

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 90110054.4

[51]Int.Cl⁵

C01B 21/04

[45]授权公告日 1995年3月8日

[24]颁证日 94.12.24

[21]申请号 90110054.4

[22]申请日 90.1.19

[30]优先权

[32]90.1.19 [33]US[31]467,673

[73]专利权人 波克集团股份有限公司

地址 美国新泽西州

[72]发明人 拉维·贾股

[74]专利代理机构 上海专利商标事务所

B01D 53/04

代理人 全永留

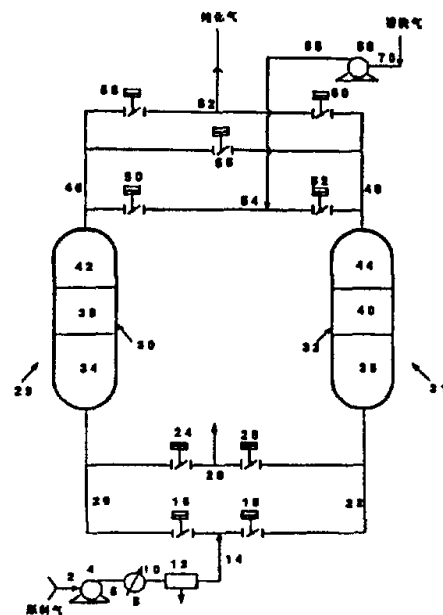
说明书页数:

附图页数:

[54]发明名称 一种从原料气流中去除杂质的方法

[57]摘要

本发明涉及一种从原料气流去除杂质：一氧化碳、二氧化碳、水蒸气以及任选的氢的方法，它包括开始去除水和二氧化碳，把一氧化碳和氢分别氧化成二氧化碳和水蒸气，再去除氧化产物。本发明方法可以通过在多处理区中进行纯化来分批或连续进行，即采用其中一个或多个区正被再生，而另外的一个或多个区正在纯化原料气流。



权 利 要 求 书

1. 一种从原料气流中去除杂质-氧化碳、二氧化碳、氢和水蒸气的方法，其特征在于所说的方法包括以下步骤：

(a) 从含有所说的杂质的原料气流中除去水蒸气，且原料气流中还含有足量的氧气以将存在于所述进料气流中的一氧化碳和氢转化为二氧化碳和水；

(b) 使来自步骤(a)的原料气流与一种或多种氧化催化剂接触，由此使一氧化碳转变成二氧化碳，氢转变成水蒸气；

(c) 从步骤(b)中所得气体产物中除去水蒸气和二氧化碳，以便获得所说的基本上纯化的气体产品。

2. 根据权利要求1所述的方法，其特征在于步骤(a)包括使原料气流与可除去水蒸气的吸附剂接触。

3. 根据权利要求2所述的方法，其特征在于除去水蒸气的吸附剂选自由活性氧化铝、硅胶、沸石及其混合物组成的组。

4. 根据权利要求1所述的方法，其特征在于用于使一氧化碳转变成二氧化碳的氧化催化剂是锰和铜的氧化物的混合物。

5. 根据权利要求1所述的方法，其特征在于用于使氢转变成水蒸气的氧化催化剂是载体钨。

6. 根据权利要求1所述的方法，其特征在于气体混合物(原料气)是空气。

7. 根据权利要求1所述的方法，其特征在于在步骤(a)之前，使原料气流加压到618—1135KPa的压力。

8. 根据权利要求1所述的方法，其特征在于步骤(a) —(c)中实施每一所说的步骤是在一个含有隔离分段的单个处理区中进行。

9. 根据权利要求8所述的方法，其特征在于步骤(a) —(c)在

多个处理区中进行，至少一个所说的处理区用于从所说的原料气流中除去所说的杂质，至少一个所说的处理区同时被清洗，以除去其中所含的所说的杂质。

10. 根据权利要求 9 所述的方法，其特征在于清洗所说的处理区的步骤包括使所说的处理区减压，把压力低于原料流的合适的清洗气在环境温度下通到处理区，所说清洗气基本上无所说的杂质。

11. 根据权利要求 9 所述的方法，其特征在于清洗处理区的步骤包括使其中减压，在温度为 80°C — 250°C 下把合适清洗气通过其中，所说清洗气基本上无所说的杂质。

