

超纯氨净化装置的研究与实践

许少鹏

(福建久策气体集团有限公司)

摘要：光电子级超纯氨纯度高达 99.99999% (7N)，总杂质含量要求低于 100ppb (十亿分之一)。本研究采用精馏法直接将纯度为 99.8% 的工业氨净化获得满足光电子级要求的超纯氨，工艺流程简单，操作控制稳定，产品质量优良，生产成本低廉，达到了预期目标。

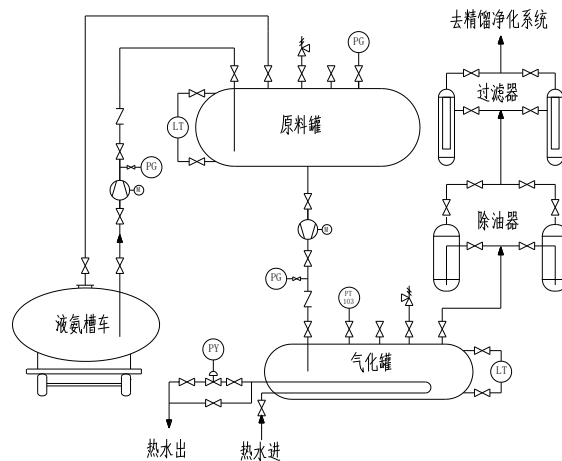
关键词：超纯氨，净化装置，研究。

福建久策气体集团有限公司建立在福州市生物医药和机电产业园的 2000 吨/年超纯氨净化装置于 2015 年 5 月 6 日通过试生产安全评审并投入试生产，经历了管道吹除、定压查漏、设备调试、联动试车、投料试车五个步骤。通过对该套装置的不断研究和改进，最终获得纯度高达 99.99999% (7N) 的超纯氨。

超纯氨净化装置由原料预处理系统、精馏净化系统、废氨回收系统、产品储存与充装系统、DCS 控制系统、冷热水供应系统、在线分析系统等组成，以下分别作一简要介绍。

1 原料预处理系统

原料预处理系统工艺流程如(图一)所示。原料氨由液氨槽车经液氨泵充入原料罐储存，再由液氨泵充入气化罐。在气化罐中，由热水加热器将液氨加热到一定温度，液氨气化为相应的饱和蒸汽压。氨气经除油器、过滤器送至下一步精馏净化系统。



