[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int.Cl[6]
B65D 88/74
A23L 3/3418
F24F 3/16

[12]发明专利说明书

[21] ZL 专利号 94104430.0

[45]授权公告日 1999 年 6 月 30 日

[11]授权公告号 CN 1043872C

[22]申请日 94.4.15 [24]颁证日 99.3.18
[21]申请号 94104430.0
[30]优先权
[32]93.4.16 [33]US [31]048622
[73]专利权人 普拉塞尔技术有限公司
地址 美国康涅狄格州
[72]发明人 R·普拉萨德
[56]参考文献

EP－36553	1990. 4.18	B65D88/74
US－4642996	1987. 2.17	F24F3/16
US－4806132	1989. 2.21	B01D53/22
US－5156009	1992.10.20	B01D53/22

审查员 22 11

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 吴大建

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图页数 3 页

[54]发明名称 容器惰化

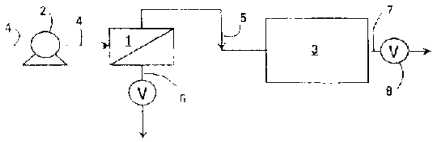
[57]摘要

容器内部空间的惰化方法,包括:

(a)富惰性流体物流引入容器的内部空间,在富惰性流体物流中惰性流体的 浓度大于容器内部空间中惰性流体的浓度;

(b)在富惰性流体引入到容器内部空间期间,增加富惰性流体物流中惰性流 体的浓度;

(c)从容器的内部空间排出含有至少一种杂质和惰性流体的废气物流。



ISSN1008-4274

权利要求书

1.惰化容器内部空间的方法，所述方法包括：

（a）平稳地将富惰性流体物流引入所述容器的所述内部空间，所述富惰性流体物流中惰性流体的浓度大于所述容器的所述内部空间中的惰性流体浓度；

（b）在所述富惰性流体物流引入所述容器期间，增加该富惰性流体物流中惰性流体的浓度；并且

（c）从所述容器的所述内部空间放出含有至少一种杂质和惰性气体的废气物流。

2.根据权利要求 1 的容器内部空间的惰化方法，其特征是其中进一步包括在所述富惰性流体物流引入到所述容器的所述内部空间期间，随着该富惰性流体物流中惰性流体的浓度的增加，降低该富惰性流体物流的流速。

3.根据权利要求 1 的容器内部空间的惰化方法，其特征是所述富惰性流体物流选自富氮气体物流或富氮气体物流。

4.根据权利要求 3 的容器内部空间的惰化方法，其特征是所述富惰性气体物流中惰性气体的浓度被间歇地、渐进地、连续地或逐步地提高。

5.根据权利要求 3 的容器内部空间的惰化方法，其特征是其中进一步包括使气体混合物通过至少一个具有非渗透侧和渗透侧的膜，从该膜的非渗透侧产生所述富惰性气体物流，同时从所述至少一个膜的渗透侧除去次生的废气流。

6.根据权利要求 5 的容器内部空间的惰化方法，其特征是其中进一步包括使至少一部分来自所述容器内部空间的废气物流与所述气体混合物一起进入到所述至少一个膜的所述非渗透侧。

7.根据权利要求 5 的容器内部空间的惰化方法，其特征是其中进一步包括使至少一部分来自所述容器的内部空间的废气物流进到所述至少一个膜的渗透侧，以清除其中的氧气和／或水分。

8.根据权利要求 5 的容器内部空间的惰化方法，其特征是其中导入所述容器的所述内部空间的所述富惰性气体物流以将所述混合气送到所述至少一个膜的压缩或泵装置所能产生的最大或几乎为最大的流速流动。

9.根据权利要求 1 的容器内部空间的惰化方法，其特征是其中进一步包括将气体混合物送至至少一个气体分离系统以生产所述富惰性流体物流，所述气体分离系统选自至少一个膜系统，至少一个变压吸附系统，至少一个变温吸附系统和至少一个低温气体蒸馏系统。

