[19]中华人民共和国专利局

[11]授权公告号

CN 1020884C

[12] 发明专利说明书

[21] 专利号 ZL 90104398

[51]Int.Cl[5]

C01B 21/04

[45]授权公告日 1993年5月26日

[24]颁证日 93.3.5

[21]申请号 90104398.2

[22]申请日 90.5.11

[30]优先权

[32]89.5.12 [33]US [31]350,849

[73]专利权人 联合碳化工业气体技术公司

地 址 美国康涅狄格州

[72]发明人 拉维·普拉萨德

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 卢新华

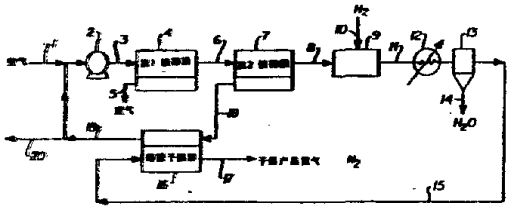
B01D 53/22 B01D 53/26

说明书页数: 附图页数:

[54]发明名称 一种改进的生产干燥高纯氮气的方法及其系统

[57]摘要

将来自空气分离薄膜/脱氧装置的高纯氮气在一个薄膜干燥器单元中进行干燥，最好在薄膜束中以逆流流动模式操作，用原料空气、产品氮气或来自空气分离薄膜系统的废气作为冲洗气体加入薄膜干燥器单元的渗透侧以提高干燥能力。



权 利 要 求 书

1. 一种改进的、从空气中生产干燥的高纯氮气的方法，在该方法中，用空气分离装置从原料空气中生产提纯的氮气，以便送入催化氧化装置中使其残留的氧气跟氢气反应，余下的潮湿的高纯氮气流被冷却，并在干燥之前送到冷凝物排出部件，其改进在于：

a) 将上述潮湿的高纯氮气流送入薄膜干燥器单元，该单元能选择性地渗透上述气流中的水份；

b) 将来自薄膜干燥器单元的干燥的高纯氮气产品气体作为未渗透气进行回收；

c) 从薄膜干燥器的低压渗透侧取出水蒸汽作为渗透气体；

d) 将比较干燥的冲洗气体送入薄膜干燥器单元的低压渗透侧，以便将水蒸汽从薄膜表面带走，并维持一驱动力，以便通过薄膜将高纯氮气流中的水蒸汽带走，从而提高其脱水能力，上述比较干燥的冲洗气体由取自上述空气分离薄膜装置的废气、原料空气或氮气产品气体构成，由此作用在薄膜干燥器单元渗透侧的冲洗气体的通道能够在将氮气产品气体的损失减小到最低限度的条件下理想地除去水份。

2. 如权利要求1 所述的方法，其中将原料空气送至一个包括两级薄膜装置的空气分离装置中，送至薄膜干燥器单元的低压渗透侧的冲洗气体是从空气分离薄膜装置的第二级排出的废气。

3. 如权利要求 2 所述的方法，其中上述废气是从两级薄膜装置的第二级排出的渗透气。

4. 如权利要求1 所述的方法，其中将原料空气作为冲洗气体送入薄膜干燥器单元的渗透侧，上述原料气体和水份一起带出薄膜干燥器单元；以便压缩并送入上述空气分离薄膜装置。

5. 如权利要求1 所述的方法，还包括压缩原料空气至所需要的压力，以便送入空气分离薄膜装置，并取出一部分上述压缩空气，以便作为冲洗气体送入薄膜干燥器单元的低压渗透侧，将取出的压缩空气部分在作为冲洗气体送入薄膜干燥器单元之前膨胀至较低压力。

6. 如权利要求1 所述的方法，还包括取出一部分从薄膜干燥器单元回收的作为未渗透气体的干燥高纯氮气产品，以便作为冲洗气体送至薄膜干燥器单元的低压渗透侧，将取出的那部分高纯氮气产品在作为冲洗气体送入薄膜干燥器单元之前膨胀至较低压力。

7. 一种用于权利要求1 的方法的从空气中生产干燥纯氮气的改进系统，该系统包括从原料空气中生产提纯氮气的空气分离薄膜装置、将氢与上述提纯的氮气中的残留氧气反应以得到潮湿的高纯氮气流的催化氧化装置，以及在干燥之前对上述氮气流进行处理的冷却、冷凝组合脱水装置，其改进在于还包括:

a) 一个能选择性地渗透存在于湿的高纯氮气流中的残余水份的薄膜干燥器单元；

b) 将上述潮湿的高纯氮气送入上述薄膜干燥器单元的管道部件；

c) 从薄膜干燥器单元回收作为未渗透气的干燥高纯氮气产品的管道部件；

d) 管道部件，用于将比较干燥的冲洗气体送入薄膜干燥器的低压渗透侧，以利于将水蒸汽从膜表面带走并维持使水蒸汽通过薄膜从高纯氮气流中排出的驱动力，从而提高脱水能力，上述较干燥的冲洗气体由取自上述空气薄膜系统的废气、原料空气或氮产品气体构成，由此将上述冲洗气体送入薄膜干燥器单元渗透侧能够使氮气产品气体损失处于最小的条件下理想地进行脱水。

