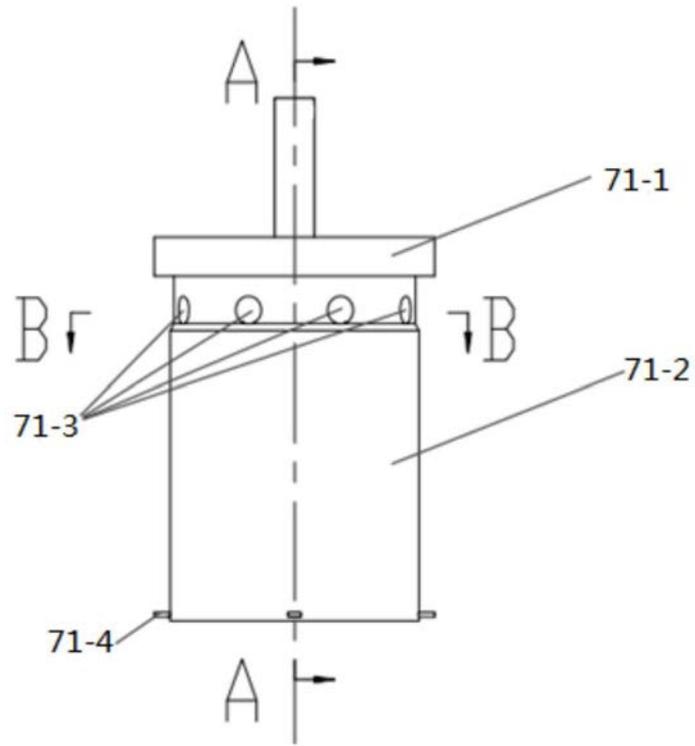


图6

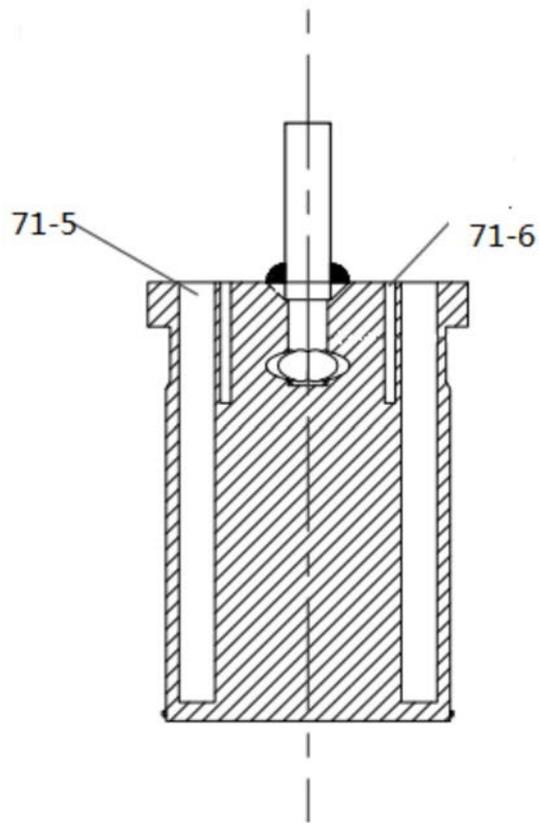


图7

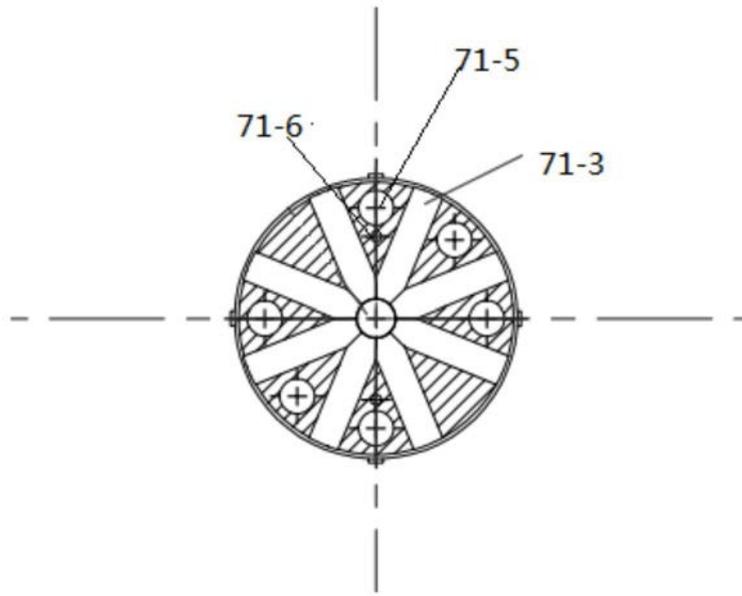


图8