10.根据权利要求 1 的容器内部空间的惰化方法，其特征在于在所述容器的所述内部空间中存在氧气，以及所述方法包括：

（a'）将富惰性气体物流引入到所述容器的所述内部空间，所述富惰性气体物流中惰性气体的浓度大于 80%（体积），但小于或等于约 99.9%（体积）；

（b'）所述容器的内部空间中氧气的浓度相对于所述容器的所述内部空间的气体总体积减少到约 1%～10%（体积）后，将所述富惰性气体物流中惰性气体的浓度提高到大于约 93%（体积）；

（c'）将产生的惰性气体浓度提高了的富惰性气体物流供入容器的所述内部空间，直到容器内部空间中氧气的浓度小于或等于 7%；并且

（d'）在引入所述富惰性气体物流期间，从所述容器的所述内部空间排出含有氧和惰性气体的废气物流。

11.根据权利要求 10 的容器内部空间的惰化方法，其特征是其中进一步包括用至少一个由一个具有渗透侧和非渗透侧的膜构成的膜组件分离空气，提供步骤（a）所述富惰性气体物流。

12.根据权利要求 11 的容器内部空间的惰化方法，其特征是其中进一步包括将至少一部分废气物流送至膜组件中膜的非渗透侧，以增加富氮气物流中的惰性气体浓度。

13.根据权利要求 11 的容器内部空间的惰化方法，其特征是其中进一步包括将至少一部分废气物流送至膜组件中膜的渗透侧，以清除在所述膜的渗透侧的水分和／或氧气。

本发明总的来说涉及一种惰化容器的至少一个内部空间的方法，具体地说，涉及一种提高容器内部空间的惰化速度的方法，尤其是当至少一个膜用作为惰性液体源时的情况。

惰性流体，尤其是惰性气体，常被用来调节容器或贮器内部空间的气氛。例如，在用容器运输易

腐烂的物品或在容器中制造半导体晶片时，通常用惰性流体中的氮气来惰化容器内部空间。为了向容器内部空间提供氮气或其它惰性气体，使用各种惰性气体源。这些惰性气体源包括钢瓶、液槽、膜气体分离装置以及变压或变温吸附装置。然而，对于具体的惰化方法，选择哪一种惰性气体源，取决于容器内部空间的惰化速率以及与惰化方法相关的能量（动力）消耗，因为在工业操作过程中，惰化速率和能量消耗是极为重要的因素。因此，不管使用哪种惰性气源，都要求提高容器内部空间的惰化速率，同时降低与惰化方法相关的动力消耗。

本发明的目的是提供一种惰化容器内部空间的方法。

根据本发明，上述目的可以通过变浓度净化（Phasedconcentration purge）来完成，包括：

（a）平稳地将一种富惰性流体物流引入到所述容器的所述内部空间，所述富惰性流体物流中的惰性流体浓度大于所述容器的所述内部空间中的惰性流体的浓度；

（b）在富惰性流体物流引入所述容器期间，提高其中惰性流体的浓度；和

（c）从所述容器的所述内部空间中排出含有至少一种杂质和惰性气体的废气物流。

在初始阶段，富惰性流体物流引入到容器内部空间的流速应为与向容器内部空间引入富惰性流体物流的任意惰性流体源相连的压缩或泵装置所能产生的最大或几乎为最大的流速，例如至少一台压缩机或泵与至少一套用于产生富氮物流的膜气体分离系统相连。在富惰性流体物流中的惰性流体浓度可以以间歇、连续、渐进或逐步的方式提高。当容器内部空间的至少一种杂质（如氧气）减少到容器内部空间所有气体的1%～10%（体积）时，富惰性流体物流中的惰性流体浓度优选提高到93%（体积）以上或99%（体积）以上。随着富惰性流体物流中惰性流体浓度的增加，富惰性流体物流流速可降低。从容器内部空间排出的废气物流可任选循环到作为富惰性流体物流源的流体分离系统。当流体分离系统或惰性流体源为至少一套由含非渗透侧和渗透侧的膜构成的膜组件时，则至少一部分废气可以送至组件中膜的非渗透侧以提高富惰性流体气体中惰性流体的浓度和／或将至少一部分废气送到膜的渗透侧以净化其中的水分或氧气，从而促进富惰性流体物流的生产。