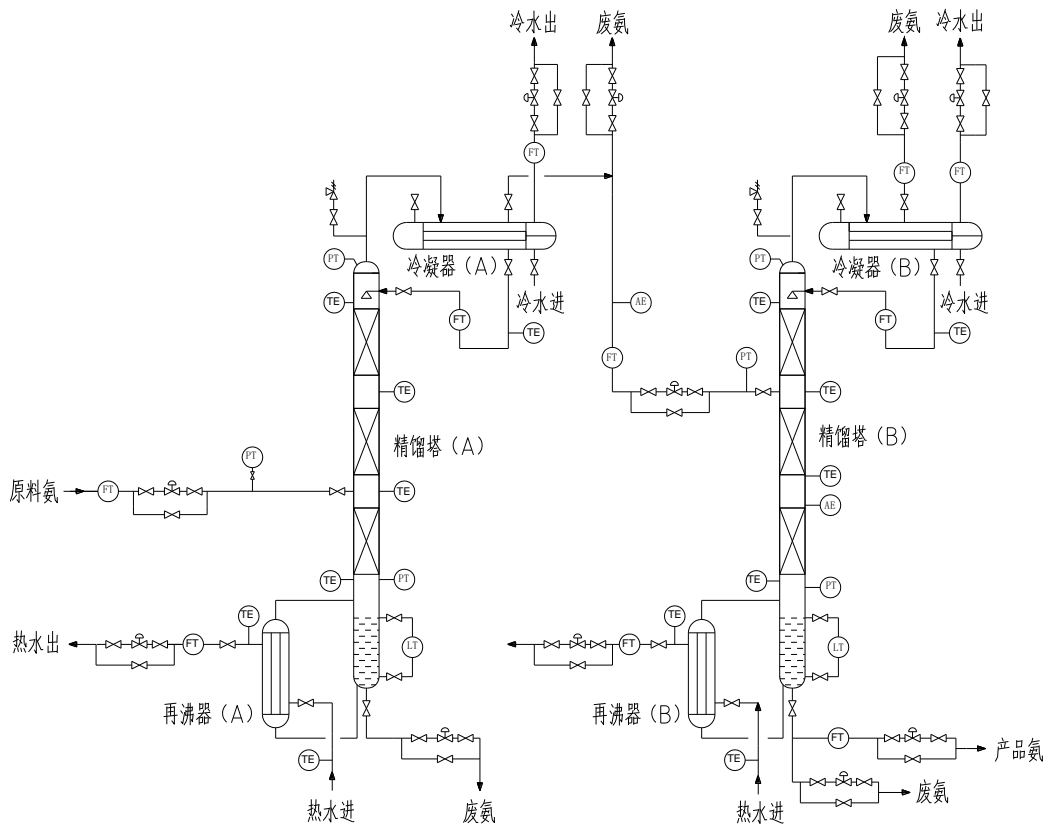
(图一) 原料预处理系统工艺流程图

2 精馏净化系统

精馏净化系统工艺流程如（图二）所示。精馏净化系统由第一精馏塔（A）和第二精馏塔（B）及各自冷凝器和再沸器组成，第一精馏塔（A）主要进行重组分（如水分）与氨的分离，第一精馏塔（B）主要进行轻组分（如氢、氮、氩、氧、一氧化碳、二氧化碳及碳氢化合物）与氨的分离。

来自原料预处理系统的氨气先进入精馏塔（A）中部，与塔顶冷凝器液化的回流液氨在填料层进行热质交换，进塔的部分氨气被液化回流至塔釜，在塔底再沸器的作用下，部分液氨气化自下而上作为上升蒸汽参与精馏，而重组分水未被气化存留在塔釜，间断排出塔外。通过精馏塔（A）的精馏净化，从塔顶可获得含水小于 10ppb 的氨气。

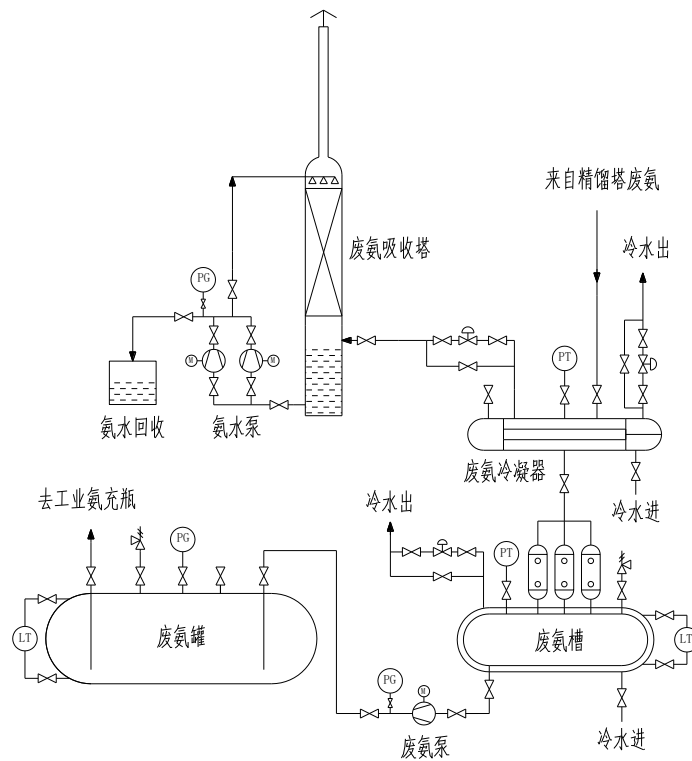
除掉水分的氨气自精馏塔（A）顶部冷凝器进入精馏塔（B），进行氨与轻组分的分离，在塔顶冷凝器和塔底再沸器的作用下，回流液与上升蒸汽在塔内的填料层不断进行热质交换，轻组分随少量氨气从塔顶冷凝器排出，在塔釜可获得纯度为 7N 的液氨。



（图二）精馏塔净化系统工艺流程图

3 废氨回收系统

废氨回收系统工艺流程如（图三）所示。在精馏塔（A）和精馏塔（B）冷凝器设有废氨排放自控阀，精馏塔（A）顶部氨中水分超标时，自控阀自动对废氨进行排放，精馏塔（B）冷凝器含轻组分的废氨必须连续进行排放。来自精馏塔的废氨经废氨冷凝器部分液化进入废氨槽，由废氨泵打入废氨罐回收。含轻组分未被液化的废氨气则进入废氨吸收塔，与水混合生成氨水外销，未能混合的轻组分及少量氨气通过高 25 米的排放口放空。

