

合成氨尾气综合利用

科学技术文献出版社重庆分社

合成氨尾气综合利用

中国科学技术情报研究所重庆分所编辑
科学技术文献出版社重庆分社出版
重庆市市中区胜利路91号

新华书店重庆发行所发行
重庆印制第一厂印刷

开本: 787×1092毫米1/16 印张: 4.50 字数: 14万
1975年9月第1版 1975年9月第1次印刷
印 数: 3600

书 号: 15176·109

定 价: 0.45元

毛主席语录

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

打破洋框框，走自己工业发展道路。
要采用先进技术，必须发挥我国人民的聪明才智，大搞科学试验。外国一切好的经验、好的技术，都要吸收过来，为我所用。学习外国必须同独创精神相结合。采用新技术必须同群众性的技术革新和技术革命运动相结合。

综合利用很重要，要注意。

综合利用大有文章可做。

目 录

译文部份

用钯膜扩散法自合成氨释放气中分离氢	(1)
气体净化的完善方法	(3)
利用交流换热器冷凝除去合成氨尾气的富氮的氮氢 混合气中残余氮	(6)
用甲烷洗涤除去富氮的氮氢混合气中的残余氮	(9)
液甲烷洗涤法自气体混合气回收氢或氮	(11)
液氟烃洗涤法自气体混合气回收氢或氮	(15)
气体的回收	(21)
从合成氨尾气分离制取氩、氮和氢的方法	(26)
气体提纯的方法和所用的改进装置	(27)
氮的分离方法	(37)
氢、甲烷和稀有气体的提取方法	(38)
稀有气体特别是氦和氖的制法	(40)
含氮、氩和甲烷的混合气的分离方法	(43)
由合成尾气至少以部份液态制取稀有气体及 其他蒸馏产物的方法	(45)
高浓氮、氩混合气的制法	(48)
$\text{NH}_3\text{-N}_2\text{-H}_2\text{-Ar-CH}_4$ 系的汽-液平衡计算	(49)

文摘部份

译文部份

用钯膜扩散法自合成氨释放气中分离氢

Ю. К. Байгток 等

在以甲烷转化为基础生产合成氨的许多现代流程中,在用于合成的新鲜气中含有约1%的所谓惰性气体(0.3—0.5%Ar和0.5—0.7%CH₄)。在合成循环中,惰性气体的浓度增大;为了使惰性气体量保持在一定水平(一般为10—15%),一部分气体(130—200米³/吨NH₃)*不得不排放掉。释放气在回收其中的氨后,在较好情况下可用作燃料。

然而,如果能从释放气中分离氢并用之于氨生产或其他需用纯氢的生产中,则氨的成本可以大大降低。以工业产品形式回收氢(释放气中的氢含量达5%),在经济上也是合理的。

在分离氢的各种可能方法中,有一种方法是通过钯合金薄膜扩散分离氢。释放气的压力高和其中的氢浓度高,有利于此法的应用。在进行扩散分离时,应使得通过扩散装置后的剩余气体保持压力约250—300工程大气压和含氢量不大于7%。这些参数对于用深冷法进一步分离剩余气体以制取纯氢,是有利的,而且无须辅助能量消耗和使用专门机械装置。

钯膜扩散法在工业上已用于由烯烃生产的废气分离氢^[1]。有关在低压和高压(5—30工程大气压)下氢通过钯合金的扩散速度的数据已有报导^[2,3]。为了提高钯合金的通过率,宜用各种方法在隔膜表面上涂复不同于隔膜材料的金属薄膜^[4]。

目前尚缺乏关于在氨合成过程压力下氢通过钯膜扩散速度的数据。

作者测量了用钯膜和钯合金膜扩散法由纯氮氢混合气体和由氨合成车间的工业释放气分离氢的速度。图1为利用纯氮氢混合气体的模型装置的示意图。

氮裂化制得的氮氢混合气,经压缩到压力400—500工程大气压并除去氨、油和含氧化合物后,按化学计量送入扩散装置1,扩散装置为一高压容器。内放有效面积3厘米²的钯合金膜。隔膜贴附在一多孔不锈钢圆盘上,四周用铜垫层密封。扩散装置进口处氮氢混合气的压力用阀3调节。未扩散的混合气节流到大气压,在纯氢的一侧保持大气压。扩散装置的加热

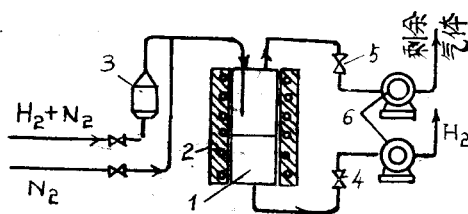


图1 模型装置示意图:

1——扩散装置; 2——电炉; 3——调节阀; 4和5——节流阀; 6——气体流量表。

和冷却在氮气氛中进行。

由工业释放气分离氢用的装置与过去介绍过的装置之不同点在于,气体预先在填有超细玻璃棉的滤器中脱油。扩散装置隔膜的有效面积为5厘米²。在每次试验中,向扩散装置中供气的速度应能避免对流扩散的不利影响。

所用的隔膜是厚0.05毫米的Pd-Ag-Ni(0.85:0.10:0.05)合金膜^[5]和厚0.3毫米的纯钯膜。

图2列出在用纯氮氢混合气时,在温度400和

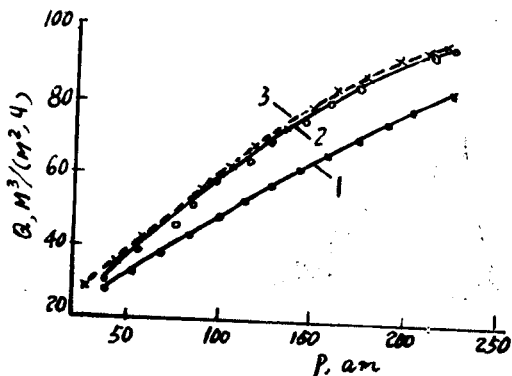


图2. 在用纯氮氢混合气时厚0.05毫米的Pd-Ag-Ni合金的渗透性等温线

(此处及以下, p ——氢的分压): 1——450°C; 2——500°C; 3——涂钯膜的膜, 450°C。

* 此处及以下的气体体积均指标准状态。

500℃ 下合金膜的渗透性等温线。为了进行比较, 还列出涂复钯黑的膜(钯黑用电解沉积法由溶液涂复在膜上)的渗透性等温线。由图 2 可以看出, 在相同的条件下, 涂复钯黑的隔膜的渗透性约高 20%。

图 3 示出在用工业气体时绘制的氢通过厚 0.05 毫米上述合金隔膜的渗透性等压线。这些数据与用纯氮氢混合气所得的关系曲线颇为吻合, 由此可以看出, 工业气体中存在的各个组份对于氢通过 Pd-Ag-Ni 合金的渗透性并无明显的影响。