12. 根据权利要求 11 所述的方法，其特征在于所说的步骤还包括使补加量的清洗气通过处理区，以降低其温度。

13. 一种从原料气流中去除杂质一氧化碳、二氧化碳和水蒸气的方法，其特征在于所说的方法包括以下步骤：

(a) 从含有所说的杂质的原料气流中除去水蒸气；且原料气流中还含有足量的氧气使存在于所述进料气注中的一氧化碳都转化成二氧化碳；

(b) 使来自步骤(a)的原料气流与一种或多种氧化催化剂接触，由此使一氧化碳转变成二氧化碳；

(c) 从步骤(b)中所得的气体产物中除去二氧化碳和任何留下的水蒸气，以便获得所说的基本上纯化的气体产品。

14. 根据权利要求 13 所述的方法，其特征在于步骤(a)包括使原料气流与除去水蒸气的吸附剂接触。

15. 根据权利要求 14 所述的方法，其特征在于除去水蒸气的吸附剂选自由活性氧化铝、硅胶、沸石及其混合物组成的组。

16. 根据权利要求 13 所述的方法，其特征在于步骤(b)中的氧化催化剂是锰和铜的氧化物的混合物。

17. 根据权利要求 13 所述的方法，其特征在于气体混合物(原

料气)是空气。

18. 根据权利要求 13 所述的方法,其特征在于在步骤(a)之前,使原料流加压到 618—1135KPa 的压力。

19. 根据权利要求 13 所述的方法,其特征在于步骤(a) —(c) 中在实施每一所说步骤的单独的段是在一个含有隔离分段的单个处理区中进行。

20. 根据权利要求 19 所述的方法,其特征在于步骤(a) —(c) 在多个处理区中进行,至少一个所说的处理区用于从所说的原料气流中除去所说的杂质,至少一个所说的处理区同时被清洗,以除去其中所含的所说的杂质。

21. 根据权利要求 20 所述的方法,其特征在于清洗所说处理区的步骤包括使所说的处理区减压,把压力低于原料流的合适的清洗气在环境温度下的通到处理区,所说的清洗气基本上无所说的杂质。

22. 根据权利要求 20 所述的方法,其特征在于清洗处理区的步骤包括使其中减压,在温度为 80°—250 °C 下把合适的清洗气通过其中,所说的清洗气基本上无所说的杂质。

23. 根据权利要求 22 所述的方法,其特征在于所说的步骤还包括使补加量的清洗气通过处理区,以降低其温度。

一种从原料气流中去除杂质的方法

本发明涉及一种低温下制备高纯气体的方法，更具体地说，涉及一种从气体混合物，最好从空气中去除二氧化碳、一氧化碳、氢和水蒸气的连续方法。

制作集成电路中，为了防止高线密度的芯片中的缺陷，需要高纯气体，如高纯氮，其中存在的杂质应低于百万之几水平。一般采用低温蒸馏制备高纯氮气。

为了制备高纯氮，需要从低温蒸馏的原料气中去除杂质。当空气用作原料气时，为了防止在装置的低温区结冰，必须去除杂质如 H_2O 和 CO_2 ，而为了防止氮产品的污染，必须去除杂质如 H_2 和 CO 。

二步法业已被用于从氮制备过程中的空气中去除这些杂质。在第一步中，将压缩的原料气加热到 $150^\circ-250^\circ C$ ，然后与催化剂接触，使 CO 氧化成 CO_2 ， H_2 氧化成 H_2O 。氧化步骤通常采用一般基于铂的贵金属催化剂。在第二步中，氧化产物 CO_2 和 H_2O 采用变温吸附法 (temperature-swing adsorption process) (参见 K. B. Wilson, A. R. Smith 和 A. Theobald, IOMA BROADCASTER, Jan-Feb 1984, pp15—20) 或者采用变压吸附法 (pressure-swing adsorption process) (参见 M. Tomonura, S. Nogita, Kagaku Kogaku Ronbunshu, Vol. 13, No. 5, 1987, pp548—553) 从压缩气流中去除。

这些方法虽然是有效的，但作为高纯气体的工业规模制备是不利的，特别是氮气因其操作成本高。操作成本高的原因在于广泛的使用昂贵的贵金属催化剂。另外，为了去除杂质催化剂处理步骤和

吸附步骤必须用一些单独的容器。还有，通入催化容器的气体需要加热和由此的流出物需要冷却，需要热交换器。这就需设备和能量的附加费用。

本技术领域还公开了一些从惰性气流中去除百万分之几杂质的低温法。Weltmer 等人的美国专利第 4,579,723 号揭示了使含有氮或氩的惰性气体流通过含有固定于 γ -氧化铝上的铬和铂的混合物的催化床和由固定在 γ -氧化铬上的几种金属的混合物组成的第二床。这些床有效地把一氧化碳转变成二氧化碳，把氢转变成水蒸气并且吸附由此所得的杂质，形成含有总杂质小于 1.0ppm 的产物流。

Tamhankar 等人的美国专利第 4,713,224 号揭示了一种纯化含有少量 CO 、 CO_2 、 O_2 、 H_2 和 H_2O 的气体的一步法，其中气流通过一种由具有大表面的镍组成的颗粒性材料。

一些把一氧化碳室温转变成二氧化碳的方法也业已被叙述，例如 Tamura 等人的美国专利第 3,672,824 号和 Frevel 等人的美国专利第 3,758,666 号。

然而，这些方法中没有一种方法提供整套的低温系统，其中可以以有效地和不昂贵的方法处理含有高达大量的杂质的原料流，以获得随后可处理而形成诸如氮的高纯气体的高纯气体产品。

