

2500Nm³/h 氮气纯化装置的设计和运行

俞艳艳 应勇江 胡明辉

(杭州杭氧股份有限公司设计院 杭州市东新路 388 号 310004)

摘要: 本文介绍了设计压力达 6.3MPa 的氮气纯化装置的设计和运行情况。这套装置应用于氮气液化设备中的氮气提纯,使液氮的纯度达到 2ppm 以下,现已稳定运行两年多,各项性能指标均达到并超过设计值。

关键词: 高纯; 高压; 流程; 结构; 脱氧剂; 氧化还原

Design and operation of 2500Nm³/h Nitrogen purifier equipment

Abstract: This paper introduces the design and operation situation of Nitrogen purifier equipment whose design pressure is up to 6.3Mpa. This equipment is applied in Nitrogen purification in Nitrogen liquefier equipment, which makes the purity of liquid Nitrogen is less than 2ppm. This equipment has operated stably for two years, all performance index can reach and higher than design parameters.

Keywords: High purity; High pressure; Procedure; Structure; Deoxidant; Redox

1、概述

随着集成电路、激光、新型材料、高分子合成、可控气氛热处理等高新技术领域的开发和发展,对高纯氮以及高纯氩、氙的需求量日益增加,对气体纯度的要求更加苛刻。

浙江巨化股份公司现的有空分设备是杭氧上世纪八十年代的产品,其产能有所下降,氮气纯度只能维持在 99.97~99.995%之间,而用户对液氮纯度的要求越来越高,甚至要求在 1ppmO₂ 以下,这势必会造成原有的市场份额逐渐萎缩,更不用说市场的拓宽了。在市场对液氮的需求量放大和纯度提高的压力下,巨化股份公司在 2005 年 9 月上马了一套 2500Nm³/h 的高纯氮液化设备,其中氮气纯化装置由杭氧提供,在国内同类产品中压力等级为最高。

该类氮气纯化装置可将瓶装普氮、管道普氮、液态普氮纯化成为高纯氮气,也可配套 PSA 变压吸附制氮装置,一次达到从空气中直接提取高纯氮气的目的,可满足用户的各项要求。该类装置同样适用于纯化二氧化碳、乙烯、丙烯及氩气、氦气等惰性气体。

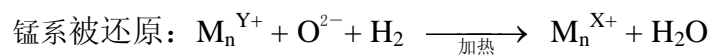
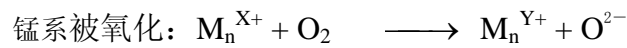
2、装置主要性能指标

1) 纯氮产量: 2500Nm³/h, 2) 原料氮气纯度: 99.99% (平均氧含量≤100ppm), 3) 产品氮气纯度: 99.9998% (氧含量≤2ppm), 4) 纯氮压力: ≥4.3MPa (设计压力: 6.3MPa),

5) 常压露点: $\leq -60^{\circ}\text{C}$; 6) 系统切换时间: ≥ 120 小时; 7) 加氢时间: ~ 15 小时; 8) 脱氧剂的使用寿命: ~ 3 年 (正常使用频率下); 同时能适应生产的需要, 可变工况运行。

3、流程组织

考虑到成本的因素, 我们采用化学吸附的方式去脱除氧。为去除原料氮气中的氧, 脱氧剂的选用是关键。经过对国内多家脱氧剂生产厂商不同型号脱氧剂的实地测试, 最终我们选用兼具氧化、还原性质的大连科联生产的 506HN-1 型脱氧剂, 该脱氧剂为金属氧化物体系。脱氧的机理为: 具还原性的低价金属氧化物 (锰系) 与氮气中具氧化性的微量氧反应, 形成高价金属氧化物 (反应前、后的锰系均具多价性), 以达到脱氧的目的; 失效后的脱氧剂加热通 H_2 再生, 高价金属氧化物还原成低价金属氧化物, 又重新具有活性。为使产气连续, 特设两只立式吸附器切换使用, 一只吸附一只再生。



装置的主要特点为: 常温脱氧、脱氧活性高, 除氧程度深; 再生温度较高, 约为 300°C 。倘若脱氧温度 (工作温度) 在 100°C 左右时, 脱氧性能能提高近一倍。本系统采用电内加热方式, 如果有其他热源 (蒸汽等), 也可用外加热方式把再生氮气加热至 300°C 左右。