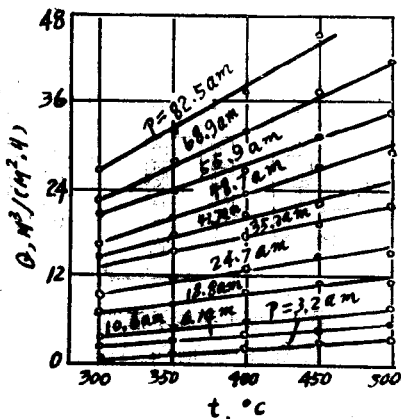


图3 在用工业气体时厚 0.05 毫米的 Pd-Ag-Ni 合金膜的渗透性等压线

为了查明油对渗透性的影响, 进行了释放气不通过滤器的试验。经几小时以后, 纯钯隔膜的渗透性已有某种程度降低, 而隔膜本身也变黑了。

在用工业气体时, 还研究了用银活化钯膜表面对钯膜渗透性的影响。为此, 用真空喷布法在厚 0.3 毫

米的纯钯膜上涂复厚 6 微米的银膜。用同样的未喷布银膜的隔膜作了对比试验。

从图 4 可以看出, 在用涂复喷布银膜的隔膜所作的试验中, 渗透性显著增大。因此, 证实了用涂复细散金属涂层以活化表面的方面可以提高钯及其合金的渗透性。

所得的结果使得有可能有效地解决综合利用合成氨释放气, 以降低新鲜气的消耗系数和廉价回收氨这一课题。

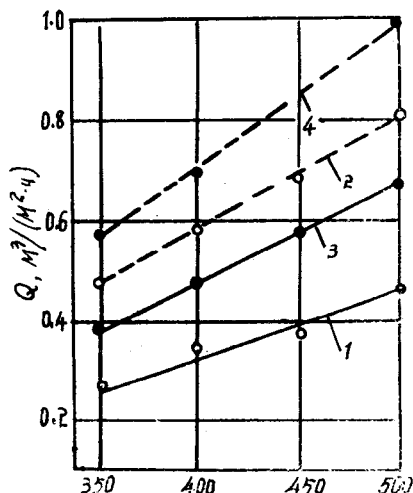


图4 喷布银膜对厚 0.3 毫米钯薄片渗透性的影响:

1——Pd, $p=1.8$ 工程大气压; 2——Pd, 3 工程大气压; 3——Pd+Ag, 1.8 工程大气压; 4——Pd+Ag, 3 工程大气压。

参 考 文 献

1. Chem. Eng. Progr., 61, №3, 81 (1965); Chem. Eng. 72, №5, 38, (1965); Oil and Gas J., 63, №10, 125 (1965); Chem. Week, 96, №7, 49, 52 (1965).
2. A. J. Derosset, Ind. Eng. Chem., 52, №6, 525, (1960); 日本专利, 154, 55, 1962; 法国专利, 1353330, 1963; Trans. Faraday Soc., 64, №5, 93, 2(1965); Elektron Parts and Mater., 3, №5, 55(1964).
3. Ш. Бык, Р. П. Кирсанова, Сб. Разделение и анализ углеводородных газов, Изд. АН СССР, 1963, Стр. 97; А. А. Ролина, Н. И. Дороницева, Хим. пром., №12, 902(1965); А. А. Ролина, Н. И. Дороницева, ЖФХ, 40, №7, 1450(1966); А. А. Ролина, Н. И. Дороницева и др., Хим. пром., №1, 57(1967).
4. 美国专利, 3148031, 1964; 3232026, 1966; 3344582, 1967.
5. А. А. Ролина, М. А. Гуревич и др., ЖФХ, 40, №19, 20, 46(1966).

(译自: 《Химическая промышленность》, 1968, №10, 744—746)

气体净化的完善方法

Guy Simonef, Pierre Lesur

(法国专利No 2070387, 公布日期1971年10月9日)

本发明的目的在提供一个净化气体的完善方法, 例如合成氨设备的排放气的净化, 以达到回收其组份中的一种, 例如氢气。

合成氨设备的排放气一般含有氢气、氮气、甲烷、氩和氨, 其体积计的组成约为: $H_2=63-65\%$, $N_2=22\%$, $CH_4=6-9\%$, $Ar=3-4\%$, $NH_3=1-2\%$ 。

此排放气是在300巴数量级的压力下获得的, 一般日产合成氨1000吨设备的排放气量约为600标米³/小时。

对这种排放气的利用可提供许多途径。例如可作为燃料气以提供一部份石脑油重整所必需的热量, 用于制备氢气, 其中少量的合成氨可以回收处理, 从而使组成中氢气组份的纯度提高。

回收氢气可有不同的工艺, 其中最引人注目的是可以在一种低温设备中处理这种排放气体以达到分别回收氢、氮、甲烷、氩和氨。同样可以把这种排放气和具有吸附性能的一种或多种吸附剂层相接触以吸附排放气中除氢气以外的其他组份。

本发明旨在提供一种最完善的方法, 在这方法中废气的净化是直接由一种或多种吸附剂层吸附而达到的。

合成氨设备排放气在室温条件下通过一个或多个具有吸附排放气体组成中除氮以外的其他组份能力的吸附剂层块。这种或这些吸附剂层的再生, 是以和吸附过程中气流方向相逆的净化了的氢气流循环通过而进行的。氢气是减压到压力低于吸附过程中气体通过的压力, 最好减压到大气压力。这些处理一般在由两组设备组成的装置中进行。每组至少都是一套吸附器, 一组的再生至少应在另一组进行吸附的部份时间内进行。这些组的设备中都填充一种或多种对排放气的组份有选择性吸附能力的吸附剂层。

经常在排放气含有诸如氨一类杂质的情况下, 解吸显得特别困难, 并有使吸附剂层中毒倾向。就现在所知的各种用吸附处理过程中净化了的氢气通过吸附剂层解吸出被吸附的组份以使吸附剂再生的方法, 没

有一个是十分妥善的。至少极显著量的净化了的氢气要通过吸附剂层以供再生, 这从经济角度看是欠妥的。

本发明对吸附剂层的再生特别重视, 并旨在提供一种从经济角度考虑是现实可取的完善的再生方法, 在这个方法中特别是较少大量的净化了的的气体用于促成上述的再生。

本发明旨在提供一种净化气体的完善方法, 例如净化合成氨设备中的排放气以达到回收其中的一个组份, 例如纯氢。在这方法中气体的净化是在恒压恒温下通过在两个透明的吸附器中填充着的至少是两种吸附剂层而进行的。吸附剂的再生至少以从吸附处理过程中所制得的, 经减压后的净化了的氢气以和吸附过程中的气体逆流方向循环进行的。这个方法的特点在于解吸或再生分两个步骤进行。其中第二个步骤包括减压后的净化了的氢气流以和吸附过程中气流方向相反的方向循环, 而第一个步骤包括在隔离第二个吸附器后, 把第一个吸附器排空, 然后再排空第二个吸附器, 后者排空时排气通过第一个吸附器中填充着的吸附剂层。

这个方法特别有意义的, 显然在排放气体中含有难于解吸的一种组份的情况下, 吸附是在第一个吸附器中填充着的吸附剂层中进行的, 因为它能最大限度利用膨胀了的氢气再生这种吸附剂层的效能。此外, 并能减少在这种条件下供解吸所必需的净化了的氢气的量。

根据本发明实现的另一种形式, 在洗提以后和恒压吸附以前用在第一个吸附器中进入待净化的气体方法使压力升高, 而在第二个吸附器分成两步进行, 用净化了的氢气倒回到第二个吸附器中直至达到一个中间压力作为第一步, 第二步才是进入待净化的气体, 在上述的两个吸附器中操作压力未达到前, 上述的恒压吸附不开始。

本发明旨在提供进行这种方法的整套设备。

在下列说明和附图上出现的本发明的其它目的和优点确是无限的。

图1代表一套由三条吸附管线A、B和C组成吸附设备，每条管线包含两个吸附器在40巴压力下操作。

每条管线的第一个吸附器 A_1 、 A'_1 和 A''_1 ，容量为2.4米³，并以无水氧化铝 Al_2O_3 填充。各条管线的第二个吸附器 A_2 、 A'_2 和 A''_2 ，容量各为4.8米³，填充着两种吸附剂层块，一种是活性炭而另一种是分子筛（例如商品型号为AC₄的分子筛）。