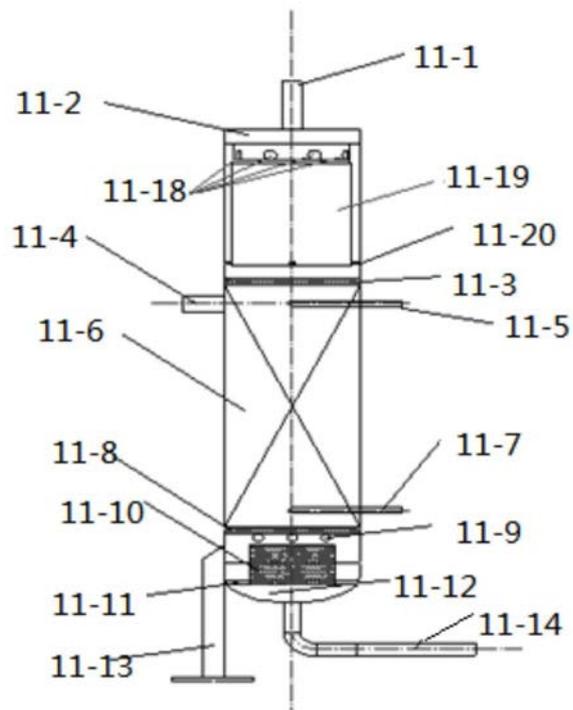


图9

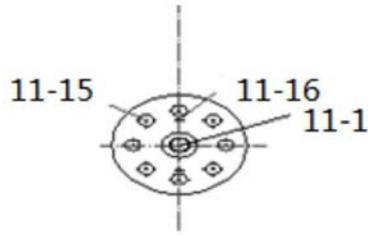


图10

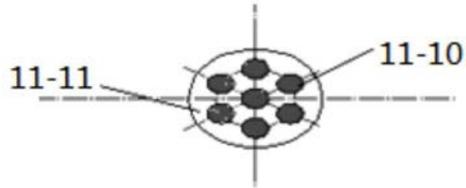


图11

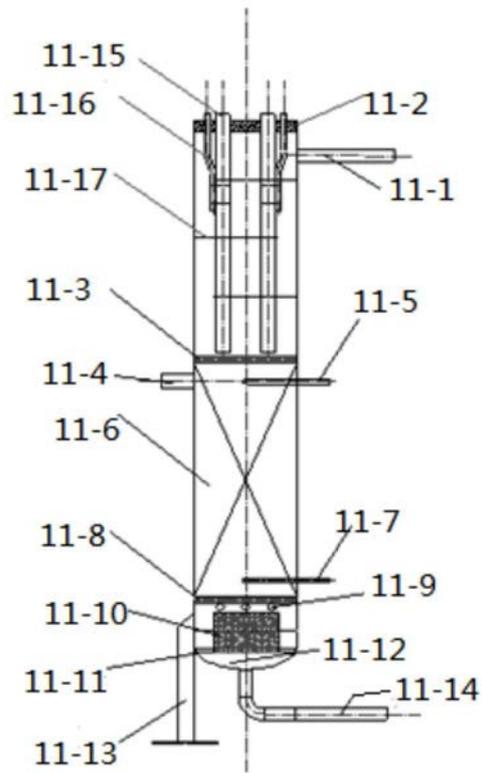