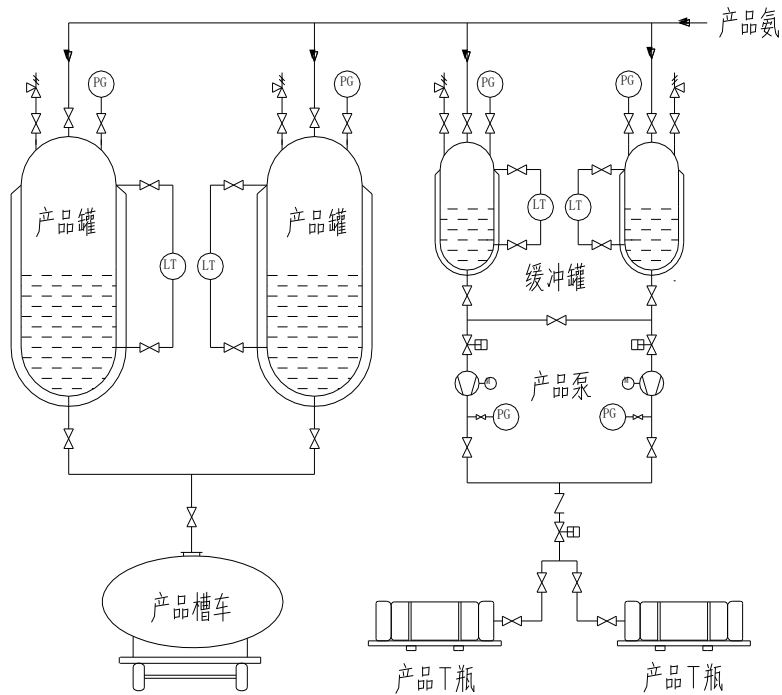


（图三）废氨回收系统工艺流程图

4 产品储存与充装系统

产品储存与充装系统工艺流程如（图四）所示。来自精馏塔（B）塔釜的产品氨可分别进入产品罐和缓冲罐。产品罐用于大量产品液氨的储存，同时满足产品槽车的充装。产品罐分内筒和外筒，夹层内通冷水或热水，储存时夹层通冷水，利于产品储存。如充装产品槽车需增压时，产品罐通热水增压。缓冲罐用于产品 T 瓶的充装，产品氨从缓冲罐经产品泵增压，液氨通过保温管道充入产品 T 瓶。

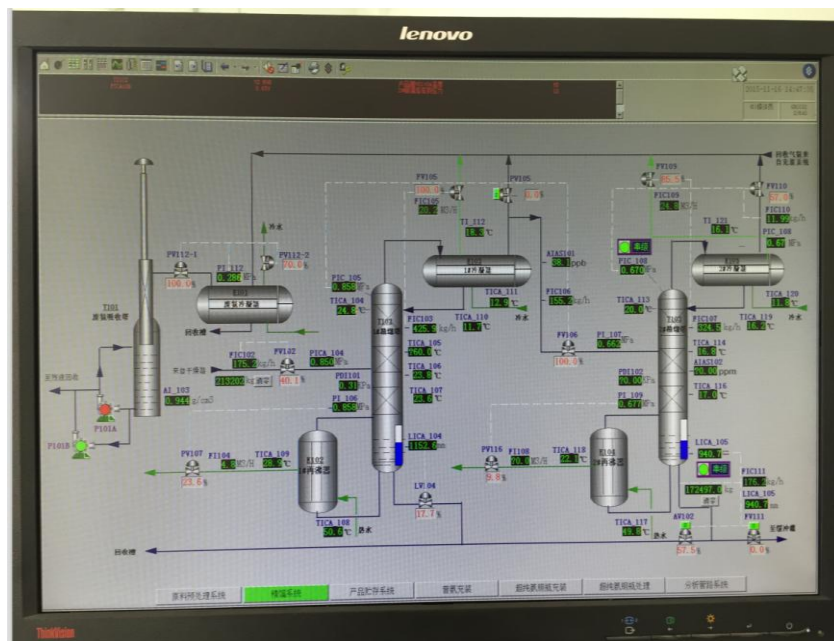
产品槽车和产品 T 瓶充装均设置地磅和电子称，按液氨充装系数进行充装，当充装量达到充装值，系统自动停止充装。