一套合成氨设备中的排放气在约200巴压力下，按流量5,500 标米³/小时计（译者按，在200巴压力下的实际流量小于此数，这是一个折合标米³计的数）通过管道C，然后渗过这个设备。这气体在膨胀减压控制器PC₁上膨胀降压至有效压力36巴。在这个设备的出口上所收集的氢气，纯度为99.5%是在有效压力35巴下收集的，其流量为1660标米³氢气/小时。

每条吸附管线具有：进气阀 V_1 （阀孔径40毫米），联结阀 V_2 （阀孔径40毫米），排出阀 V_3 （阀孔径40

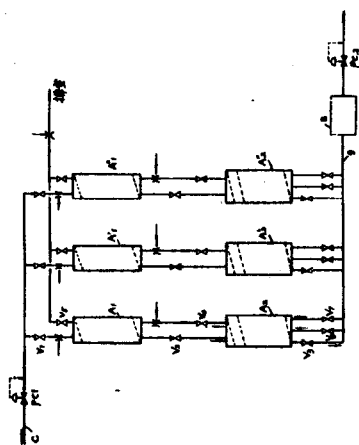


图1

毫米），联结阀 V_4 （阀孔径100毫米），排空阀 V_5 （阀孔径100毫米），回流阀 V_6 （阀孔径25毫米），洗提阀 V_7 （阀孔径16毫米）。

这些阀通过一个程序数字计算控制机（未在图中示出）自动控制。其循环程序如下：

某些阀（ V_1 、 V_2 、 V_4 和 V_5 ）配备有流量调节装置以保证在压力变动时流量的恒定。

在出口9的管道上有一个容量为11米³的缓冲气柜，这容量足以保证氢气的倒回。

一个膨胀减压调节计PC₂保证气体在35巴有效恒压力下输入高压压缩机的低压吸入端（未在图中示出）。

在每条吸附管线上一次循环的整个时间是15分钟。这个循环包括下列几个程序，这些程序遵循图2

和图3所示的曲线。图2和图3分别代表吸附器 A_1 和吸附器 A_2 的压力图。：

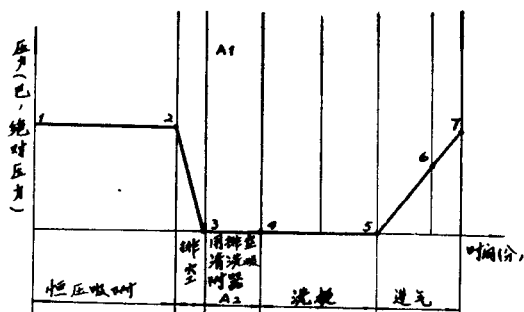


图2

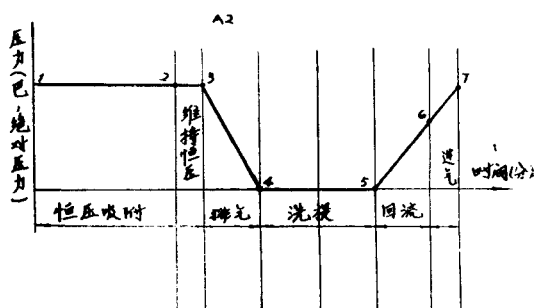


图3

——恒压吸附（图2和图3的1至2的曲线上）

管线A的阀 V_1 、 V_2 和 V_3 都畅开。不纯的氢气于38巴压力下通过阀 V_1 进入吸附器 A_2 净化了的氢气于38巴有效压力下通过吸附器 A_2 的阀 V_3 排出，操作延续时间为5分钟。

——排空（图2的2至3曲线上）

除了阀 V_5 畅开外，其余的阀都关闭。在吸附器 A_1 中的压力从38巴降至大气压，这过程的延续时间为1分钟。

——吸附器 A_2 的排空（图3和3至4的曲线）

仅阀 V_4 和 V_5 是开启的。吸附器 A_1 中的压力从38巴降至大气压。这过程的延续时间是两分钟。

——吸附器 A_1 和 A_2 在大气压下的洗提（图2和图3的4至5曲线上）

仅阀 V_7 、 V_4 和 V_5 是开启的。净化了的氢气在同时于恒压下的一条管线（来自缓冲器8）通过阀 V_7 进入吸附器 A_2 并且从吸附器 A_1 通过阀 V_5 带走杂质（译者按即吸附剂所吸附的气体）。这个过程延续时间为4分钟。

——回流到吸附器 A_2 中（图3的5至6曲线上）

用净化了的氢气通过阀 V_6 和 V_7 透入吸附器 A_2 中，使该器中的压力从大气压提高至25巴有效压力。仅阀

6 是开启的。这个过程的延续时间为 2 分钟。

——在吸附器 A_1 进混合气 (图 2 的 5 至 6 曲线上)

压力从大气压升高至 25 巴有效压力。仅阀 V_1 是开启的。这个过程的延续时间为 2 分钟。这个过程和上述的氢气回流到吸附器 A_2 中 (图 3 的 5 至 6 曲线上) 同时进行。

——混合气的进入 (图 2 和图 3 的 6 至 7 曲线上)

在这两个吸附器中由于进入混合气使压力从 25 巴有效压力升高至 38 巴有效压力。阀 V_1 和 V_2 是开启的。这个过程延续时间为 1 分钟。

循环按上述程序重复进行。

下列例子仅作为举例而本发明并不仅限于这些例子。以表格方式列后, 以便对不同的循环进行对比。

用图 1 的设备进行循环如下:

——在吸附器 A_2 上回流压力,

——在吸附器 A_1 进气直至 P 巴有效压力为止,

——继续在吸附器 A_1 和 A_2 上进气,

——吸附器 A_1 排空,

——吸附器 A_2 通过吸附器 A_1 排空,

——用氢气在一个大气压下洗提吸附器 A_2 和 A_1 ,

供回流增压用的氢气是从贮槽中出来的净化了的氢气。

应该指出, 本发明不是仅限于所举例子的实现例子上, 允许有无数的其它条件的变化。凡这些变化, 符合本发明精神实质的, 均属于为本发明所申请的专利权的范围内。还值得提出的依照本发明的方法, 其它气体也可加以净化处理, 而其应用不仅是所举的例从合成氨设备排放气的应用上为限。

经这种净化处理的氢气重复导入合成氨设备中供合成用。这一点是显然的。

以下为专利申请范围, 略。

附表

在吸附器 A_1 的吸附剂	用纯...气回流增压		操作压力 (巴)	在操作压力下的 氢气容量 V (立升)	产品洗提率 (%)	实现的循环 次数	产品氢气中的 杂质 (ppm 容积)	氢气的萃出率 (%)
	气体	增压至 P (巴压力)						
无 水 氧 化 铝	H_2	10	20	200	25	4	100	34.4
	H_2	15	20	230	16	4	100	52
	H_2	10	20	170	回收含 C_2 的部份排 放气	5	500	54
	等压周 期中回 收的	10	20	170		1	800	54
无 水 氧 化 铝	—	—	30	160	32	3	100	37
	H_2	10	30	220	16	4	100	41.5
	H_2	15	30	260	16	3	100	43.5
	H_2	20	30	290	16	5	氮 15 氧 36	48
	H_2	30	30	350	16	4	200	39
硅 胶	H_2	20	30	280	16	8	100	40

[重庆油漆厂 谢和声译]

利用交流换热器冷凝除去合成氨尾气的 富氮的氮氢混合气中残余氮

Wolfgang Forg, Wolfgang Schmid

(美国专利 No 3807185, 公布日期: 1974年4月30日)