8. 如权利要求7所述的系统，其中上述薄膜干燥器单元具有薄膜束，以适于形成逆流流动模式，使渗透气体流动方向基本上平行于潮湿的高纯氮原料气的流动方向。

9. 如权利要求7所述的系统，其中上述空气分离薄膜装置包括一个两级薄膜装置，上述将冲洗气体送至薄膜干燥器单元的管道部件包括将来自分离空气薄膜装置的第二级的废气作为冲洗气体送至上述薄膜干燥器单元的部件。

10. 如权利要求9所述的系统，其中上述来自空气分离装置第二级的废气为来自第二级的渗透气体。

11. 如权利要求7所述的系统，其中将冲洗气体送至薄膜干燥器单元的低压渗透侧的管道部件包括将原料空气送至薄膜干燥器单元渗透侧的管道部件以及将原料空气和水份一起从薄膜干燥器单元排出的部件，以便压缩并送入上述空气分离薄膜装置中。

12. 如权利要求7所述的系统，还包括压缩装置及管道部件，上述压缩装置用于压缩原料空气至所需压力，以便将其送入空气分离薄膜装置，上述管道部件用于将部份上述压缩空气取出以便作为冲洗气体送至薄膜干燥器单元的低压渗透侧，该管道部件上装有膨胀阀部件，以便将压缩空气的压力降至薄膜干燥器单元渗透侧所需要的压力。

13. 如权利要求7所述的系统，还包括用于将从薄膜干燥单元排出的上述干燥高纯氮气产品的一部分取出的管道部件，以便将其作为冲洗气体送至薄膜干燥器单元的低压渗透侧，该管道部件上装在膨胀阀部件，以便将取出的部分干燥高纯氮气的压力降至薄膜干燥器单元渗透侧所需要的压力。

14. 如权利要求9所述的系统，其中上述薄膜干燥器单元具有薄

膜束，以适于逆流流动模式，使渗透气体流动方向基本上平行于潮湿的高纯氮气的流动方向。

15. 如权利要求11所述的系统，其中上述薄膜干燥器单元具有薄膜束，以适于逆流流动模式，使渗透气体流动方向基本上平行于潮湿的高纯氮气的流动方向。

16. 如权利要求12所述的系统，其中上述薄膜干燥器单元具有薄膜束，以适于逆流流动模式，使渗透气体流动方向基本上平行于潮湿的高纯氮气的流动方向。

17. 如权利要求13所述的系统，其中上述薄膜干燥器单元具有薄膜束，以适于逆流流动模式，使渗透气体流动方向基本上平行于潮湿的高纯氮气的流动方向。

一种改进的生产干燥高纯氮气的方法及其系统

本发明涉及从空气中生产氮气的技术，更确切地说，涉及生产干燥的高纯度氮气的技术。

在用空气分离方法生产氮气的过程中，曾推荐采用薄膜渗透法及有关的系统，而且越来越多地采用了这类方法和系统。在这种过程中，原料空气跟薄膜表面接触，氧气作为空气中较易渗透的组份通过薄膜，而氮气这种空气中较难渗透的组份作为一种未渗透产品流从薄膜系统中得到回收。常规的薄膜系统所生产的氮气的纯度通常高达99.5%左右。但是，在某些应用中却需要高纯度氮气产品，即纯度为99.95%左右，或者更纯，例如纯度为99.9995%为氮气。

通常，获得如此高纯氮气的方法是将来自薄膜装置的产品氮气送入一个脱氧装置中，也就是说送入一个催化去氧装置中，该装置在有贵金属催化剂存在的情况下，使氧和氢结合而能将产品氮气流中残留的氧转变成水。所得到的高纯氮气产品通常容积含氧量低于百万分之五(PPmv)。然而，它还含有大量的水，例如约含10000到40000PPm的水，以及来自催化去氧系统的剩余氢气。在一些特殊应用中，为避免其冷凝以及由此引起的管道和下游使用的所述的高纯氮气设备中的腐蚀或冻结，或是为了避免因含水份而妨障从薄膜催化去氧装置中回收的高纯产品氮气流的最终使用，因而需要除去高纯氮气流中的水份。

为了除去高纯氮气流中的水份，通常在整个系统中装有后冷却器，水份分离器和吸附(或者冷冻)干燥装置。虽然这些装置能有效地除去水份以致生产出大体上是干燥的，高纯氮气产品，但它们大大地增加了整个过程的复杂性，并使可靠性降低，而且还可能使氮气产量明显减少。这种不希望出现的产量损失是由于纯化要求，放气损失等等而引起的。此外，这种传统的除水方法，为了再生或制冷还会消耗大量额外的能量。