(图四) 产品储存与充装系统工艺流程图

5 DCS 控制系统

本套超纯氮净化装置采用浙江中控 DCS 控制系统，配置冗余控制站、操作员站及工程师站，根据净化流程进行人机界面设计及组态。DCS 控制重点是精馏净化系统，如（图五）所示。

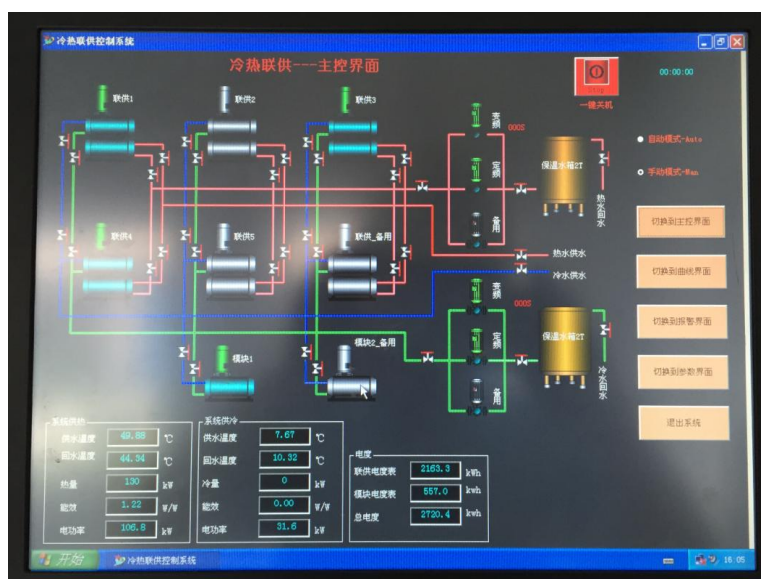


(图五) DCS 控制精馏系统工艺流程图

为了在第一级精馏塔顶获得水分小于 10ppb 的氨气，在第二级精馏塔釜获得 H₂、N₂、O₂、CH₄、CO、CO₂ 等杂质分别小于 10ppb 的液氨，必须通过 DCS 控制界面对各部参数进行调节，使精馏塔流量、压力、温度、液位控制在一定范围，确保各部精馏工况稳定。

6 冷热水供应系统

本净化装置在原料处理、精馏净化、产品储存都要用到大量的冷水和热水，占整个能量消耗的 90% 以上。为节省能耗，降低成本，本装置采用 PHNIX 热泵机组，其中冷热联供机组 5 台（3 用 2 备），制冷模块机组 2 台（1 用 1 备），能同时产生 65℃~85℃ 的高温热水和 5℃~25℃ 的冷冻水。冷热水供应系统工艺流程如（图六）所示。冷热联供机组可同时生产冷水和热水，因所配套的 5 台机组生产的热水够用，冷水不能满足需要，所有另配置 2 台只生产冷水的制冷模块机组。从机组产出的冷、热水分别送至使用点后再进入冷、热水箱，经冷、热水泵增压循环使用。



（图六）冷热水供应系统工艺流程图

（图六）为最低产量情况下 3 台冷热联供机组和 1 台制冷模块机组运行状况，3 台冷热联供机组电功率为 106.8kw，1 台制冷模块机组电功率为 31.6kw，系统总能耗为：