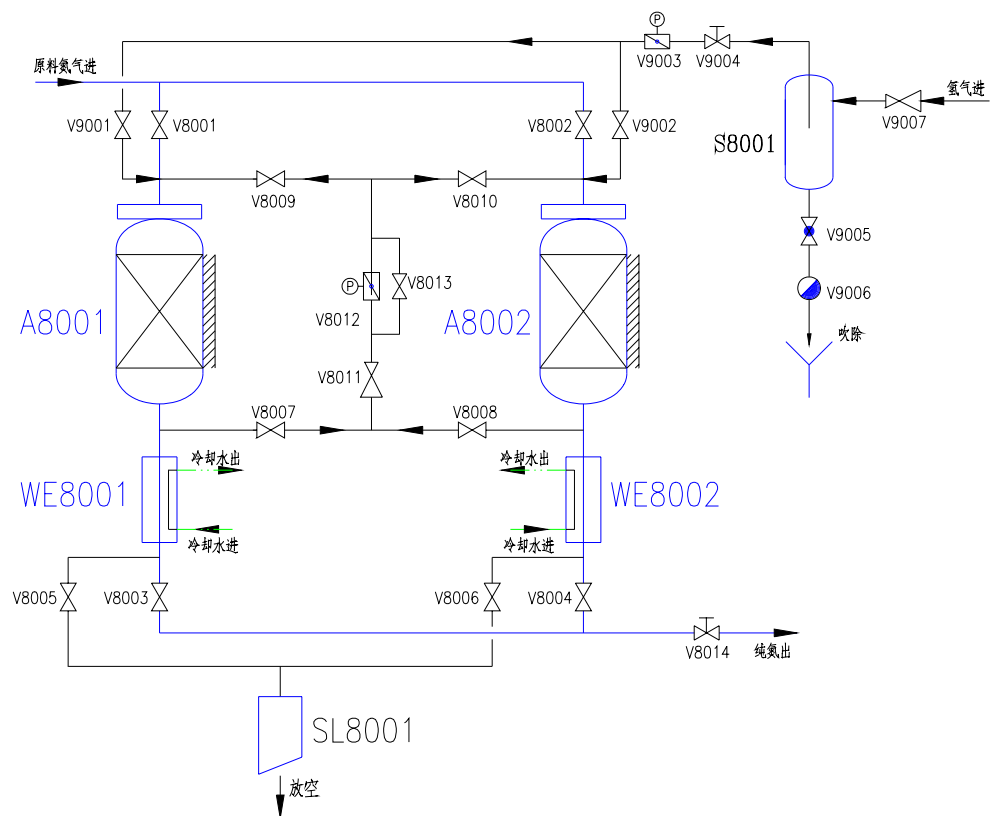


图 1. 巨化 $2500\text{Nm}^3/\text{h}$ 高纯氮装置流程图

针对此装置操作压力高、再生温度高及空分配套部机的一些特性，在常规流程的基础上我们进行针对性改进，流程简图如图 1 所示。

1) 去除膨胀机增压端的后部冷却器

本装置的原料气是膨胀机增压端的增压氮气，通常情况下膨胀机氮气增压后配后部冷却器把增压氮气冷却至常温，针对 506HN-1 型脱氧剂的工作温度与脱氧能力的关系，在整套氮气液化装置中取消后冷器这样便提高了原料氮气进吸附器的温度，不仅降低了设备投资，又可在脱氧剂的装填量相同的情况下使吸附周期延长近 1/3，降低了电加热器加热频率、再生气的耗量和脱氧剂的使用率，在装置的平均能耗下降了 1/3 的同时提高了脱氧剂的使用寿命。

2) 再生气流路设置减压阀

为了保证脱氧剂彻底再生，再生气流速和温度的控制尤为重要，一方面在流程上采用产品气减压后与氢气混合后进入吸附器，控制再生气的气流速度和气流均匀分布，充分利用再生时的氢与氧反应生成水的反应热，使脱氧剂在再生时分层进行，再生重心层层下移；另一方面采用内加热方式，并控制电加热管自身的温度变化幅度，有效地控制脱氧剂的再生温度在合理的范围内。

3) 产品气流路设置水冷却器

考虑到再生温度高，在吸附器出口端设置了水冷却器，不仅增强了操作的安全性，也保证高纯氮气进液化装置的温度，避免板式换热器热端的温差过大。

4) 设置必要的阀门、测点，减少脱氧剂粉化

分程充压、卸压，减少脱氧剂的粉化。先经减压阀 V8012 充压至一定的压力后，再经阀 V8007、V8008 充压至工作压力，避免高压氮气直接对脱氧剂的冲击；通过调节放空阀 V8005 或 V8006 的开度，使吸附器 A8001 或 A8002 实现分程卸压。