这里所说的“惰性流体”指在当时的气氛（如氮和／或氩）和温度条件下不与容器内部空间中的物质发生有害化学反应的任何流体。

在此所用术语“富惰性流体物流”指其中所含的惰性流体浓度大于容器内部空间所含惰性流体浓度的物流。

在此所用术语“惰化”指增加容器内部空间中惰性流体浓度的过程。

在此所用术语“至少一种杂质”指在当时的气氛条件下与容器内部空间中的物质起化学反应的任何一种流体或物质，如氧气或一氧化碳。

在此所用术语“容器”或“容器内部空间”指在惰性条件下，可用于贮存，处理或制备材料（如易腐烂的物品或半导体晶片）的密闭空间。

图1和图2是作为本发明优选实施方案的容器惰化系统的示意流程图。

图3所示是在图1所示的容器惰化系统中，对于富氮气体中不同的氮气浓度，容器内部空间的氧气浓度随时间的变化图。

图4所示的是在图2所示的容器惰化系统中，对于富氮气体中不同的氮气浓度，容器内部空间氧气的浓度随时间的变化图。

本发明主要涉及下述发现：在富惰性流体物流引入容器内部空间的过程中，通过变化物流中惰性流体的浓度（变浓度净化），可以显著提高容器内部空间的惰化速率，同时减少惰化过程的动力消耗。在上述过程中，如果在改变物流中惰性流体浓度的同时，也改变富惰性流体物流的流速，则惰化速率和惰化过程的动力消耗还会进一步得以改善。也说是说，随着富惰性流体物流中惰性流体浓度的增加，也应降低其流速。为了进一步提高惰化过程的效率，在初始阶段，富惰性流体物流引入容器内部空间时，其流速应为连接导入流体的导管和／或与容器内部空间存在流体连通的惰性流体源的任何泵或压缩装置所能产生的最大或几乎最大的流速。

本发明优选的容器惰化系统将参考图1、图2进行阐述。然而，容易理解的是这些优选的实施方案的描述绝不排除其它大量的容器惰化系统，这对于本领域技术人员而言是显而易见的。

如图1、2所示，优选的容器惰化系统包括：惰性流体源（1），压缩或泵装置（2），和容器

(3)。开始时，供料流体物流，如空气，通过至少一个进口管线（4）和至少一个压缩或泵装置（2）引入到惰性流体源（1）。所用的惰性流体源（1）可以选自在线惰性流体源，如：膜气体分离系统、低温气体分离系统、变压或变温吸附系统或者是上述系统的组合。在这些惰性流体源中，一般最优选膜气体分离系统，这是因为它们能够以较小的工业规模被有效的应用，例下述文献所述（这些文献并入本文作为参考）：USP No.5，102，432；Ravi Prasad 等："工业空气分离中膜的进展"（AICHE 春季全国会议，1993 年 3 月 28 日）；Ravi Prasad 等："经膜分离空气制高纯度氮"，（AICHE 春季全国会议，1990 年 3 月 18 日）；Dave R.Thompson"用膜生产氮气操作经验"（AICHE 春季全国会议，1990 年 3 月 18 日）；Ravi Prasad 等："制高纯氮气的先进的膜工艺"（AICHE 全国会议，1992 年 11 月）。然而，产出的富惰性气体物流中惰性气体的浓度与产出气体物流流量成反比。