因此，人们意识到，在该技术领域需要对生产干燥的高纯氮气产品的方法及系统进行改进，尤其需要改进适于除去高纯氮气中水份的方法和系统，上述高纯氮气是采用适于空气分离的薄膜催化去氧装置而生产出来的。更具体地说，希望在成本更低、能耗更小，又不存在使用常规的吸附(或冷冻)干燥装置所出现的产量显著减少的条件下有效地除去水份。

为此，本发明的任务是要提供一种改进的用于从空气中生产干燥的、高纯氮气产品的方法和系统。

本发明的另一任务是要提供一种能生产干燥的、高纯氮气产品的简便的薄膜/催化去氧方法和系统。

本发明还有一个任务是要提供一种改进的生产基本为干燥的高纯氮气的方法和系统，它不同于用常规的吸附(或冷冻)装置除去高纯氮气产品中水分，不会使产量显著减少，也不会污染产品、浪费能源。

根据上述发明任务及其它发明任务，下面将对本发明进行详细描述， 本发明的新的特征将在附加的权利要求中特别予以指明。

为了除去从薄膜/催化去氧装置中生产出的高纯氮气产品中的

水份，在总的高纯氮气产品系统中有一个第二薄膜装置。为了减少对薄膜面积的要求，增加所需产品的回收量，该第二薄膜装置最好以逆流流动模式进行工作，并用较干燥的冲洗气体返流至低压渗透侧。上述冲洗气流最好取自第一级薄膜渗透步骤的气流，或取自低压原料空气，或取自干燥的氮气产品。

下面将结合附图对本发明进行详细描述。其中：

图1为本发明的一个实施例的方框流程图， 其中从第一级空气分离薄膜装置流出的渗透气体用作送入产品干燥器薄膜装置中的冲洗气体。

图2为另一个实施例的方框流程图， 其中低压原料空气作为产品干燥器薄膜装置的冲洗气体。

图3为再一个实施例的方框流程图，其中将一部分送入薄膜/催化去氧装置的高压原料空气膨胀，并作为送入产品干燥器薄膜装置中的冲洗气体。

图4的实施例是将部分干燥产品气再循环， 以作为送入产品干燥器薄膜装置中的冲洗气体。

本发明的任务可通过将一个用来干燥氮气的薄膜装置与薄膜催化去氧装置结合在一起来完成，在一定的运行条件下能使需要达到的高纯产品气脱水，同时又不至于使该方法和系统的总过程的回收量降至不合格的水平。上述的运行条件最好将分离处理系统以及特殊薄膜组份对水份去除的选择性和膜束结构状况有机地结合起来，在这种膜束结构下，干燥器薄膜系统中可以实现逆流流动模式。这样就可使得系统成功地干燥氮气产品，同时将干燥过程中产品气体的损失减到最小。

为了生产本发明干燥的高纯氮气产品，首先用单级或两级薄膜空气分离单元生产氮气。在这些单元中，将压力范围一般在约50－约300磅/英寸^2(Psig)，典型的情况约为150磅/英寸^2，温度一般约在90° F的压缩空气送入薄膜标准件中。 与空气相比含氧丰富的气流透过薄膜材料，并在薄膜的低压渗透侧被滤出。留下的富氮气流或不渗透气体在高输入压力下被回收。在一个两级薄膜空气分离单元中，常常将氧浓度可能低于空气中氧浓度的第二级渗透气体再循环至该设备的上游，以便压缩并再循环至薄膜单元中。由于公知的薄膜系统往往不能经济地生产出高纯氮气产品，即纯度为99.5%或更纯的氮气产品，常采用催化去氧或脱氧单元，以便降低背景技术中已描述过的空气分离薄膜单元生产出的氮气中的残余含氧量。在常规运行及本发明的实施过程中， 脱氧反应所放出的热使其温度达500℃左右。然后产品气经后冷却器冷却， 所形成的冷凝物在对高纯氮气流进行干燥之前在水份分离器中除去。

为了经济地生产干燥的高纯氮气产品， 本发明在薄膜/脱氧空气分离单元之后采用了一个薄膜干燥器单元。虽然市售的吸附或干燥器系统能生产出干燥的(压力下露点为－40° F，即PDP)，或非常干燥的(压力下露点为－100° F)气体流，但这类干燥器系统使机械结构复杂，而且会引起不希望有的产品损失或污染，或者能量消耗非常大，而采用本发明作的薄膜干燥器单元，可以将现有的方法和系统改进到令人满意的程度。

已知有一些薄膜能够选择性地除去压缩氮气气流中所含的水份(和氢)。不幸的是：正如美国专利US－4783201中的所披露的那样，当以交叉流动渗透方式进行工作时，这类薄膜可能使效果变差，即