因此，本发明的目的在于提供一种由含有高达大量杂质的原料流中制备高纯气体产品的方法。

本发明的另一个目的在于提供一种适合于由低温蒸馏制备高纯氮的含氧气流的纯化方法。

本发明一般是指一种由含杂质：一氧化碳、二氧化碳、氢和水蒸气的原料流中制备高纯气体产品的方法。具体是指含有多于微量级这样一些杂质的原料流的处理。本方法包括去除原料流中水蒸气(如果需要)，使原料流与氧化催化剂接触，以便使存在的一氧化碳转变

成二氧化碳，存在的氢转变成水蒸汽。之后由所说的流中去除自氧化步骤得到的水蒸气和二氧化碳以及存在的任何其他二氧化碳和水蒸气。所得的气体产物基本上无这些杂质，一般含有不大于大约 1ppm 二氧化碳而且与其他杂质一起的总量也不超过大约 1ppm。

优先在一个处理区中处理原料气并且原料气优先被容纳在包括第一吸附段、催化段以及第二吸附段的一个容器中。第一吸附段含有一个或多个去水吸附剂床，例如活性氧化铝、硅胶、沸石或其混合物。催化段含有为把一氧化碳催化转变成二氧化碳和氢转变成水蒸汽的价格较低的催化剂。前者的催化剂优先采用的是锰和铜的氧化物的混合物，而后者催化剂优先采用的是载体钯。如果原料气中氢含量是这样的，以致于其不断的存在并不有损于高纯产物的预期应用，则可以省略为使氢转变成水蒸气用的催化剂。这种情况可能出现，例如，当纯化产品用于药品制备和贮存中保持惰性气氛。另一方面，制备在制作极高密度计算机芯片中所用的高纯气体将要求去除通常在空气中存在的相当少量的氢。本发明可以采用在催化段的载体钯或者其他合适的氧化催化剂通过使氢转变成水蒸气去除上述数量的氢。

本方法可以分批或者连续进行。在两种情况中不论哪一种情况，必须通过清除已积聚吸附的杂质使含有两个吸附段和催化段的处理区再生。在以分批方式的系统中，在处理段再生过程中必须停止原料气的纯化。在连续式系统中，采用多个处理区，至少一个处理区产生纯化气，而至少一个其他处理区进行再生。

本发明可以用接近原料气温度或者变温方式中的高温下的清洗气体再生处理区。所得的气体产物的二氧化碳不大于大约 1ppm，其他杂质总量不大于大约 1ppm。本发明的方法特别适合于纯化空气，以获得适合于以低温蒸馏制备高纯氮气的原料气。

以下的附图是本发明实施例的说明，其中相同的参考符号代表

相同的部件，并且如本申请的权利要求书所包括的那样，这些附图并不限定本发明的范围。

图 1 为本发明的一个实施例的示意图，它说明使用变压方式操作制备高纯气体的一种连续方法；

图 2 为本发明的另一个实施例的示意图，它与图 1 的相似，其中使用变温方式操作；

图 3 为图 2 中所示的本发明的实施例的示意图，它说明低温蒸馏系统中高纯气体产物的进一步处理。

本发明方法制备一种高纯气体产品，有关四种杂质即为一氧化碳、二氧化碳、氢和水蒸气。据认为，本文中所采用的“杂质”术语仅涉及这些气体而不包括其他气体，例如在原料气混合物中可能存在的以及否则就可能被当作杂质的微量碳氢化合物类。

据进一步认为，本文中所期望的原料气混合物含有一氧化碳和氢中至少一种杂质。二氧化碳和水蒸气也可以存在于开始的原料流中，或者可在本方法的氧化步骤产生。正如本文所期望的那样，原料流含有使一氧化碳和氢催化转变所用的氧是必需考虑的。

如果那样，进入氧化步骤的原料流不含有足够的氧，氧可以以高纯氧、富氧空气等等形式加入。

参照附图，特别是参照图 1，说明一种制备纯化气体的连续方法，其中经再生的处理区用接近供气的温度下的气体清洗。

将原料气流如空气经管线 2 通过压缩机 4，其中气体被压缩到大约 618~1135KPa。然后把压缩气流经管线 6 送至热交换器 8，其中压缩气流在经管线 10 引入水分离器 12 之前被冷却，以便去除其中的液状水。从水分离器 12 流出的流出物的温度为大约 5℃—50℃，最好为大约 20℃—45℃。

气体经管线 14 通过阀 16 和管线 20 送到在单个容器 30 中的处理区 29，它包括一下吸附段 34、一催化段 38 和上吸附段 42。

下吸附段 34 含有至少一个除水吸附剂材料的床，例如活性氧化铝、硅胶、沸石或其混合物，用以去除水蒸气和一些在压缩气流中存在的二氧化碳。压缩气中保留的大多数水蒸汽必须在下吸附段 34 中被除，以防在催化段 38 中存在的氧化催化剂失活并使原料气经低温处理。吸附段 34 优先包括一层活性氧化铝或硅胶的主要层和一层沸石层，例如 UOP 有限公司生产的沸石 13X 或 5A。