发明的历史背景

本发明是关于生产富氮的氮氢混合物的低温装置。

西方国家需要的氮目前几乎全部都由美国的含氮天然气中提取供应。天然气冷却到足够的低温冷凝出甲烷, 剩余下来的分离出来的气体通常为含 70:30 的氮氢混合物, 称之为粗氮。因此, 除非需要调整天然气的热值而除去氮以外, 甲烷的低温液化和气体分离主要是为了取得氮。这是个相当昂贵的方法而只有当天然气中氮的浓度为千份之几时, 象美国的天然气情况那样, 才是合算的。至今, 从含低浓度氮的天然气中提取氮是不合算的。加之, 由于每年氮的消耗在未来会有增加, 而富氮天然气的来源会有所减少, 必须有一种其它方法廉价生产氮。

发明的简要说明

本发明的主要目的是提供一种新颖的廉价的装置从低氮天然气中生产氮。

进一步研究本说明书及专利申请范围, 就可以理解本发明的优点及其他目的。

为了达到这些目的, 本发明用来自氮合成装置的尾气作为原料, 该装置的合成气中含有用裂解含氮天然气制得的氢。将尾气的部份冷凝使其中所含的甲烷、氮及氮的大部份液化, 残留的氮以及痕量的氮和甲烷在交流换热器中冻凝, 进一步的部份冷凝从剩余的氮氢混合物中除去大部份的氮。

本发明的成效在存在着这样的事实, 存在于氮合成气中的惰性气体在氮合成中呈现出惰性行为并在合成循环中积聚起来。这也适用于在裂解过程中未反应的甲烷, 这些甲烷同氮氢混合物一起进入合成循环。所以为了防止这些惰性气体分压在反应器内过多

的增加, 必须从合成循环中连续地排放相应量的气。排放气中氮的浓度比在所用的天然气中增加十倍以上, 而其他惰性气体, 如氩, 亦同样地被富集。这些惰性气体来自天然气中的氮和来自用蒸汽转化法在天然气裂解过程中加入二次转化炉中的空气, 或者来自用部份氧化法在裂解过程中加入的氧气。

本发明的主要优点之一在于可能回收氮而无需冷凝天然气。其次, 由于在尾气中的氮浓度提高了, 对于分离氮所需的操作和能量减少了, 以致贫氮天然气中所含的氮不需弃掉了。再之, 本发明不仅可自氮合成装置尾气中提取氮, 并且也可回收尾气中所含的氮, 以及可回收再循环进入氮合成装置的高纯氮。因此, 富集含氮气体所用的低温是同样有效地用来回收氮和氢。作为本技术的一个特殊实例是, 在部份冷凝工序中形成的液氢可在汽提塔中进一步处理以回收富集气体氮产品。

尤其有利的是氢的部份冷凝分两段进行。在第一段中, 处于平衡状态的冷凝液和气在一个塔内分离, 在那里溶于液氢的氮同时被提出。在第二段中, 汽提塔的塔顶馏出物被部份冷凝, 获得液氢和富氮的氮氢混合物。从塔顶馏出物得到的液氢可有利地用作汽提塔的回流。

从第二段部份冷凝中获得的富氮氢混合物以待冷却的气流逆向加热, 随后同氧反应以水的形式除去氢。这样获得的粗氮随后除去(最好是使用低温吸附法)残留的高沸点杂质, 特别是氩。

按照本发明方法所用的设备包括: 一套含氮天然气裂解装置, 一套从裂解气制合成气 ($3\text{H}_2 + \text{N}_2$) 的装置, 以及一套氮合成装置, 这些装置串连在一起。从氮合成循环中引出尾气的支管, 经过至少一个逆流换热器, 例如管式或板式逆流换热器, 同分离部份冷凝时形成的液体的相分离器连接, 液体主要含有氮, 氮及甲烷。另一条导管从分离器头部引出, 经过膨胀阀连到在氮凝固点温度下操作的交流换热器, 并由此

经过一个或几个逆流换热器（特别是管式或板式逆流换热器）进入分离塔上部，那塔基本上是个汽提塔。从该塔的沉积液槽1用一导管引出极纯的液氢，并从分离塔的头部分出一导管引出富氮的氢氮混合气。

附图简解

氮合成装置合成循环尾气的低温分离的示意流程见附图。制取合成气的天然气含有氮400ppm。除去水和氮后的尾气具有下列组成（以克分子百分数计）：0.4%氮，51.5%氢，21.7%氮，8.0%氧，18.4%甲烷。

图1.表明系统的一部份，包括冷凝物的全面处理。

图2.表明系统的另一部份，在此全面地处理来自部份冷凝工序的气态馏份。

实例详细说明

按照图1，尾气在压力为45巴时经导管1进入装置，在换热器2及3中冷却到80°K，在这过程中，较高沸点组份（即甲烷、氧及氮）基本上从尾气中冷凝出来并在相分离器4中除去。剩余气体的组成是（以克分子计）：氮0.8%，氢93.0%，氧5.1%，氧0.8%，甲烷0.3%，并在装置中作进一步处理，其图解说明见图2，后面再作详细叙述。

图1中，自相分离器4出来的冷凝物膨胀后进入分离器5，目的是为了放出溶解的低沸点组份。然后加温并进入2巴压力下操作的精馏塔6，该塔的沉积液槽产物为甲烷作为残余气体同来自分离器5的低沸点组份一起离开装置。在塔6顶部获得的产物为气态的氮氮混合物，该混合物时一部份经过导管7放出。另一部份在精馏塔8中分离，在那里高纯液氮经导管9引出而气态氮从塔顶引出。

这些分离步骤所需要的冷量由氮循环提供。氮在压缩机10中压缩到压力为195巴后同它本身进行逆流换热而冷却。在膨胀机11内，将其一部份膨胀至7巴压力通过塔8的沉积液槽，在那里它供给再沸器热量，随后膨胀进入氮贮槽12。压缩氮的另一部份同它本身进一步逆流换热而冷却，在塔6中用沉积液的蒸发使其液化，在换热器内同它本身低温换热而冷却，然后同样膨胀进入贮槽12。来自贮槽12的部份液氮直接进入塔8以洗出其中上升蒸气中含有的氧，另一部份在冷凝器13的致冷部份被蒸发以得到塔6中的回流液，另一部份在换热器3和2中作为致冷剂使用。气体氮经过歧管14同它本身进行逆流加热后，于压力1.1巴进

入压缩机10的吸入部份。

现再参阅图2，离开分离器4的气体（温度为80°K）在换热器20中与待加热的氢换热而冷却，及在相分离器换热器21中在真空下用氮蒸发到温度为67°K。

（真空氮的进出管线没有示出。说得完全一些：氮以液态从氮贮槽12引出，排出的气体氮通过换热器20及2的加热切面进入真空泵。将在相分离器换热器21中收集的冷凝液输送到相分离器5的管线同样未列出）。气流现在除了氢之外，只含有2克分子%氮，0.8克分子%氧，以及少量的氧，在换热器20中再加热然后膨胀到压力为7巴。随后膨胀气通过至少一个循环连接的交流换热器R1、R2及R3（器内装填铅填充料）而冷却到30°K。在这过程中氮凝结在填料上，出口气体中氮含量达1ppm。

随后这基本上不含氮的气体通过热交换器22（在此，氢被部份冷凝）然后进入氮-氢分离塔23的顶部，含10克分子%氮的塔顶馏出物在换热器22中冷却到23°K，在这过程中氢被再一次液化，这样从分离器24中引出的气体含有60克分子%氮及40克分子%氢及少量的氧。必要时，这富氮气体在换热器25及26中加热而进入氮精制装置。在氮精制装置中，氢同氧在氧化铜催化剂上反应，生成的气体用低温吸附进行干燥和净化。