在150磅/平方英寸的操作压力下，为了获得－40° F的较为合适的压力露点，渗透气体和原料气流的比例约为30%。显然，采用这类交叉流动薄膜单元回收到的产品气体是很少的，而整个系统所需的动力和干燥器面积又高到令人失去兴趣的的地步。另一方面，本发明采用最好以逆流流方式的氮气干燥薄膜单元，并让干燥的回流冲洗气体通过膜的渗透侧，以便将水份从膜的渗透侧带走，而且在薄膜的两侧维持一个高的驱动力，以排除水份。这一处理特征可以减少所需的薄膜面积，减少为达到指定的压力露点、也即达到指定的干燥程度所不可避免的产品渗透损失。并希望将因上述氮气互渗透作用所造成的损失维持在小于总产品气流的1%，最好是低于0.5%。

本发明的总处理过程和系统跟一些作为薄膜干燥器低压渗透侧的回流冲洗气体的比较干燥的气流有效地结合起来使用。 图1为本发明较好的实施例，该实施例具有将来自两级薄膜空气分离单元的第二级的渗透气体作为薄膜干燥器单元的冲洗气体。将原料空气由管道1送入空气压缩机2,压缩空气从该压缩机经管道3流入两级薄膜空气分离单元的第一级薄膜4， 含有原料空气中的大部份水的渗透气经管道5从上述薄膜4中排出并转入废气中。上述薄膜4的未渗透气体经管道6进入第二级薄膜7， 从该薄膜中提取的纯化氮气经管道8送入脱氧单元9中，氢气则由管道10加入该单元中。 高纯氮气从脱氧单元9流出经管道11而被回收， 但上述高纯气流仍含有水份及残余的氢气。经一般的后冷却器单元12和水分离器13之后，水经管道14从水分离器中排出，高纯而湿的氮气产品通过管道15进入本发明所采用的薄膜干燥器16中。所需要的氮气从干燥器16经管道17以干燥的形式作为未渗透气体而被回收。在以逆流流动方式操作的上述

薄膜干燥器16中，薄膜的渗透侧由比较干燥的冲洗气体冲洗，该冲洗气体为第二级薄膜7的渗透气体。从上述薄膜7经管道18送入薄膜干燥器16的渗透侧的冲洗气体将渗透到薄膜16中的水份从上述渗透侧表面带走，从而在薄膜两侧保持一个适于脱水的高驱动力。如图所示，通常含水的冲洗气体从薄膜干燥器16经管道19排出，又再循环到空气进料管道1，然后压缩并经过空气分离薄膜单元，以便从中回收更多的氮气产品。此外，如果需要，上述含水的冲洗气体也可以通过管道20排至废气中。

在图2所示的另一个实施例中，原料空气流本身被用作薄膜干燥器的冲洗气体，以取代图1所示实施例中用第二级空气分离膜渗透气体作为冲洗气体的情况。如图2所示，空气经管道21送入薄膜干燥器单元22中，以作为该干燥器低压渗透侧的冲洗气体。因此，此处原料空气的作用就象图1实施例中已经描述过的空气分离膜渗透气体的作用一样，也是作为冲洗之用。含有从薄膜干燥器22的渗透侧排出的水的原料空气经管道23进入空气压缩机24中，然后进入薄膜空气分离单元25中，此薄膜空气分离单元可以有两级，但为方便起见，仅示出一级单元。含有处理过程中的废气成份的渗透气体从空气分离薄膜单元25经管道26排出，同时提纯的氮气未渗透气从上述薄膜单元25经管道27排出，以便送入脱氧单元28，而氢气经管道29进入该脱氧单元。湿的高纯氮气从脱氧单元28经管道30流入后冷却器31和水份分离器32，水份从该分离器经管道33排出。从上述分离器流出的湿的高纯氮气经管道34送入薄膜干燥器22，从该干燥器流出的干燥的高纯氮气经管道35被回收。在该实施例中，所得到的产品的干燥度不如图1所示实施例的干燥度高，其干燥度取决于

进料空气的干燥度。

图3的改动是将一部分经压缩的原料空气流膨胀，并作为薄膜干燥器的低压冲洗气体。此时，原料空气经管道41进入空气压缩机42中压缩，再经管道43进入空气分离薄膜系统44中，渗透气体从该系统经管道45被排入废气中。提纯的氮气流从薄膜系统44经管道46进入脱氧单元47，氢气经管道48也被送入该脱氧单元。高纯氮气从脱氧单元47经管道49进入后冷却单元50及水份分离器51，水从水份分离器经管道52排出。从上述水份分离器51流出的湿的高纯氮气流经管道53进入薄膜干燥器单元54，干燥的高纯氮未渗透气体从该薄膜干燥器经管道55被回收，在该实施例中，管道43中的压缩空气分出一股气流流入管道56中。装于管道56中的膨胀阀57将上述支气流膨胀至低压，然后作为冲洗气体送入薄膜干燥器单元54的低压渗透侧，其作用与本发明图1实施例所描述的一样。流出薄膜干燥器54的冲洗气体经管道58排出。