在惰性气源（1）中，供料流体物流，如空气，被分离产生富惰性流体物流，如富氮物流，和含有大量非惰性流体的废气物流，如富氧物流。在惰性流体源（1）被起动后，也就是起动压缩或泵装置（2）后，富惰性流体物流从惰性流体源（1）流出，通过管线（5）平稳地充入容器（3）内部空间。同时从惰性流体源（1）来的废气物流通过带阀（12）的管线（6）弃掉。

为了增加容器（3）内部空间的惰化速率，降低惰化过程的动力消耗，在将富惰性流体物流引入到容器（3）的过程中，以间歇，渐进、逐步或连续的方式提高平稳流动的富惰性流体物流中惰性流体的浓度。例如，在富惰性流体物流引入容器内部空间的某一时刻，富惰性流体物流中惰性流体的浓度可以在约 80%～99.9%（体积），优选在约 80%～97%（体积）的范围。当容器内部空间氧气浓度降低到约 1%～约 10%（体积），优选降低到约 2%～约 6%（体积）时，基于容器内部空间的气体总体积，富惰性流体物流中惰性流体浓度提高到大于 93%（体积），优选大于 97%（体积），更优选大于 98%（体积）。富惰性流体物流中惰性气体的初始浓度通常取决于所用的惰性流体源和／或惰性流体的种类，但其最终浓度将取决于所涉及容器的用途，如，在容器（3）的惰性内部空间贮存或运输易腐烂的物品或在容器（3）的惰性内部空间制半导体晶片。例如，当用富氮气体惰化容器（3）内部空间时，在富氮气体物流中氮气的初始浓度在约 80～99.9%（体积）范围内，优选在约 80%～97%范围。而富氮气体物流中氮气的最终浓度大于 93%（体积），优选大于约 99%（体积），例如用于制造半导体晶片时，达 99.9999%（体积）。

为了进一步提高惰化速率并改善能耗，开始时以最高或几乎最高的流速将富惰性流体物流引入到容器（3）的内部空间，所达最高流速指与至少一个惰性流体源（1）或容器（3）相连的至少一个压缩或泵装置（例如压缩或泵装置（2））所能产生的最高流速。通常在开始时，富惰性流体物流的流速，相对于容器体积，以每小时空速表示为约 0.02 约 50 之间，优选 0.2 至 10。

然后，随着富惰性流体物流中惰性流体浓度渐进地、间歇地、连续地或逐步地提高，富惰性流体物流的流速也渐进地、间歇地、连续地或逐步地降低。不过。可以理解的是富惰性流体物流的流速降低不要求与其中惰性流体浓度的提高精确地对应。换句话说，例如，流速可以是间歇或渐进地降低，即使其中惰性流体的浓度连续地提高。只要富惰性流体物流的流速随着其中惰性流体浓度的增加而降低，惰化速率和与之相关的能耗都会进一步改善。通常富惰性流体物流的最终流速，相对于容器体积，以每小时空速表示，为约 0.2 至约 200，优选约 1 至约 50。

当富惰性流体物流进入容器（3）的内部空间时，在其中产生的含有杂质和惰性流体的废气从带阀门（8）的管道（7）连续放出或清除，直到在容器（3）内部空间达到所要求的惰性流体浓度，即要求的惰性环境。尽管在容器（3）内部空间所要求的惰性流体浓度随在其中处理的物质的不同（如易腐烂的物品和半导体晶片）而不同，但基于容器（3）内部空间的所有气体，氧含量应该维持小于约 7%（体积），优选小于约 3%（体积），最优选小于或等于约 2%（体积），这样才能抑制需要置于容器（3）内的物质变质。