然后，气流进入处理容器 30 中的催化段 38。通过本领域中公知的方式实现处理容器 30 中的三段的机械分隔。例如，吸附段 34 和催化段 38 可以用不锈钢筛分隔，它也可用于把催化段与上吸附段 42 隔开。

催化段 38 含有使一氧化碳氧化成二氧化碳和使氢转变成水蒸气用的催化剂。用于消除一氧化碳的催化剂优先采用的是金属氧化物，例如氧化镍或者锰和铜的氧化物的混合物。用于使氢氧化成水蒸汽的催化剂优先采用的是载体钯和其他本技术领域中公知的贵金属催化剂。气流最好在接触用于氧化氢气的催化剂之前接触用于使一氧化碳氧化的催化剂。

经这样处理的气体进入上吸附段 42，以去除二氧化碳和水蒸气。上吸附段 42 中可以用的吸附剂最好包括沸石、活性氧化铝、硅胶和其混合物。

经上述处理的纯化气体的二氧化碳不大于大约 1.0ppm，其他杂质总量不大于大约 1ppm。该气从处理容器 30 出来经管线 46 和阀 58 到管线 62，由此送去贮存或者进一步处理，例如经低温蒸馏设备。

在处理区 29 正在纯化原料气的同时，处理区 31 正在再生，去除积聚的杂质。处理容器 32 基本上与处理容器 30 相同。它包含相应的下吸附段 36、催化段 40 和上吸附段 44。三段 36、40、44 的结构和其中包含的材料分别与上述的三段 34、38、42 相同。

在纯化原料气一段时间之后，每个上、下吸附段 34 和 44 均受二氧化碳和水的污染，而催化段 40 积聚少量一氧化碳和氢。这些杂质通过用对催化剂不会起不利作用并且是没有那些将从容器 32 中被去除的杂质的气体清洗容器 32 来去除。例如，如果原料气是空气，则合适的清洗气体可以是高纯氮、氧或其混合物。

在引入清洗气体之前，使容器 32 放空，其中压力减至接近大气压。这通过打开阀 26 实现，此时经管线 22 和出口管线 28 排出。再参照图 1，从独立源所得的清洗气(图上未示)例如由管线 62 来的侧线馏分或者由压力为大约 8.24~41.2KPa 下的低温蒸馏柱来的废气经管线 70 送到任选的鼓风机 68，如果需要，可以增压。气体经管线 66 流到管线 54，再经阀 52 流入管线 48，清洗气由此进入容器 32。

清洗气经管线 22 从容器 32 流出，流经阀 26，之后经管线 28 排放。在这操作过程中，与管线 20 连接的阀 24 关着。清洗之后，最好用表 1 中称之“产物回填”(“product backfill) 的纯化气体在容器 32 中逐渐建立起压力。这种再加压可以通过把小部分纯化气体从管线 46 经阀 56 再经管线 48 转入到容器 32 中实现。

一旦清洗和再加压完成，容器 32 又将开始进入纯化周期。操作这样进行：关闭阀 16，打开阀 18，使气流从管线 14 流到管线 22 并且进入容器 32 的下吸附段 36。从容器 32 中所得的纯化气体经管线 48 和阀 60 进入出口管线 62。同时，通过关闭阀 16 使原料气流不能流到容器 30 并通过先使容器 36 排气，然后经管线 66、54 和阀 50 把清洗气体引入管线 46 开始再生。

以变压方式操作完成一个周期的时间一般为大约 6—40 分钟。图 1 中所述的两个容器方法的周期示于表 1

表 I

步骤	打开的阀门	典型的时间(秒)
a. 用容器 30 纯化,使容器 32 出口通到大气	16、26、58	30
b. 用容器 30 纯化,用无杂质的气体再生容器 32	16、26、52、58	510
c. 用容器 30 纯化,用容器 30 的产物回填容器 32	16、56、58	60
d. 用容器 32 纯化,使容器 30 出口通到大气	18、24、60	30
e. 用容器 32 纯化,用无杂质气体再生容器 30	18、24、50、60	510
f. 用容器 32 纯化,用容器 32 的产物回填容器 30	18、56、60	60

总时间：20 分钟

本发明的方法还可通过把清洗气体加热到大大高于原料气流的温度的温度来实现。在这种变温方式操作中，原料气的温度一般被冷却到低于变压实施例中所用的原料气的温度，优先采用为大约 5°—20℃。

参照图 2,变温方式操作始于在压缩机 4 中把原料气加压到大约 618~1135KPa 的压力。然后，将压缩气流经管线 6 通到热交换器 8,尔后经管线 10 通到水分离器 12。出水分离器 12 的压缩气体的温度优先采用为大约 5°—20℃。处理区 29 的操作与图 1 的实施例中所述的相同。