图4所示为又一种操作方式，该图中原料空气经管道61送入空气压缩机62中，然后再经管道63进入空气分离薄膜单元64，流出该单元的渗透气流经管道65排入废气中。提纯的氮气，例如含量为98%或更高的氮气经管道66进入脱氧单元67，上述气流中氮气的含量与所采用的薄膜级数有关。氢气经管道68也加入该脱氧单元中。从上述脱氧单元流出的已纯化的氮气经管道69进入后冷却单元70和水分离器71中，水从水份分离器经管道72排出。湿的高纯氮气从水份分离器71经管道73送入产品干燥器薄膜单元74，流出该干燥器薄膜单元的干燥高纯氮气产品作为未渗透气体经管道75被回收。在该实施例中，所提取的氮气产品是从管道75中的氮气分出的、经管道76

流出的一股分流。流经上述分流管道76的一部分干燥的高纯氮气产品由装于管道76上的膨胀阀77膨胀至低压后，作为冲洗气体送入薄膜干燥器单元74的膜渗透侧，以利于带走薄膜渗透侧的水份，并在膜的两侧保持一个大的驱动力，以使产品氮气流脱水。上述冲洗气体和渗透水份从干燥器单元74经管道78排出，再由压缩机79压缩，流入管道80中，以便跟管道66中的提纯氮气一道进入脱氧单元67中进行再循环。

除如上所述将空气分离薄膜/脱氧单元与薄膜干燥单元组合在一起以外，薄膜干燥器中所使用的薄膜组份应该对氮气中的水份具有高的选择性，也就是说，对水份选择性地渗透比氮气的渗透要迅速得多。为了能够很好地使产品氮气脱水， 水/氮气分离因子至少应为50，最好大于1000。此外，薄膜组份对于氮气和氧气，都应具有比较低的渗透率。醋酸纤维是能够满足上述要求的一种较好的薄膜分离材料。此外，还可采用其它不同的材料，例如乙基纤维、硅橡胶、聚氨基甲酸酯、聚酰胺、聚苯乙烯之类。

如本发明说明书和权利要求所述的， 与空气分离薄膜/脱氧单元相结合的、具有合适薄膜组份的干燥器薄膜最好以逆流方式运行。在中空纤维薄膜结构或者其他合适的薄膜结构，例如螺旋管缠绕式薄膜中，商业上普遍采用的是一种用于叉流流动模式的膜束结构。在叉流流动模式中，位于薄膜渗透侧的渗透气体的流动方向垂直于薄膜进给侧的原料气体的流动方向。例如，当采用中空纤维束，而且原料气体的通道位于中空纤维薄膜的外侧时，纤维孔中的渗透流动方向通常垂直于中空纤维外表面上原料气体的流动方向。类似地，在从内向外进行流动的方式中，原料气体在中空纤维孔中流动，而

渗透气体一般从中空纤维表面流出，其流动方向大致垂直于原料气体在中空纤维孔中的流动方向，然后在外壳中沿着为渗透气体提供的流出通道流动。1987年6月24日公开的第0226431号欧洲专利申请中提出了一种逆流式流动模式，其实现方式是将除了接近中空纤维束一端的那部分外表区域之外的整个中空纤维束沿其长度方向封装在一个不透水的套壁之中，这就可以根据所需要的工作方式，即从内向外或从外向内的方式使原料气体或渗透气体在中空纤维的外面与中空纤维孔内的渗透气体或原料气体平行地作反向流动。例如，在中空纤维束外面的原料气体是沿着平行于而不是垂直于纤维束中心轴线的方向流动。应该指出的是：薄膜纤维可以做成与纤维束中心轴线相平行的直线性整体件，也可以围绕中心轴线缠绕成螺旋管。在任何一种情况下，上述不透水的壁套还可以是溶解在一种无毒溶剂中的不透水涂料，例如聚硅氧烷，或者是一种先热胀后套在薄膜束上的可收缩外壳。如上述欧洲专利申请所述，封装中空纤维或其他薄膜束的不透水壁套具有一个开口，使气流能流入或流出上述纤维束，从而使流体的流动方向基本上平行于纤维束的轴线。为了实现本发明的目的，流体的流动模式必须是两种流体逆向流动，其中一种流体是湿的高纯度氮气，或者是原料空气流，另一种流体是渗透气体，它包括上面介绍过的冲洗气体以及渗透通过氮气产品干燥器薄膜的薄膜材料的水份和氢气。

值得指出的是，在现有技术中，通常采用致密纤维薄膜来实现薄膜干燥工作，致密纤维的膜厚，亦即其壁厚比非对称膜的表层部份或复合膜的分离层要大得多。对于致密纤维来说，要想获得足够的耐压能力就必须具有大的壁厚。因此，致密纤维的渗透率很低，

为了对氮气产品进行所需的干燥就必须采用很大的表面面积。相反，对于本发明的致密薄膜来讲，非对称薄膜或复合膜具有非常薄的膜分离层，同时具有微孔比较多的基底部分，这样的基底部分具有足够的机构强度，又为非常薄的部分提供了支托，而非常薄的部分则决定了薄膜的分离特性。所以，非对称膜或复合膜所需的表面积比致密式均相膜要小得多，因此，为了实现本发明的目的，最好使用非对称膜或复合膜，而不用致密均相膜。由于采用非对称膜或复合膜比采用致密膜能提高薄膜的固有渗透性能，因此在本发明与干燥氮气产品有关的最佳实施方案中希望进一步改进非对称膜或复合薄膜的性能，以便减少这类膜以交叉流流动时存在的互渗透而造成的宝贵的产品氮气气体的损失。