无氮的氢气产品从塔23的沉积液槽引出经膨胀在换热器22中以原料气蒸发，加热。该氢气产品用于交流换热器R2，即所谓第一清洗循环，使沉积在填料上的物质升华。所以氢的总量可达到的纯度接近98克分子%。清洗了交流换热器后，氢在换热器20中随后在换热器3及2中加热。

对于分离过程所需的致冷由高压氢循环产生。在这方面，循环氢用压缩机27压缩使压力从1.1巴增加到80—140巴，在换热器26中冷却。在可逆吸附器28中除去有害的微量组份，特别是氧。在下面的相分离器换热器21中在真空下用液氮蒸发将高压氢冷却到67°K，高压氢进一步在交流换热器的盘管中和在换热器25中冷却至在氮氢分离塔23的蒸发器29的入口温度。高压氢在蒸发器29中的冷却提供了在塔23中提氮所需的再沸器热量及冷凝氢气。冷却的冷凝氢气然后膨胀并通过热交换器22，在此将致冷量传给原料气流并同时被蒸发。在交流换热器R3中，氢在所谓的第二清洗循环中再次加热，在这阶段中，微量的氧被吸收进入氢气中。生成的氢气流在换热器26中被加热到环境温度进入循环压缩机27的进口侧，在那里为了另外的循环而再次压缩。

用本发明可从含氮400ppm的天然气中每年生产30万标米³的氮。天然气的消耗每小时为10万标米³，

这相当于日产氨2000吨装置的生产能力。增加天然气中氮的浓度，相应地可生产更多的氨，其原始投资与操作费用几乎是相等的。本发明尤其适用于含氮至少100ppm的天然气，含氮300ppm以上见好。在这种场合下，尾气的组成范围(以克分子百分数计)为： H_2 40—60， N_2 10—30，Ar 5—15， CH_4 15—25，He最低限度为0.1，0.3以上更好。

由上所述，熟悉这方面技术的人很容易看懂本发明的基本特点，并且在不超出它的精神与范围的情况下，能对本发明作种种修改，使其适合于各种用法和条件。

参考专利：

美国专利№2960836 1960.11.
 美国专利№3036439 1962.5.
 美国专利№3490245 1970.1.
 美国专利№2959926 1960.11.
 美国专利№3407614 1969.10.
 美国专利№3543528 1970.12.
 美国专利№3691779 1972.9.
 美国专利№2993342 1961.7.
 美国专利№1676223 1928.7.

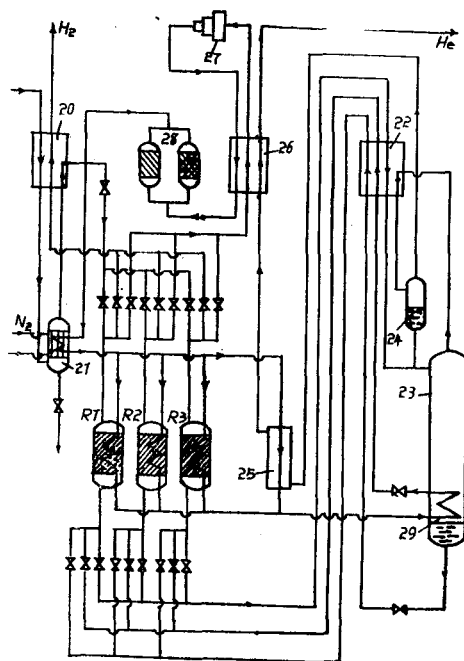
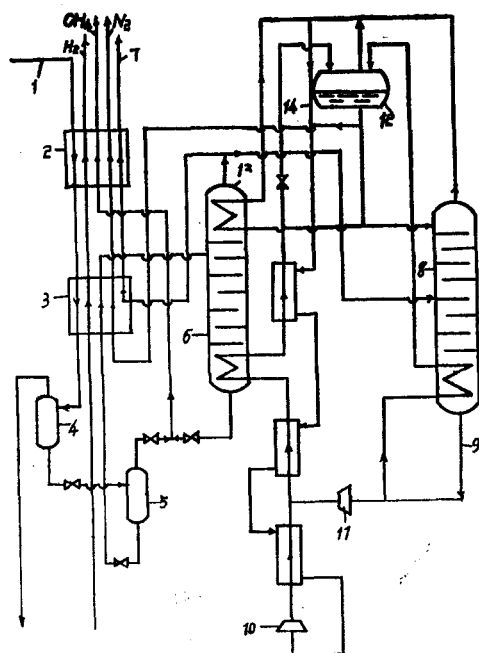


图1.

(上接第10页)

况下，可对本发明作各种变更或修改，使其适应不同用途和条件。

参考专利：

美国专利№2545778 1951.3.
 美国专利№3092461 1963.6.

美国专利№3543529 1970.12.
 美国专利№3021682 1962.2.
 美国专利№2993342 1961.7.
 美国专利№3148966 1964.9.
 美国专利№3355902 1967.12.
 美国专利№3626448 1971.12.

用甲烷洗涤除去富氮的氮氢混合气中的残余氮

Wolfgang Forg, Wolfgang Schmid

(美国专利No 3805537, 公布日期: 1974年4月23日)

本发明的历史背景

本发明的历史背景

本发明关于生产富氮的氮氢混合物的低温装置。

目前西方国家需要的氮几乎全部是由美国的含氮天然气中提取供应的。将天然气冷却到足够的低温以冷凝出甲烷, 而剩余的分离出来的气体一般是70:30的氮氢混合物, 即粗氮。如果脱除氮不是专门为调整天然气的热值所需要的话, 显然低温甲烷液化和气体分离主要是为了取得氮而进行的。因为这是个相当昂贵的方法, 只有当天然气中氮的浓度为千分之几时, 象美国的天然气那样, 才值得这样做。

因为从含低浓度氮的天然气中提取氮不是有利的, 所以工业上和家庭内大量使用这种天然气的结果是这种天然气内所含氮的损失是无法避免的。加之, 由于氮的年消耗量将来会有增加, 而富氮天然气的供应将减少, 因此很希望有一种能从低氮天然气中生产氮的经济方法。

发明的简要说明

本发明的主要目的是提供一种新颖的和廉价的装置从低氮天然气中生产氮。

进一步研究本说明书和所附的专利申请范围, 本发明的其他目的和优点就可以清楚了。

为了达到这些目的, 利用氮合成装置的含氮尾气作为原料, 部份冷凝尾气除去其中所含的甲烷液体馏份, 氮及大部份的氢; 用在部份冷凝过程中形成的液体馏份进行精馏后所得的液态甲烷洗出残余的气态氮; 在吸附器内用不含氮的洗涤气吸附被带出的甲烷; 所得的不含氮和甲烷的氮氢混合气进行部份冷凝以冷凝分离其中的大部份氢。

本发明的成就是由于这样的一个事实, 存在于氮合成气中的惰性气体在氮合成中呈现出一种惰性行为并且其浓度在合成循环中增高。在裂解过程中未反应的甲烷也是这样适用的, 它同氮氢混合气一起进入

氮合成循环。对实际应用来说, 由于必须防止反应器中这些不生成氮的气体分压过多的增加, 所以必须从合成循环中连续排放计算量的气体。排放气中氮的浓度比在所用的天然气中增加十倍以上, 其他的惰性气体也同样被富集。这些惰性气体不仅来自天然气而且来自用蒸汽转化法在天然气裂解过程中加入二次转化炉的空气, 或者来自用部份氧化法在裂解过程中加入的氧气。