在图 2 中所示的变温方式操作中，通常采用一部分原料气慢慢地使容器 30 或 32 加压，与压力-波动方式操作中所述的产物回填相反。为了使容器 30 再加压，阀 16 将被打开，而对于容器 32 再加

压则使用阀 18。在容器 30 再加压之后，原料气的纯化则发生。高纯化物经管线 62 送往下游处理，如低温蒸馏系统。在容器 30 中纯化的过程中，首先经阀 26 和管线 28 使容器 32 排气，然后用通到任选的鼓风机 68，再经管线 66 通到加热器 64 的无杂质清洗气体进行再生。

经管线 70 进入系统的清洗气的温度一般接近于原料气的温度。故而，清洗气要在加热器 64 中加热，加热温度优先采用为大约 $80^{\circ}\text{--}250^{\circ}\text{C}$ 。加热的再生气体经过管线 54，打开阀 52，经管线 48 到容器 32，然后打开阀 26 到管线 28，由此去除在前吸附的杂质。

由清洗气提供给容器 32 的热量必须足以去除所吸附的杂质。因此，在把足够的热量引入到容器 32 中之后，最好关掉加热器 64。某一容器所需的热量可由常规确定。为了去除解吸的杂质和开始冷却容器 32 为下次纯化步骤作准备，关闭加热器 64 之后的连续清洗气流。在容器 32 充分冷却之后，用一部分经打开的阀 18 和管线 22 的原料气慢慢地使其再加压。这时容器 30 继续纯化原料气。容器 32 再加压之后，容器 30 经排气、用清洗气加热以及用如对容器 32 所述的清洗气冷却的步骤。同时，容器 32 正在纯化原料气。本方法可以此方式连续进行。

图 2 中所述的变温方法完成一个周期的时间通常为大约 8—24 小时，大大长于变压方式操作所需的周期时间。以下表 I 中所示为以温度—波动方式工作的两个床方法的一个完整周期。

表 I

步骤	打开的阀	典型的时间(小时)
a. 用原料气加压容器 30， 用容器 32 纯化	16、18、60	0.25
b. 用容器 30 纯化，使容 器 32 出口通向大气	16、26、58	0.25

c. 用容器 30 纯化, 用热 清洗气再生容器 32	16、26、52、58	2.5
d. 用容器 30 纯化, 用清 洗气冷却容器 32	16、26、52、58	5.0
e. 用容器 30 纯化, 用原 料气加压容器 32	16、18、58	0.25
f. 用容器 32 纯化, 使容 器 30 出口通向大气	18、24、60	0.25
g. 用容器 32 纯化, 用热 清洗气再生容器 30	18、24、50、60	2.5
h. 用容器 32 纯化, 用清 洗气冷却容器 30	18、24、50、60	5.0

正如上面对图 1 所述, 清洗气应不含由系统去除的杂质(即基本上没有一氧化碳、二氧化碳、氢和水蒸气)并不应对容器的三段的构件有不利的作用。如果把由管线 62 出去的纯化气送到进一步处理的低温蒸馏系统, 则由低温系统出来的废气可有利地用作清洗气。

图 3 所示为把纯化气输送到低温蒸馏系统的系统。在管线 62 上出去的纯化气流相对于返回产物流 78 和 86 以及清洗气流 80 在换热器 76 中被冷却。取温热的产物流 72 和 74 作为产物并送到用户设备或贮存。如前所述, 温热的清洗气流 70 用于再生纯化容器。由换热器 76 出来的冷原料气流 82 在涡轮膨胀器 84 中进一步被冷却, 以生成气流 88, 该流在柱 90 中低温蒸馏, 生成两股产物流 86 和 78 以及用作清洗气的废气流 80。常规的低温蒸馏系统的改进和增添对本技术领域中的普通技术人员来说应当是显而易见的。

实施例 I

单容器方法以如图 1 所示的变压方式工作。第一床包含一起始层, 27 磅市售活性氧化铝, 一 1.7 磅 6×14 目 Hopcalite 层(一种由

宾夕法尼亚、匹兹堡的 MSA 制造的锰和铜的氧化物的混合物)以及一最终层, 11.6 磅活性氧化铝。采用表 I 中所示的周期顺序, 使温度为 25°C、压力为 1064KPa、流速为 23.0 标准立方英尺/分以及含有 CO₂ 大约为 350ppm 的饱和水的原料空气通过容器。在原料空气中混合控制流速下的一氧化碳, 以得到一氧化碳浓度为 5.5ppm 的原料气流。在原料气的温度下, 采用平均流速(整个周期平均)为 9.7 标准平方英尺/秒下的无杂质的氮再生容器。

从容器中出去的气体含有 H₂O 小于 0.1ppm, 二氧化碳 1ppm, 没有一氧化碳。原料空气中的一氧化碳由 Hopcalite 层转变成二氧化碳, 留下的二氧化碳和氧化产物由第二活性氧化铝层去除。