4、设备结构

1) 吸附器上、下部采用“伞”状的气流分布装置。一方面避免高压气体直接冲刷脱氧剂，保护了脱氧剂，大大地减少了脱氧剂的粉化率，提高了产品氮气的品质；另一方面也减少了吸附床的死区、减少了气流对脱氧剂的直接撞击、减少了吸附器的无效容积，使气流分布更趋合理，提高了脱氧剂的利用率及使用寿命。

2) 脱氧剂再生时的最大要求是热量损耗少、耗电量少、脱氧剂再生彻底及消耗的再生气量少，给吸附器结构设计、电加热元件的布置形式和接线带来一定的困难，既要考虑到加热均匀，又要考虑到电加热元件的寿命和更换方便。为此我们在设计中采用电加热元件环状

分布，并采用电加热棒，减小单位长度内的发热功率，减少电加热元件的损坏率；电加热元件采用即插件形式，全部分布在顶部，便于更换。

5、仪电控系统

1) 系统采用西门子 PLC 可编程控制器，可自动操作。在自动控制系统出现故障时也可手动控制，保证系统能正常工作。

2) 仪控柜上设置一个控制旋钮，分为三档，分别为：A8001 吸附、A8002 再生，停止和 A8002 吸附、A8001 再生，同时用指示灯来显示各自的“吸附”工作状态。当“A8001 吸附”或“A8002 吸附”按钮处于吸合状态时，给程序控制器输入一个运行信号，程序控制器开始工作、开始计时，并控制阀 V8012、V9003 的工作，计时累计到指定时间后发出报警信号。旋钮切换时，计时从零开始。

3) 吸附器的上、中、下各设置一双支铂电阻监测吸附床的温度，筒体中心设置一个可伸缩的热电偶来控制再生温度。两只吸附器八个测温点共用一只温度巡回显示仪表，这八个测温点中任何一个超过 350℃将自动报警，并把信号反馈给程序控制器，关闭氢气送气阀 V9003。实现温度控制与控制按钮同步切换。

4) 采用 380VAC 的电加热棒，延长电加热元件的使用寿命，保证装置运行的稳定性。

6、运行情况

到目前为止该装置已连续稳定运行了两年零三个月，根据二年多来对该设备的跟踪测试，本设备保持着良好的运行性能，其变负荷性能也能满足生产的需要，各工况下的重要性参数详见表一：

表一. 装置在不同工况下运行时的主要参数

工况	原料氮气流量 (Nm ³ /h)	原料氮气 O ₂ 含量 (ppm)	再生温度 (°C)	O ₂ 含量≤2 ppm 的运行周期 (h)
一	2700	50~60	~270	~240
二	2850	100	~300	125
三	2650	~200	~310	62
四	2700	~300	~325	40~48

由于空分设备受环境温度的影响，在夏季的高温天里所供的氮气纯度仅为 99.97% N₂（即 O₂ 含量 300ppm，工况四），氧含量是设计指标的 3 倍，纯化装置的切换时间也缩短到 40~48 小时，远远偏离了 120 小时的设计值。据统计该装置的处理氮气纯度年平均在~

150ppmO₂，按换算装置中的脱氧剂已使用了 3 年以上，但目前装置的处理能力与设计值相当，也未发现脱氧剂粉化现象。

电加热元件在调试及试运行阶段发生过几根烧坏，其余到目前为止都仍正常工作。

7、需要改进之处

再生用的氢气压力及纯度变化较大，在调试和实际运行过程需要人为干预，给操作带来不便，为实现自动化控制应设置一个根据氢气纯度来控制氢气量的自动调节装置。

再生温度由插在筒体中心的热电偶来控制，受其插入深度的影响，筒体上、中、下的再生温度差别较大，需要在调试和实际运行过程中不断改进。如果采用再生温度为 160℃ 的脱氧剂（506HN 型），因其再生温度比较均匀，且再生温度低，故能减少不少的能耗，但其一次性投资成本较高，已超过用户的承受能力。

8、结束语

该套装置的特点为：节能、稳定、安全，它的成功运行，对今后老空分及其他分离装置提供了新的改造思路，并且将对国内高纯气体的生产产生重大的意义。而以节能、环保为主题的今天，如何让脱氧剂提高它的利用率和再生率仍将是以后所需突破的技术难点。