从容器（3）排出的废物流可以通过管道（7）弃去，也可以通过管道（9）循环。它可以与

惰性流体源的供料流体物流合并，以连续或间歇地增加引入容器（3）内部空间的富惰性流体物流中惰性流体的浓度。当至少一套膜组件作为惰性气体源时，可以不必改变压缩机的流速而连续地提高富惰性气体物流中惰性气体的浓度。例如，当容器中气氛变得更富含惰性气体时，废气物流中惰性气体的浓度就增大。将富惰性气体的废气物流与供料气（如空气）合并，则供料气中更富含惰性气体。这样，富含惰性气体的供料气导入膜组件中膜的非渗透侧后，则来自非渗透侧的富惰性气体物流中惰性气体的浓度得以提高。当然如果至少有一部分管线（9）中的废气物流通过带阀门（11）的管线（10）导入组件中膜的渗透侧，以清除其中的氧气和／或水气，则送到容器（3）内部空间的富惰性气体物流的质量可进一步提高。

下面的实施例用以阐述本发明。它们仅用于阐述目的而无意作限制。

实施例 1

在图 1 所示的容器惰化系统中实施惰化或净化。所用的惰性流体源（1）是单一膜组件或双膜组件。容器（3）的内部空间总容积为约 2280 英尺^3，空的容积（容器内部空间中的空的空间或气相空间）约 1480 英尺^3。空的空积中作为杂质的氧的浓度为约 21%（体积）。容器内压力约 0.5 英寸水柱，泄漏速率为约 40～100 英尺^3／小时。开始时，空气用压缩装置（2）送入膜组件产生富氮气物流。由于富氮气物流中氮气的浓度与产生的富氮气物流的流速成反比，因此，为了产生含氮气量为 99%（体积）以上的富氮气物流，其流速对于单膜组件保持在约 279 英尺^3／小时，对于双膜组件保持在约 558 英尺^3／小时。产生的富氮气体物流连续地引入容器（3）的内部空间，直到容器内部空间的氧含量减少到约 2%（体积）（固定浓度净化）。同时，产生的含有氧和氮气的废气物流连续地从容器（3）内部空间中排出。在相同的条件下重复上述容器惰化过程，只是在将富氮气体引入到容器内部空间的过程中增加富氮气体中的氮气含量，从约 97%（体积）增加到约 99%（体积）（变浓度净化）。开始时，含氮 97%的富氮气体引入的流速，相对于单膜组件为约 532 英尺^3／小时，而对于双膜组件为约 1062 英尺^3／小时。当容器(3)的内部空间中的氧浓度降到约 5%（体积）

后，富氮气体中的氮浓度提高到约 99%。此物流以约 279 英尺^3／小时的速率（对单膜组件）和约 558 英尺^3／小时（对双膜组件）的速率连续地引入容器（3）的内部空间，直到容器内的氧含量减少到约 2%。在富氮物流引入容器（3）的过程中，其中产生的废气物流放出。对上述固定浓度净化和变浓度净化过程的结果进行计算并列入表 I 中。

表 I

膜组件数	变浓度净化所需时间	固定浓度净化所需时间	ΔT
1	14 小时	16 小时	2 小时
2	6.5 小时	7.5 小时	1 小时

如表 I 所示,采用变浓度净化时，容器（3）内部空间的惰化速率得以提高。并且不管使用单膜组件还是双膜组件，只要富氮气体物流中氮气的浓度改变，惰化该容器所需要的时间可减少约 12%。

实施例 2

在图 2 所示的容器惰化系统中实施惰化或净化。所用的惰性流体源（1）是一个膜组件，它能够以 1466 英尺^3／小时的流速产生含氮 97%（体积）的富氮气体物流。或以 1330 英尺^3／小时的流速产生含氮 98%（体积）的富氮气体物流，或以 1161 英尺^3／小时的流速产生含氮 99%（体积）的富氮气体物流。容器（3）的内部空间容积（整个内部空间）约 2280 英尺^3，空的容积（内部空间中空的空间或是气相空间）约 1480 英尺^3。作为杂质的氧的浓度，在空的容积中为约 21%（体积）。容器压力约 0.5 英寸水柱，泄漏速率约 40～100 英尺^3／小时。开始时，用压缩装置（2）将空气送入膜组件，产生富氮气体物流。产生的富氮气体物流引入容器（3）的内部空间，同时导出容器（3）内部空间产生的废气物流。在不改变压缩机的气流速度的情况下，通过将排出的废气物流与空气合并作为供气导入膜组件的非渗透侧，以提高富氮气体物流中氮气的浓度。随着容器中的气氛变得更富含氮气，废气物流中氮的浓度和来自膜组件的富氮气体物流中氮的浓度都相应提高。这样，不改变富氮气