较好的回流冲洗气体气源是两级薄膜空气分离单元的第二级渗透气体，这种气流比较干燥，而且含氧量低，氧气这种杂质在上述空气分离单元的第一级已择先被渗透。如果该空气分离薄膜单元是两级，两级之间分隔的薄膜面积将确定能得到多少冲洗气体，以及还存在多少杂质。对于一种指定的产品纯度，第一级中较大的面积比值意味着具有较少的但却比较干燥的第二级渗透气流，因而就有较少量的可用的冲洗气体。根据薄膜低压渗透侧渗透气体的数量，产品氮气中至少有30%，通常为60%或更多的冲洗气体来自该气源。为了实现本发明的目的，需要使冲洗比，即回流的冲洗气体与未渗透侧的产品气流的比例至少为10%，最好是20%左右或更高，以便使对面积的要求、产品损失以及残余氧气的反向扩散达到最低值。产品气体压力较低时所需要的冲洗比比气体压力较高时大。所容许的氧气反向扩散量取决于具体运用时的总的要求。在许多情况下，

希望氧气的反向扩散不超过500PPmv的最大极限，在氮气产品中，这种氧气的反向扩散最好低于100PPmv。当然，能获得的回流冲洗气体量取决于其气源和它的数量。

本发明所解释的例子中，采用图1的实施例，对氮气产品可干燥到－40° F的产品压力露点。压力为154.7磅/英寸^{2}的待干燥氮气产品流在温度为100° F的情况下通过薄膜干燥器单元，上述气流含氧量低于5.0PPmv，而且含水量达饱和状态。由第二级空气分离薄膜提供的冲洗气体其压力为16磅/英寸^2，冲洗气体与产品气体的冲洗比约为15%。在上述薄膜干燥器单元中所采用的复合膜由螺线管状中空纤维构成，其水/氮气分离因子为6000，水/氧气分离因子为1000。该薄膜干燥器单元采用了由聚偏乙烯制成的不透水壁套来封装薄膜，并在薄膜标准件中形成一种逆流流动模式。在操作中，如上面所指出的，以低于氮气的0.5% 的极低的干燥产品损失就能够有效地干燥高纯氮气产品气。而在本发明不愿采用的完全叉流流动膜的实施例中，为了得到相同的露点，必须要耗费30%以上的干燥产品。

应该指出的是，在说明书所附的权利要求所指明的范围之内，还可以对本说明书所述的方法和系统做出一些细节上的改动和变化。例如，所采用的催化氧化装置，即脱氧单元可以包括一个或多个催化床，空气分离薄膜装置生产出的部分纯化的氮气流中含有的氧气跟氢气或燃料气，例如甲烷，在这些催化床中进行反应。通常，脱氧单元中采用的是一种贵金属催化剂，例如以铝基片为衬底的铂或铂－钯催化剂。

还必须指出的是，本发明用于空气分离的薄膜可以是复合膜，

对于这类膜，膜的选择性能取决于沉积在微孔基片上的分离层，象以聚砜为基底的醋酸纤维膜或乙基纤维膜就属于此；也可以是一种由两个分开结构层构成的材料，例如聚砜材料的非对称膜，这种非对称膜有一个很薄的致密表层区域，该层决定了膜的选择性能，而且还有一个稀疏的多孔支承区域；也可以是如多层复合膜之类的其他薄膜。从实用的观点来看，致密均相膜的性能通常是不适于商业应用的。通过本发明的实施证明，为了干燥产品，采用非对称膜或复合膜能够提高总的性能。尽管致密膜被普遍用来对产品气体进行干燥，而且也可以用来实施本发明，但由于其固有的缺点，因此并不倾向于使用这类致密膜。

对于最初的空气分离，常采用能选择性地渗透氧的合成材料制成薄膜，而氮气这种原料空气中不易渗透的组份则作为未渗透气体被回收。当然，如果所采用的空气分离薄膜系统中，氮气是易渗透的组份，富氧气流作为未渗透气体而被提取也应属于本发明的构思范围。

本发明倾向于采用的渗透薄膜一般为薄膜束的组件形式，它们通常置于外壳之内以形成薄膜标准件，这种标准件构成了薄膜装置的主要部件。一个薄膜装置可以由单个标准件组成，也可以由若干标准件并联或串联组成。上述薄膜标准件可以将薄膜束以适宜的中空纤维方式构成，也可以采用螺旋缠绕、起褶的扁平片或其他合适的结构。薄膜标准件有一个原料气体(空气)侧和一个与之相对的渗透气体排出侧。对中空纤维薄膜而言，如果采用从内向外的操作方式，进气侧是孔洞的一侧，如果采用从外向内的操作方式，进气侧是中空纤维的外侧。