图12

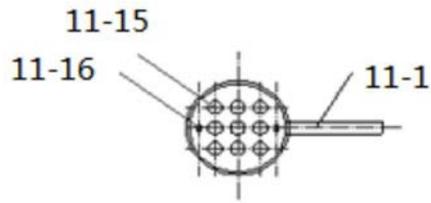


图13

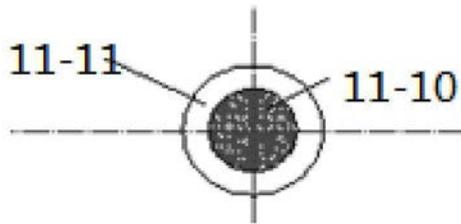


图14

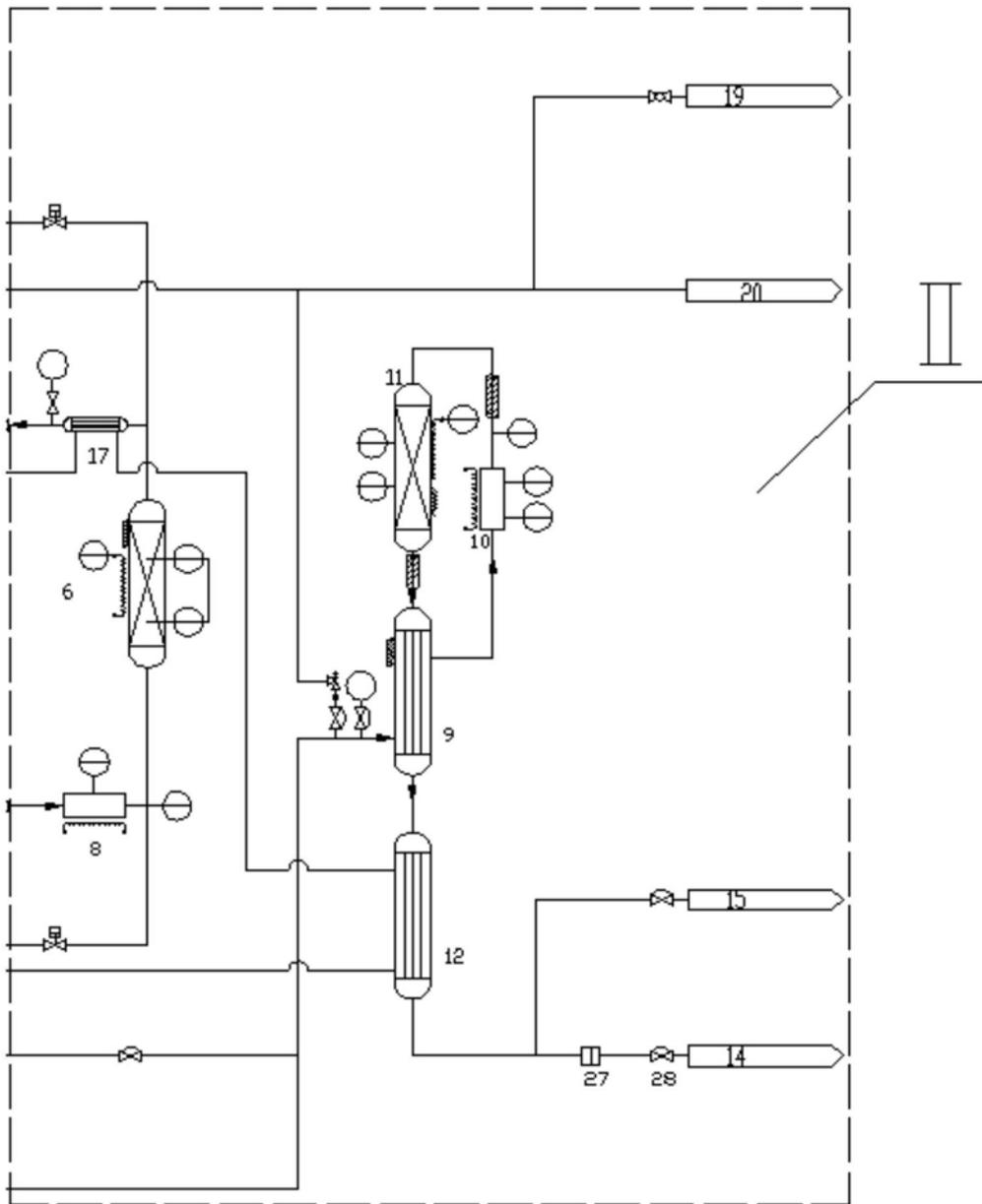


图16