实施例 II

与实施例 I 中的相似的单个容器装载第一层: 27 磅市售活性氧化铝, 第二层: 1.7 磅 6×14 目 Hopcalite, 第三层: 1.5 磅 含有 0.5% (重量) 载在氧化铝上的钯(由 Engelhard 公司制造)的催化剂以及最终层: 10 磅活性氧化铝。本方法在与实施例 I 的相同条件下工作, 采用的原料空气除了实施例 I 中所述的 H₂O 和 CO₂ 的数量之外, 还含有 5.5ppm 添加的 CO 和 2.0ppm 添加的氢。容器出去的气体不含 H₂, 不含 CO, H₂O 小于 0.1ppm, 二氧化碳小于 1ppm。

实施例 III—VI

本发明的方法按照图 2 中所示和所述的流程图进行, 其中使清洗气加热到超过原料空气的温度的温度。

容器 30 的下吸附段 34 装有一层 11.5 磅其上有一层 5.7 磅沸石 13X 的活性氧化铝层。催化段 38 装有 1/8" Carulite 200 粒(一种由伊利诺斯、渥太华的 Carus 化学公司制造的锰和铜的氧化物的混合物), 其量如表 IV 中所示。上吸附段 42 装有 5.4 磅沸石 13X。

以 28.8 标准立方英尺 / 分的速度, 把加压到 65.92 KPa、含有大约 350ppm 二氧化碳和不同的一氧化碳量的饱和水的空气流

送到容器 30。同时，用 5.1 标准立方英尺 / 分的速度的再生清洗气流去除容器 32 中杂质。在 4.4℃ 原料气温度下，使用 121℃ 再生气。用 12.5℃ 的较高的原料气温度时，则使用 148.9℃ 再生气。

表Ⅲ所示为实施每步纯化和再生周期所需的时间。

表Ⅲ

步骤	时间(小时)
容器加压	0.2
原料气纯化	6.0
容器放空	0.1
用无杂质的氮加热	3.5
用无杂质的氮冷却	2.2

总共 12.0 小时

由表Ⅲ可见,在温度-波动吸附方式中,完成纯化和再生的一个周期所需的时间为 12.0 小时, 或者比以压力波动吸附方式操作完成一个周期所需的时间要大 20 倍。

表Ⅳ表明, 在实施例Ⅲ—Ⅳ的每一例中, 由一氧化碳转化成二氧化碳转化率是很高的。按照本发明, 这部分在极低的原料气温度下达到, 因为基本上所有的水蒸气业已被去除。