本发明的一个主要优点是可以不需冷凝天然气而回收氮, 象以前的方法一样。其次, 由于提高了在尾气中氮的浓度, 对于分离氮所需的操作和能量减少了, 以致使低氮天然气中的氮量能经济地提取出来。再之, 本发明不仅提供了自氮合成装置尾气中提取氮, 而且提供了回收尾气中所含的氮, 以及回收进入氮合成装置再循环的高纯氢。因此, 用于富集尾气中氮的低温同样可用来回收氮和氢。

本工艺的一个特殊实例是, 在部份冷凝过程中所形成的液态氢可在汽提塔中进一步处理以回收富氮气体产品。

另一实例是, 氢的部份冷凝分两段进行是特别有利的。在第一段中, 处于平衡的冷凝液和气体在塔内分离, 在那里, 溶于液氢的氮同时被解吸出来。在第二段中, 部份冷凝从汽提塔出来的塔顶气, 获得液氢和富氮的氮氢混合气。甚至更有利的是用从塔顶气得到的液氢作为汽提塔的回流。

这是合适的, 从二次部份冷凝得到的富集的氮氢混合气被逆流的待冷却的气流加热, 随后同氧反应以水的形式除去氢。这样获得的粗氮随后除去残余的高沸点杂质(特别是氮), 最好使用低温吸附法。

实施本发明工艺的设备包括一套含氮天然气裂解装置, 一套从裂解气制取合成气的装置和一套氮的合成装置, 这些装置是串连的。由合成循环分出的尾气管将尾气输送通过一个或一个以上的逆流换热器, 装有一个相分离器以除去由于部份冷凝所形成的液体, 该液体主要为氮、氢和甲烷。相分离器的上部与甲烷洗涤塔的下部连接, 相分离器的沉积液用泵抽送到精馏塔。从精馏塔槽部, 液体甲烷经导管送到甲烷

洗涤塔的上部。装有从甲烷洗涤塔引出洗涤气的管道，这导管中连接有甲烷吸附器和至少一个逆流换热器，该管道的末端在氮氢分离塔的上部，在氮氢分离塔的槽部，有一导管引出高纯氢。在塔的上部用管道引出回收的富氮的氮氢混合气。

附图简介

氮合成装置合成循环的尾气低温分离的示意流程见附图，合成气来源于含氮400ppm的天然气。除去水和氮后的尾气，其克分子百分数组成如下：0.4% He, 51.5% H₂, 21.7% N₂, 8.0% Ar, 18.4% CH₄。

具体流程详细说明（见附图）

不含氮和水的原料气，冷却到85°K后在压力为45巴下在换热器1中部份冷凝，同时使冷却分离产品加热。这样形成的冷凝液在相分离器2内与原料气分开，并将相分离器2中处于平衡状态的气流送入甲烷洗涤塔3底部的沉积液槽液面上。从甲烷洗涤塔顶引出91°K左右的基本上无氮的气体，该气体含有氢、氮、少量的氩，以及1克分子%左右的甲烷。由于甲烷在附加的冷却过程中会以固体形式沉淀出来，所以可用通常的可互换的吸附器4自原料气中分出，使用的吸附剂可以是分子筛或硅胶。

不含甲烷的气体，在换热器5中以在1—2绝对大气压下蒸发的氮冷却到85°K左右。随后气体在换热器6及7中，同冷却分离的产物换热和同氮氢洗涤塔8引出的沉积液的蒸发进行换热而被进一步冷却到约33°K。生成的已冷却的部份冷凝气体膨胀到压力为9巴左右送入汽提塔8的顶部。塔顶产物从塔内引出在换热器9中冷却至25°K左右，在此也部份冷凝，在相分离器10中进行分离。生成的冷凝液如膨胀冷却气一样作为回流液引入塔8中。从相分离器10引出的组成为50%氮和50%氢的气体在逆流换热器6及1中加温后送进氮精制装置。由汽提塔8的沉积液槽中抽出的纯氢经膨胀后在换热器9中被塔顶产物蒸发，随后在换热器6及1中加温。由于大部份纯氢产物需用来再生吸附器4，因此，大部份氢的最终纯度约为99克分子%。

来自相分离器2的冷凝物，主要是氮、氩及甲烷，膨胀后进入甲烷分馏塔11。塔底沉积液（纯度较高的甲烷）用泵12送经冷却器（图上未示出）进入甲烷洗涤塔3的顶部。

甲烷分馏塔11的塔顶产物（氮和氢的混合物）在氮氢分馏塔13内分馏。从塔13的沉积液槽中抽出高纯液氮而在塔顶引出气态氮，该氮的一部份在换热器1

中加温后作为可用的产品。

从塔13抽出的另一部份氮在逆流换热器18、16和15中以冷冻循环加温随后以高压氮气压缩机14压缩使压力由1.1巴增加到195巴。随后高压氮在逆流换热器15中冷却，其中一部份用往复式膨胀机20膨胀到7巴压力。生成的冷却氮的温度仍高，可用作塔13重沸器的热源。因此，该氮进入塔13沉积液槽中的蒸发管。生成的冷凝氮于换热器18中低温冷却后膨胀进入液氮收集罐19。

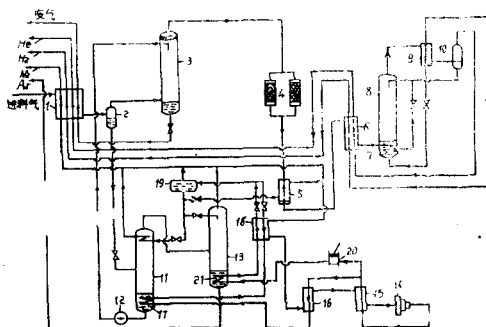
离开换热器15的另一部份高压氮在换热器16中进一步冷却，但是它仍然很热，可用作甲烷分馏塔11的蒸发器17的加热流体。在塔11中冷凝后，液氮在逆流换热器18中低温冷却后膨胀进入液氮收集罐19。从液氮收集罐19来的液氮作为回流进入氮氢分离塔13。液氮也可用作甲烷分馏塔11的冷凝器和原料气冷却器5的冷冻剂。或者其他需用冷冻剂较少的地方。

本发明可用含氮浓度仅为400ppm，进料速率为10万标米³/小时的天然气（相当于日产2000吨合成氮装置的生产能力），年产氮30万标米³。提高天然气中氮的浓度，相应地可使氮的生产量大为增加，其原始投资和操作费用几乎是一样的。

当所用的天然气，其最低氮浓度为100ppm（最好不少于300ppm）时，本发明是特别有效的。这种天然气的尾气具有下列组成范围（以克分子百分数计）：H₂40~60，N₂10~30，Ar5~15，CH₄15~25，He最低限度为0.1，不少于0.3更好。

本专利与同时提出申请利用交流换热器的专利相比较，在本装置内不需要高压氢循环压缩，真空氮气压缩，以及与此有关的传热表面。此外，交流换热器工段的转换阀较本发明中吸附器工段4的转换阀要复杂得多。

前面所述，一个熟悉本专业的人很容易地确定本发明的主要特点，并且在不离开它的精神及范围的情



附图

（下接第8页）

液甲烷洗涤法自气体混合气回收氢或氮

Rodney John Allam 等

(美国专利No 3, 813, 889, 公布日期: 1974年6月4日)