体物流的流速，只通过将一定量的废气物流合并入空气供气中，就可以调整或提高富氮气体物流中氮气的浓度。调整上述惰化过程，初始时，含氮98%（体积）的富氮气体物流以约1330英尺^3／小时的流速引入到容器的内部空间。在富氮气体物流引入期间，产生的含氧和氮的废气物流从容器（3）内部空间中连续放出，直到容器（3）内部空间的氧气含量达到2%（体积）。在相同的条件下重复上述容器惰化过程，只是在富氮气体物流引入到容器内部空间期间，富氮气体中氮气的浓度从约97%（体积）增加到约99%（体积）。开始时，含氮97%的富氮气体以约1446英尺^3／小时的流速导入。当容器（3）内部空间的氧气浓度减少到约6%（体积）后，富氮气体中的氮气浓度提高到约99%，并且以1161英尺^3／小时的速度连续通入容器（3）的内部空间，直到其中的氧气含量减少到约2%。在富氮气体引入容器（3）期间，产生的废气物流连续放出。对上述固定浓度净化和变浓度净化的结果进行计算。其中，假定供料空气速度和循环气流速都不变，计算结果见下表Ⅱ。

表Ⅱ

	N_2浓度	惰化过程所需时间	膜组件数
循环净化(Ⅰ)	初始浓度98%(体积)	14	1
循环净化(Ⅱ)	开始浓度97%(体积)随后99%(体积)	12.5	1

如表Ⅱ所示，通过将废气物流从容器（3）循环，容器内部空间的惰化速率可得以改善。而如果在富氮气体物流引入容器（3）内部空间的过程中，改变富氮气体物流中的氮气浓度，则该容器的惰化所需时间还能进一步降低约10%。

图3和4也表示出了以相应于富氮气体中氮气浓度的流速，不同的富氮气体从具有不同表面的不同的膜组件引入容器（3）内部空间时的效应。这些图表明，用具有固定氮气浓度的富氧气体明显影响容器(3)内部空间的惰化速率。