如前所述，本发明所采用的冲洗气体必须是来自上述气流的干燥或比较干燥的冲洗气体。使用时，比较干燥的冲洗气体的水份分压不能超过干燥的氮气产品气体的水份分压。最好上述冲洗气体的水份分压小于产品气流水份分压的1/2， 前面所述的有关冲洗气体气源的情形也是如此。

可以看到，薄膜能够制造成用来干燥由空气分离薄膜/脱氧装置产生的高纯氮气的理想装置，从而使方法更佳。用合适的薄膜单元进行干燥，可以避免采用更昂贵、更复杂的吸附或冷冻技术和系统来脱水。 通过采用由薄膜干燥器跟空气分离薄膜/脱氧单元的组合来处理气流，能够很方便地对干燥器薄膜装置的低压渗透侧进行冲洗。借助于采用膜束式结构来建立一种逆流流动模式，本发明所选用的干燥操作方案就能够提取更多的干燥高纯氮气，而避免了在叉流流动渗透操作中所存在的大量宝贵的氮气产品气体的互渗透现象。

专利号 90 1 04398
Int. Cl.[5] C01B 21/04
授权公告日 1993年5月26日

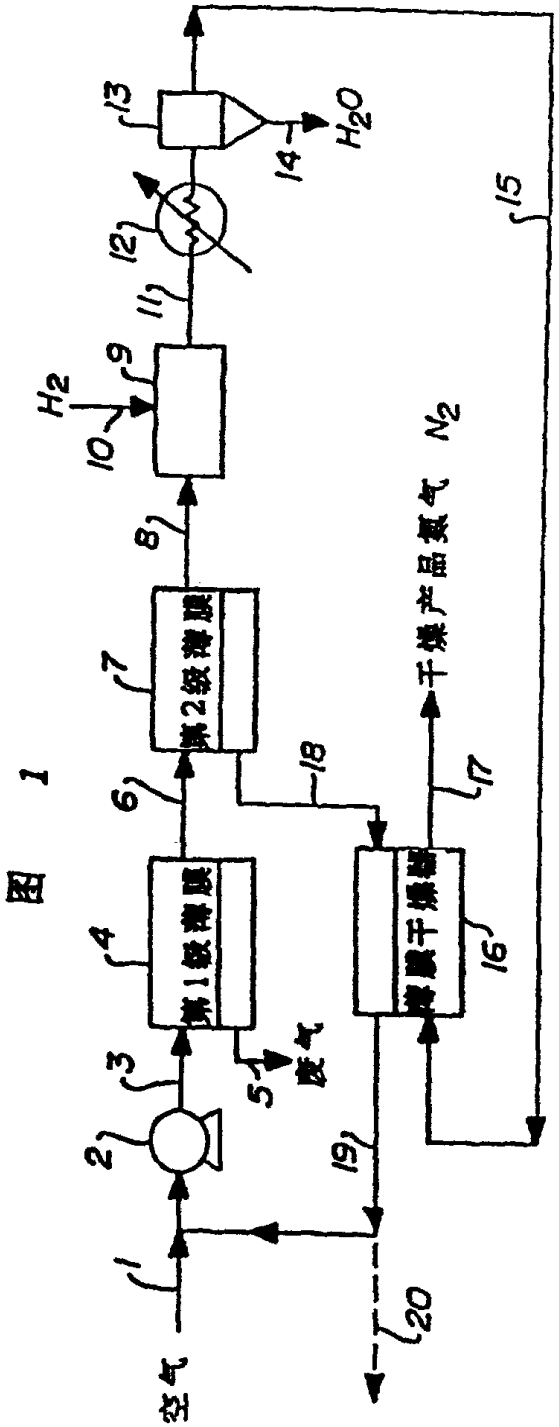


图 1

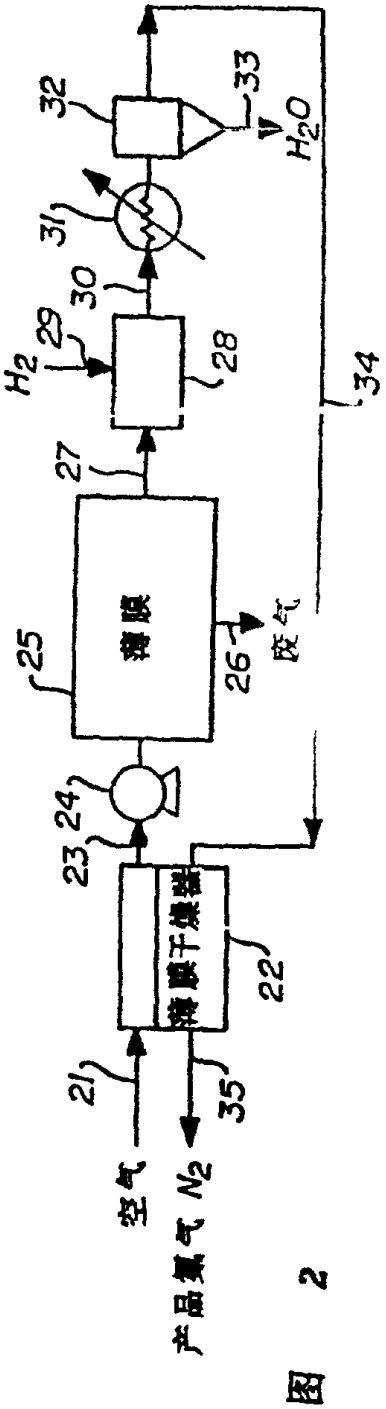


图 2

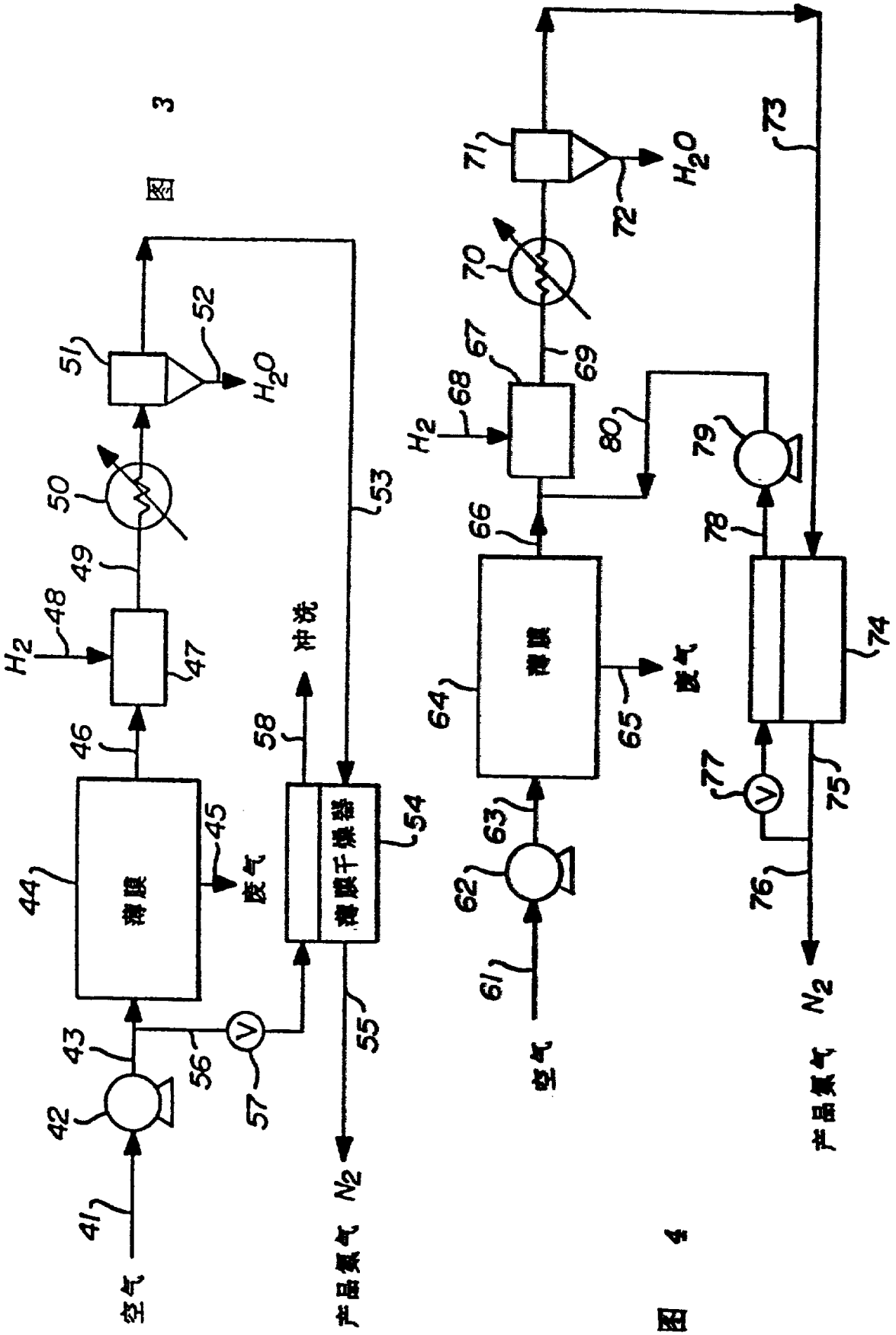

空气
41
42
43
膜
44
45
废气
46
47
48
H_2
49
50
51
52
H_2O
53
膜干燥器
54
55
N_2
产品氮气
56
57
58
冲洗
61
空气
62
63
膜
64
65
废气
66
67
68
H_2
69
70
71
72
H_2O
73
74
75
76
N_2
产品氮气
77
78
79
80

图 3

图 4