本发明涉及气体的分离, 特别是含氢和一氧化碳的气体混合物的分离。

含有氢, 还至少含有氮和(或)一氧化碳的气体混合物进入筛板塔的底部, 或者其它的液汽接触设备, 液态甲烷进入该塔的顶部, 这样的工艺过程是熟知的。氮和(或)一氧化碳绝大部分被液态甲烷吸收, 从塔顶得到产品纯氢。如果原料气氢含量低于90%克分子, 那么在氮和(或)一氧化碳从气相转为液相的同时, 放出大量的热, 这种热在此称为吸收热。在先前的技术中, 为吸收这种吸收热需要相当大的液态甲烷流量, 使过程的动力需要量较高。离开甲烷洗涤塔的氢气在第二塔中通过与液态丙烷逆向接触, 吸收存在于其中的少量甲烷, 这样的工艺过程也是熟知的。

本发明的目的是实现一个提供产品纯氢或纯氮以及动力消耗经济的工艺。

本发明进一步的目的是提供产品纯一氧化碳或纯氮。

根据本发明, 提供了这样的工艺过程: 至少含有氢和氮的一种以及氮和一氧化碳的一种的气体混合物, 在5—55大气压的压力下, 冷却到近其露点, 进入洗涤塔的底部, 液态甲烷进入该塔的顶部, 洗涤塔设有使冷却液与上述气体混合物以及液态甲烷间接接触的装置。基本上除去了氮和一氧化碳的氢和(或)氮所组成的气流是从洗涤塔顶部获得, 而含有甲烷、还至少含有氮和一氧化碳的一种的液流从洗涤塔底部获得。

从洗涤塔底部获得的液体, 含有甲烷、氮和(或)一氧化碳以及少量溶解氢, 可以经一级或多级降压, 富氢闪出气作为废气除去, 需要时可以再循环入原料气中。然后液体可以蒸馏得到一股纯液态甲烷和一股基本上不带有甲烷和氢的一氧化碳和(或)氮。此液态甲烷被泵到足够使它能进入洗涤塔顶部的压力。

本工艺需要补充甲烷, 以补偿在气态产品中的损失。这可以是原料气中的甲烷或者是某些外部来源的甲烷。

本发明更进一步提供洗涤塔设备, 其底部接收在5—55大气压的压力下的至少含有氢和氮的一种以及氮和一氧化碳的一种的气体混合物, 而在其塔顶接收

液态甲烷。这个塔带有冷却气液和液流的装置, 其中包括有一个或更多的汽液接触器以及许多冷却盘管。

现根据附图、举例描述为实施本发明所提供的工艺过程的设备, 附图中:

图1系洗涤塔的图解式纵剖图,

图2以平面图形式示出单层的塔板,

图3以纵剖图形式示出二块相邻的塔板,

图4系结合该洗涤塔的整体装置的流程,

图5A、5B构成另一个以供选择的装置的流程。

优先选用的洗涤塔的设计在图1、2、3中示出。它是逆向流动的汽液接触设备, 具有供汽液混合物和沸腾的冷却液之间换热的设置。该设备可以看作是两部份。

洗涤塔1的顶上部份有许多装着溢流管3、溢流内堰4和溢流外堰5的水平孔板2。顺着洗涤塔向下流的液体, 如通常的蒸馏塔那样横过塔板、从一侧流向另一侧。此外在塔板钻有孔的区域上面相继安置着若干各自绕成平面螺旋形的盘管6。盘管的数目是这样的, 以致管子表面始终浸没在筛板孔上方的两相混合物中。盘管之间的间距以及最下层盘管与塔板之间的间距对于液体流过塔板是足够的。而在一个盘管之内的管间距离对于蒸汽垂直向上穿过盘管也是足够的。为了防止蒸汽不通过盘管而旁路, 塔板上的孔被限制在垂直于盘管之下的范围内, 以盘管的内、外圈为界限。为了防止液体不通过盘管而旁路, 在溢流内堰4和溢流外堰5之间的塔的边缘安置了向内导向的挡板7。钻有孔的区域和溢流管以及溢流堰的其它布置是可能的, 由钻孔区域的形状而定, 可能需要一种与椭圆形状不同的平面盘管。每一根盘管的进出口都穿过塔的筒壁, 连接到垂直的进口总管8, 和垂直的出口总管9上。冷却液从容器10通过管8流下, 带有少许剩余液体的蒸汽通过管9返回到容器10。对沿管9返回的流体而言, 容器10相当于一个汽液分离器。冷却液从总管8通过阀门11到塔板上的盘管, 每一个阀门各自控制一组塔板上的盘管, 这些阀门被用来调节到各塔板组的冷却液流量, 以使整个塔保持恰当的温度分布, 得到最佳的气液传质。

洗涤塔底下部份由若干个并流接触器12组成, 在

接触器中具有与冷却液换热的装置。在本例中它们是根据众所周知的铝制板翅式模型原理构成的。冷却液通过管8经由阀门13进入接触器, 阀门13可以调节冷却液流量, 使整个塔保持恰当的温度分布。冷却液的蒸汽与少许剩余液体一起沿管14离开接触器, 合并到共同的返回总管9里。对于每一个接触器来说, 来自上一级的流体沿管15流入, 而来自下一级的蒸汽沿管16流入。到塔的原料气经由管17进入最底下的一个接触器。进入了接触器的蒸汽和液体在接触器内一起均匀地混合、向上流过与冷却液通道相邻的一组通道。通道长度和流体速度是这样的, 必须确保液体蒸汽混合物基本上达到了平衡和必须确保当气液流离开接触器时完成了所要求的传热量。离开各接触器的液汽混合物沿管18进入汽液分离器19。这些分离器被排列为一个直立塔、它是洗涤塔上面部份外壳的延伸, 接触器12就在这些分离器的外边。当塔内每一平衡级要求的传热量超过靠一、二块利用平面盘管的筛板所能完成的传热量时, 应用单独的汽液接触换热器12是必要的。接触器和分离器或者洗涤塔内筛板的相对位置决定于被分离混合物的特性。

液态甲烷沿管20进入塔顶。气态产品沿管21离开塔顶, 而底部液态产物沿管22离开塔。

现在来描述结合这种洗涤塔的两个装置, 图4为第一个装置的流程。

参看图4, 除去了二氧化碳、水份的原料气(组成见表1)在压力161磅/时²(绝压, 下同), 温度48°F下, 沿管24进入多通道板翅式换热器23, 冷却到-270°F。它沿着管17从换热器流到洗涤塔。含有99%甲烷的洗涤液在-292°F下沿管20进塔。原料气中的一氧化碳和氮, 绝大部分被该洗涤液吸收, 得到的产品氢(组成见表1)通过管21离开塔顶, 又通过多通道换热器23在154磅/时²和58°F下沿管25离开装置。洗涤塔内吸收热由沸腾的一氧化碳除去, 一氧化碳是沿管8流到塔的, 又作为汽液混合物沿管9返回到容器10。沿管22离开洗涤塔底部的液体被闪蒸到70磅/时²送入分离器26。分离器装有加热盘管27, 液态甲烷被循环通过加热盘管以汽化少量液体, 降低溶解在液体中的氢量。沿管56离开分离器26的蒸汽通过多通道换热器23作为废气沿管28离开装置。液体通过管29离开分离器26, 降压到40磅/时²进入换热器30, 在那儿将液体加热到-272°F, 液体部份汽化, 然后进入蒸馏塔31。

该塔将流体分离成为一股纯一氧化碳和一股液态甲烷, 纯一氧化碳(组成见表1)通过管32离开塔顶, 而液态甲烷通过管33离开塔底, 用泵34增压到165磅/时²经加热盘管27, 在换热器30加热到-292°F