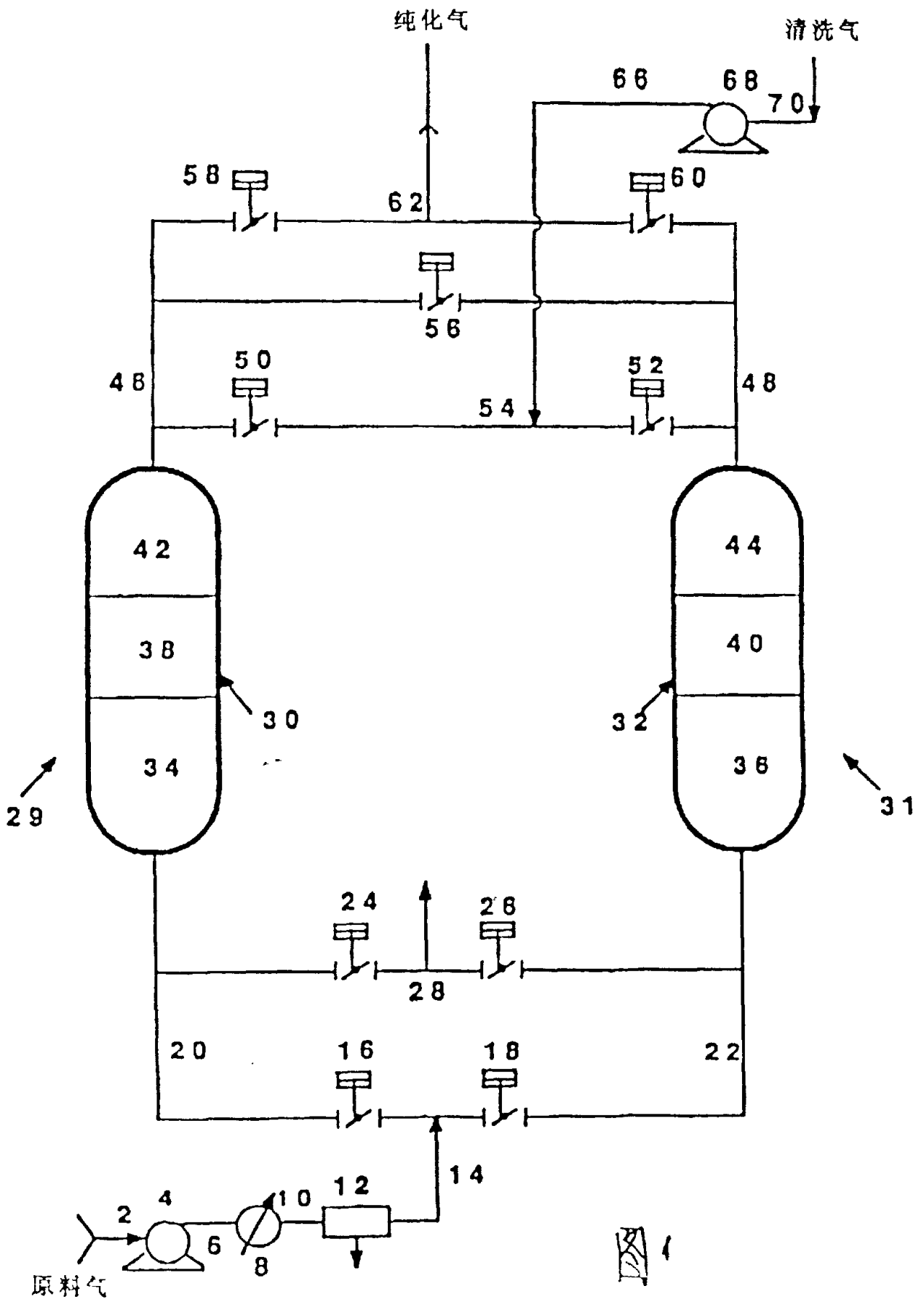
表Ⅳ

实施例 序号	原料气 温度(F)	原料 CO 浓度(ppm)	Carulite 量(磅)	CO 到 CO ₂ 的平均转化率(%)
Ⅲ	40.0	9.0	3.0	92.0
Ⅳ	40.0	4.9	3.0	95.0
Ⅴ	54.5	4.9	3.0	100.0
Ⅵ	40.0	4.9	4.5	100.0

在所有的实施例中,由下吸附段出来的气体含水蒸气小于 0.