尽管参照具体实施方案对本发明的方法作了详细描述，但本领域技术人员可认识到在权利要求书的精神实质和范围之内，本发明还有其他的实施方案。

说　明　书　附　图

图　1

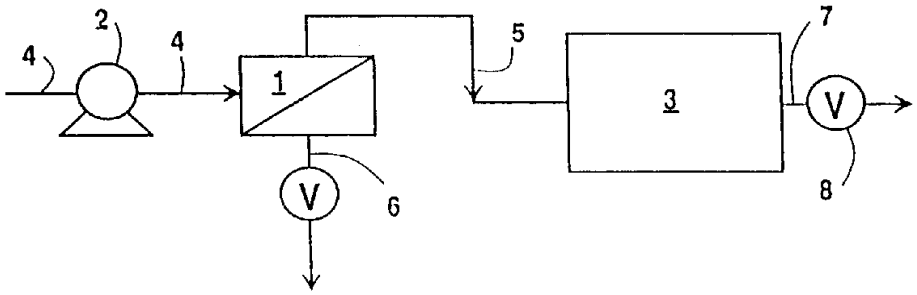


图　2

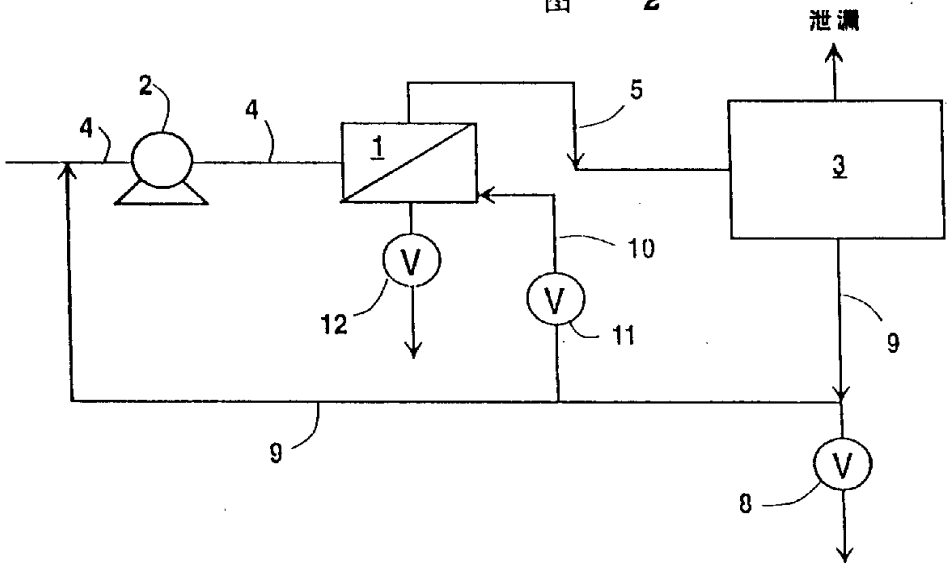


图 3

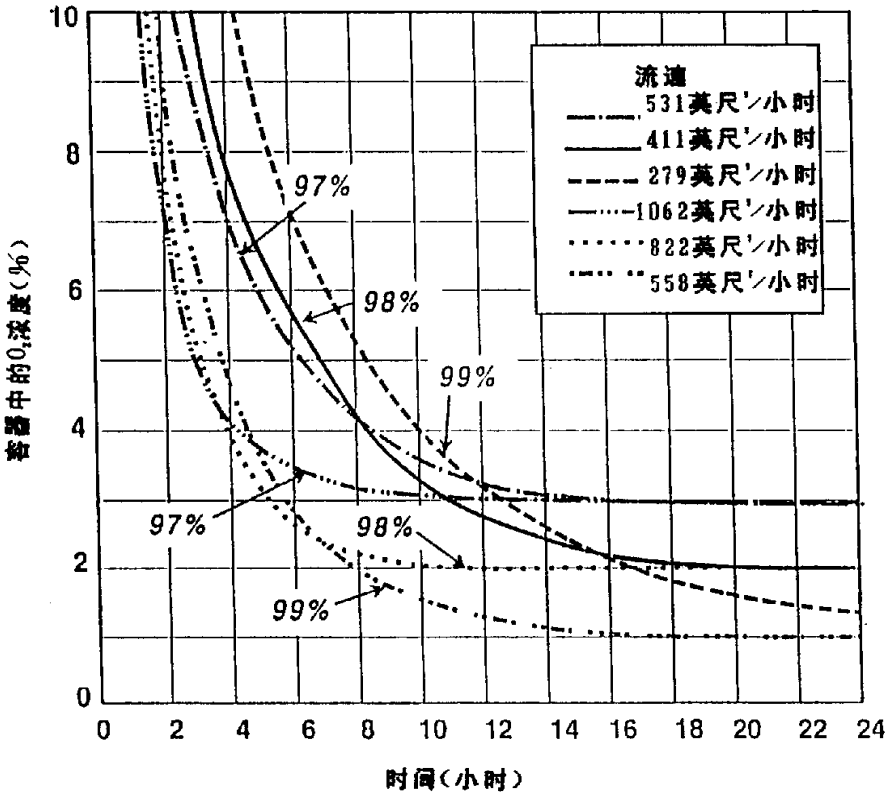
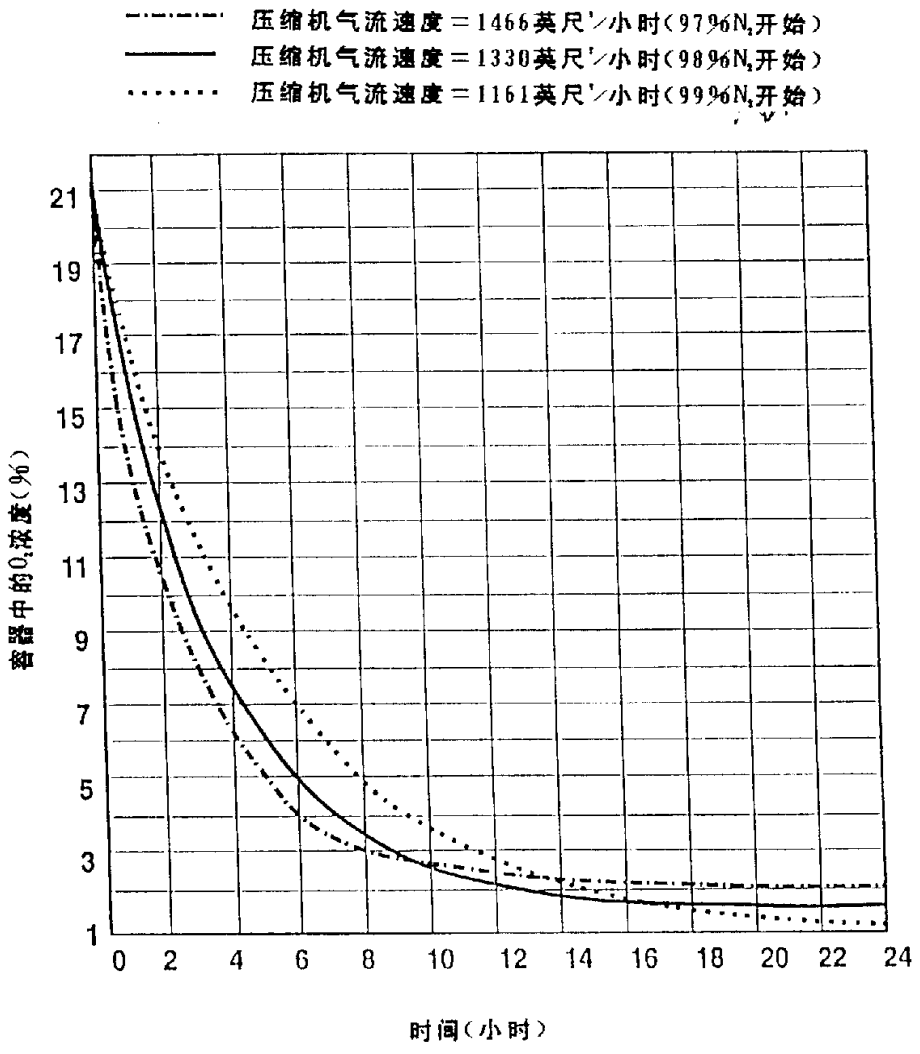

流速
531英尺'/小时
411英尺'/小时
279英尺'/小时
1062英尺'/小时
822英尺'/小时
558英尺'/小时
97%
98%
99%
97%
98%
99%
10
8
6
4
2
0
0
2
4
6
8
10
12
14
16
18
20
22
24
时间(小时)

图 4

泄漏 速度


压缩机气流速度＝1466英尺³/小时(97%N₂开始)
压缩机气流速度＝1330英尺³/小时(98%N₂开始)
压缩机气流速度＝1161英尺³/小时(99%N₂开始)
容器中的O₂浓度(%)
21
19
17
15
13
11
9
7
5
3
1
0
2
4
6
8
10
12
14
16
18
20
22
24
时间(小时)