表1

组 流 名 称	原料气	产品氢	产品一氧 化 碳
	克 分 子	分 子	分 子
氢	0.5852	0.9605	0.0049
氮	0.0415	0.0109	0.0891
一 氧 化 碳	0.3543	0.0051	0.9058
甲 烷	0.0190	0.0235	0.0002

之后通过管线20进入洗涤塔。少量液态甲烷沿管35而过, 降压到70磅/时²于多通道换热器23中加热到58°F, 然后通过管28当作废气离开装置。

装置致冷与洗涤塔致冷结合在一起, 以及塔31的回流和再沸是由一氧化碳循环提供。经过线路32离开塔的和经过线路36离开容器10的低压一氧化碳, 通过多通道换热器23加热到58°F之后进入压缩和37的第一级。一氧化碳在压缩机第一级内从36磅/时²压缩到131磅/时²。产品一氧化碳沿管38离开装置, 同时气态一氧化碳沿管39进多通道换热器。剩余的一氧化碳进入压缩机37的第二级, 压缩到394磅/时²沿管40进入多通道换热器23。高压气态一氧化碳在-195°F下通过管线41离开多通道换热器23并进入透平膨胀机42, 在那儿它被膨胀到129磅/时²、温度-255°F, 通过管43离开透平膨胀机。剩余的高压一氧化碳在-216°F下沿管44离开多通道换热器并在再沸冷凝器45中冷凝, 提供热负荷来沸腾液态甲烷, 该液态甲烷是经过管46取自塔31底部的并又作为蒸汽经过管47返回塔31底部。沿管48离开再沸冷凝器45的液态一氧化碳在-232°F下进入多通道换热器23, 冷却到-270°F通过管49离去。流体49的一部份膨胀到41磅/时², 通过管50引入塔31顶部作为回流, 剩余的高压液态一氧化碳在阀51中被泄降到42磅/时², 通过换热器30的冷端, 在那里冷却液态甲烷洗涤液, 然后经管52进入液态一氧化碳容器10。沿管39进入多通道换热器23热端的、压力131磅/时²的气态一氧化碳被冷却到-270°F、通过管53离开冷端并入透平膨胀机排出的气流43。合并的气流经管54到换热器30冷凝。通过管55离开换热器30、128磅/时²下的液态一氧化碳被降压到41磅/时²进入液态一氧化碳容器10。

在该装置的设计方面有若干可能的变化。废气56和废甲烷35可以通过多通道换热器23中各自的通道取得, 然后废气流从65磅/时²压缩到161磅/时²之后可以循环到原料气流24中。这样将使得回收的一氧化碳增加。经过线路29离开分离器26的液体, 降压到42

磅/时²之后可以进入分离器，除去富氢废气。这样将使产品一氧化碳的氢浓度从 0.0049 克分子分数降到 0.0005 克分子分数。膨胀机的气流可取自 131 磅/时² 中间压力的一氧化碳，膨胀机排出气可在 41 磅/时² 下排入低压一氧化碳流。

描述的第二个装置是为生产总杂质含量小于 10ppm 的氢而设计的（参看图 5 A、5 B）。

已除去了二氧化碳和水份的原料气（组成见表 2）与经管 57 来自压缩机 58 的循环气流相混合，混合物在

表 2

组 份 气 流 名 称	原 料 气	离 开 区 域 1 的 氢 气	离 开 区 域 59 的 氢 气	离 开 容 器 60 的 氢 气	离 开 容 器 63 的 产 品 氢	产 品 一 氧 化 碳
	克 分 子 分 数					
氢	0.715	0.9556	0.981915	0.998105	0.999990	0.00524
氮	0.004	0.0062	0.00089	0.00089	0.000005	0.01320
一 氧 化 碳	0.245	0.0105	0.000005	0.000005	0.000002	0.98138
甲 烷	0.036	0.0277	0.01719	0.00100	0.000003	0.00018

一氧化碳的纯甲烷组成，它在 -292°F 下沿管 20 进塔。洗涤液在洗涤塔的区域 59 中除去原料气中最终的微量一氧化碳，在区域 1 和区域 19 中吸收原料气中氮和一氧化碳的大部份。氢气通过管 21 离开塔顶，进入装有类似筛板那样汽液接触设置的吸收塔 60。液态丙烷在温度 -293°F 下沿管 61 进塔，洗涤氢气。离开丙烷洗涤塔管线 62 的氢气组成在表 2 中列出。然后它通过一对碳吸附器 63 中的一个吸附床，除去剩余的氮和甲烷。吸附器每隔一定时间切换，并借助于干燥解吸气加热到 250°F，干燥解吸气是沿管 64 进入又沿管离开吸附器的。产品氢（组成见表 2）沿管 66 离开吸附器，通过多通道板翅式换热器 23，在 154 磅/时²、58°F 下沿管 25 离开装置。含有甲烷的丙烷沿管 67 离开丙烷洗涤塔底部，然后降压到 100 磅/时² 并在引入丙烷汽提罐 69 之前于换热器 69 中加热到 -178°F。丙烷以单级汽液接触形式用氢气汽提甲烷，这氢气取自流体 25，降压到 100 磅/时² 沿管 70 直接进入罐 69。氢气汽提气和丙烷使用大致相等的克分子流量，而氢气汽提气约为流体 21 流量的 5% 克分子。汽提罐 69 内温度是 -140°F。纯丙烷沿管 71 离开罐 69 底部与为补偿系统丙烷损失而从管 72 补充的少量丙烷混合。丙烷在换热器 68 中冷却到 -286°F，又在泵 73 中增压到 160 磅/时²。液态丙烷沿管 75 从泵流到换热器 74。在换热器 74 中它被一氧化碳冷却到 -292°F，该一氧化碳是沿管 76 进入换热器 74 又沿管 77 即回液态一氧化碳容器 10。

压力 161 磅/时²、温度 50°F 下沿管 24 进入多通道板翅式换热器 23。它被冷却到 -270°F，沿管 17 从多通道板翅式换热器流到洗涤塔。洗涤塔分成三部份。底下两部份 1 和 19 由沸腾的一氧化碳冷却液来冷却，这已在图 1、2、3 中示出了，并已在前面描述过。液态一氧化碳沿管 8 流到塔又作为汽液混合物沿管 9 返回到容器 10。

第三区域 59 由无冷却设置的蒸馏塔板组成。离开区域 1 和区域 59 的气体组成列于表 2。洗涤液由含 5ppm

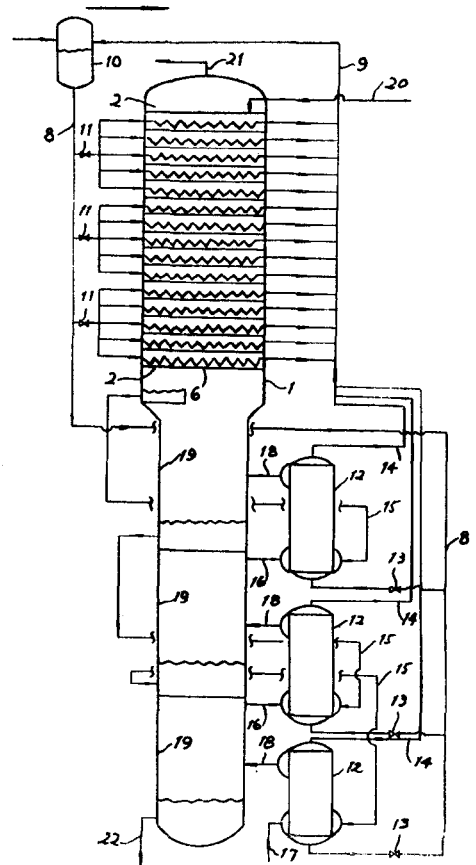


图 1