1ppm，由上吸附段回收的气体含二氧化碳小于 1ppm。

说明书附图



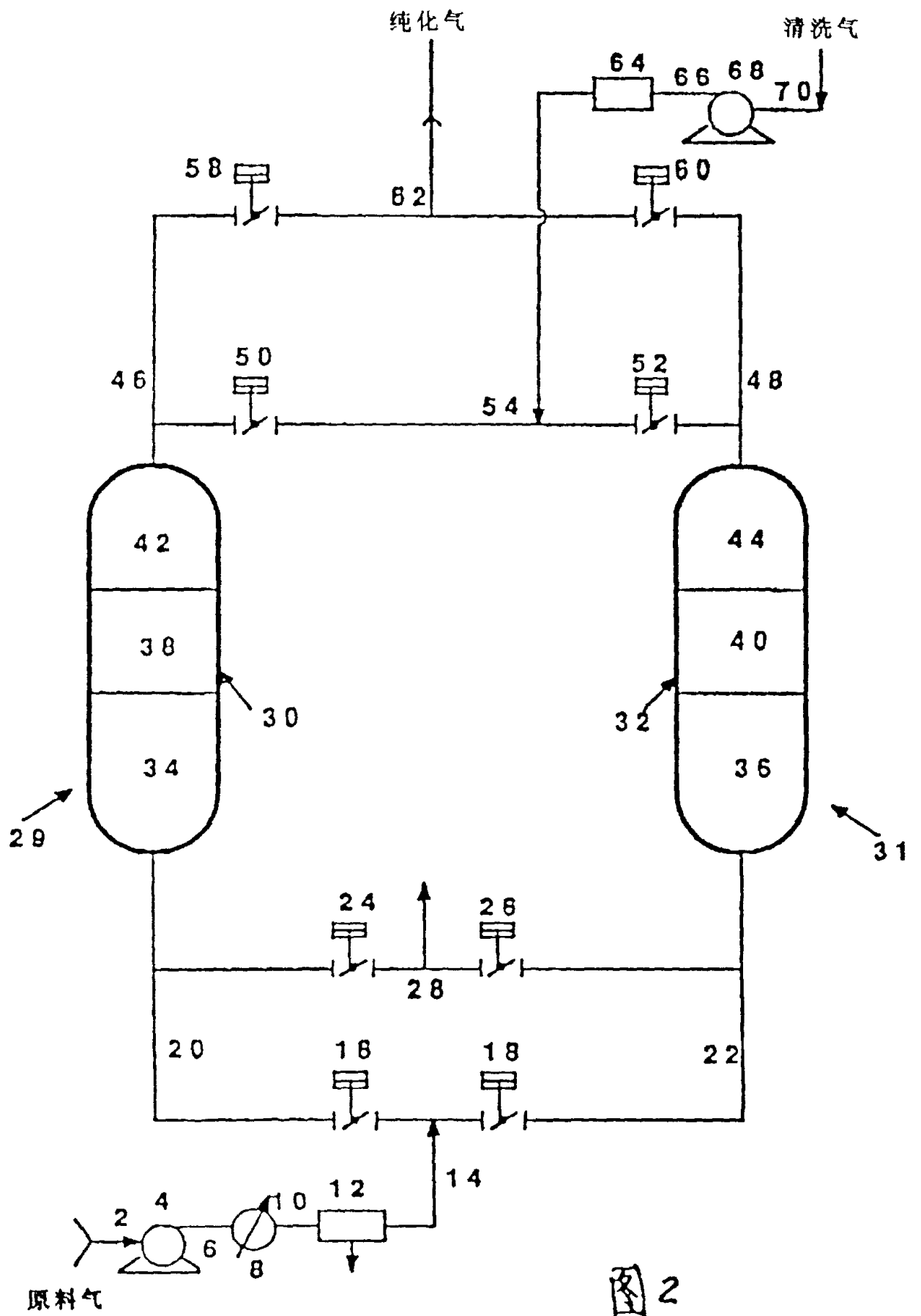


图 2

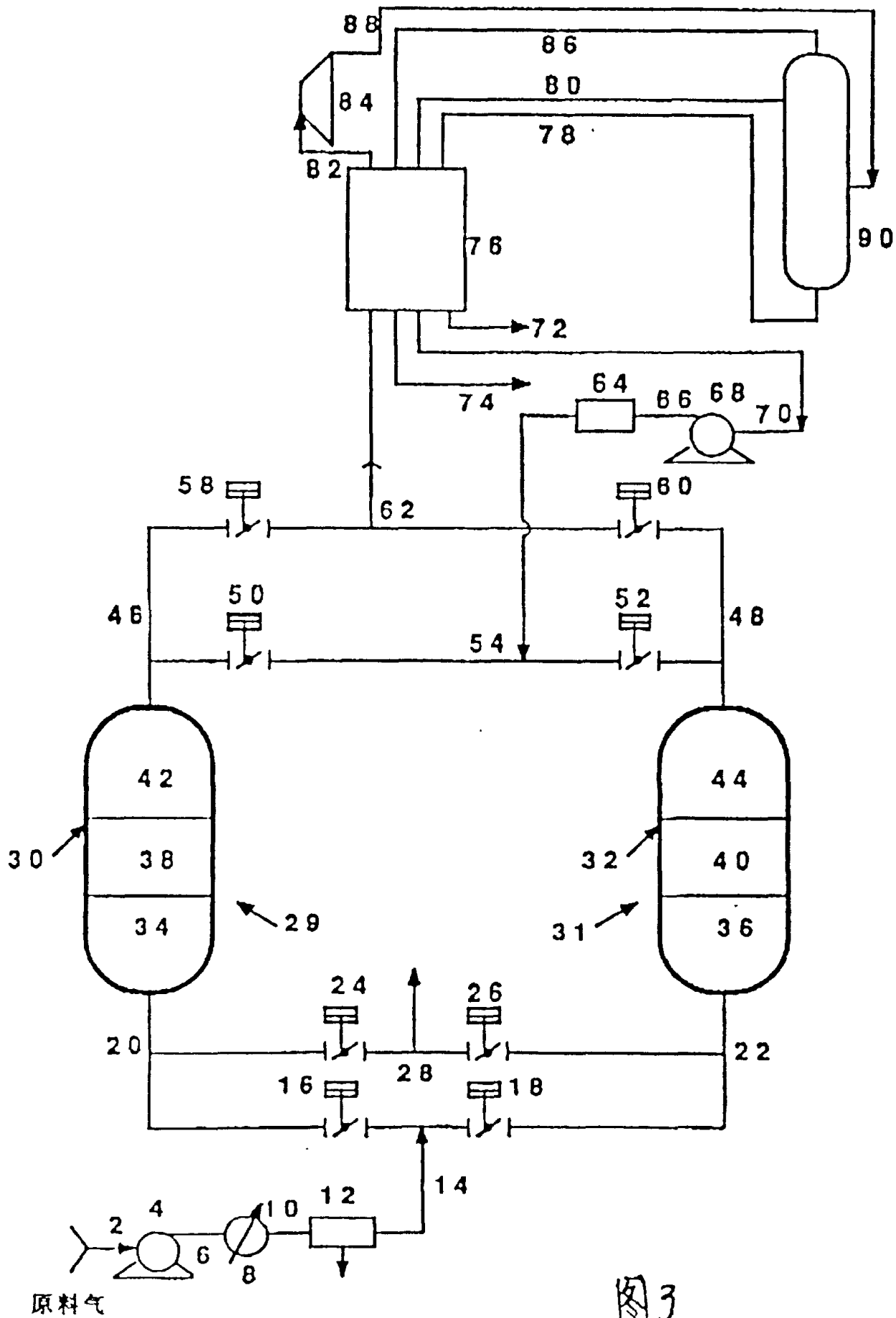


图3