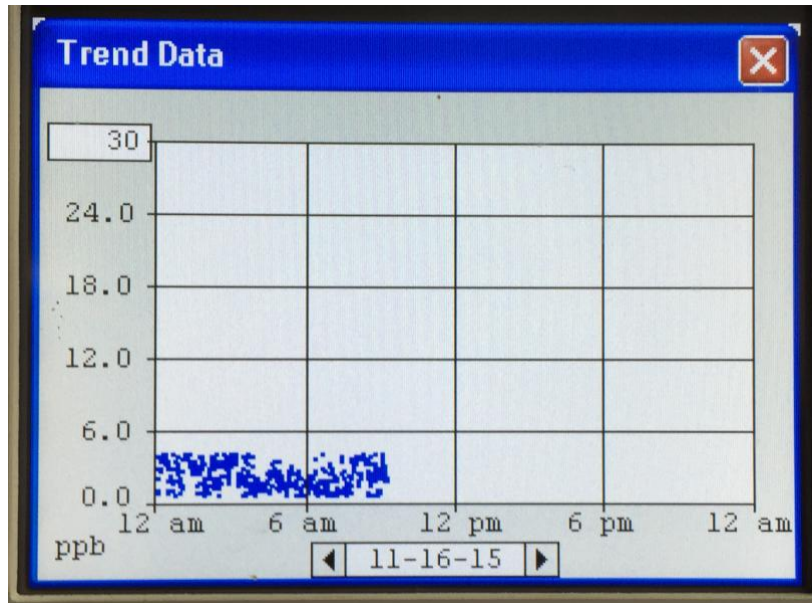
$$(106.8\text{kw} + 31.6\text{kw}) \div 0.9 = 153.8\text{kw}$$

按最低产量 150kg/h 计算，每 kg 超纯氨的能耗为：

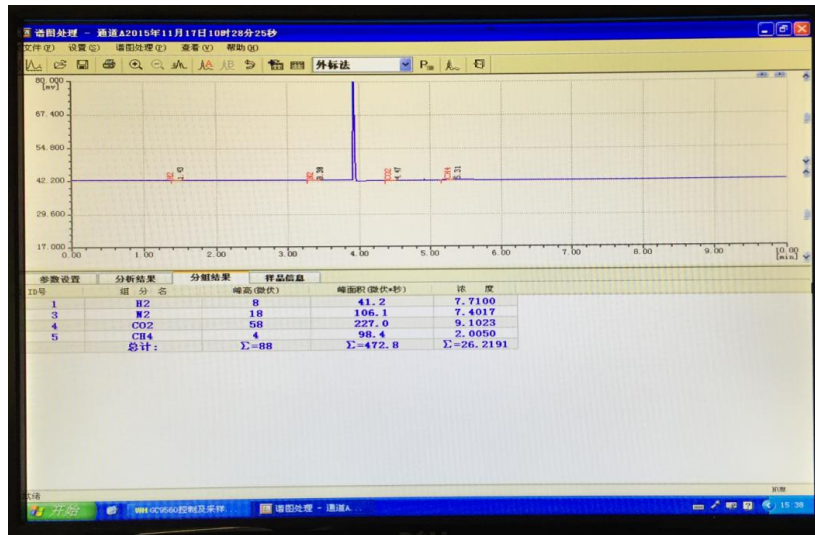
$$153.8\text{kw} \div 150\text{kg/h} = 1.025\text{kwh/kg}$$

7 在线分析系统

在线分析系统主要为第一级精馏塔（A）塔顶水分和第二级精馏塔（B）塔釜氨组分监控分析。分析仪选择美国 TigerOptics 公司 HALO-LP 微量水分析仪和上海华爱色谱分析技术有限公司 GC-9560-HG 氨离子化气相色谱仪。以下（图七）和（图八）分别为现场监控分析结果。



（图七）氨中水分含量在线分析



（图八）氨中氨组分含量在线分析

从（图七）氨中水分含量在线分析结果可以看出，第一级精馏塔（A）塔顶水分含量稳定在 6ppb 以下，说明第一级精馏塔清除水分的效果非常好。（图八）

为第二级精馏塔（B）塔釜氨组分监控分析结果，具体见下表：

氨中轻组分	H ₂	N ₂	Ar+O ₂	CO	CO ₂	CH ₄
含量（ppb）	7.7	7.4	未检出	未检出	9.1	2.0

从上表可看出，轻组分总含量远小于 100ppb，说明超纯氨的纯度达到 7N 以上，达到了本套净化装置的预期目标。

8 结论

（1）本套超纯氨净化装置严格按国家安全规范经历了管道吹除、定压查漏、设备调试、联动试车、投料试车五个步骤，通过了安全、消防、环保部门的审查，确保了安全生产。

（2）两级精馏净化效果十分显著，获得了满足光电子级要求及纯度高达 99.99999%（7N）的超纯氨。

（3）采用 DCS 控制系统，便于操作与控制，关键部位实行在线监控和应急处理，使生产工况和产品质量非常稳定。

（4）冷热水供应系统采用冷热联供热泵机组，综合能效比达 5.3 倍，大大降低了电能消耗。

（5）有待配备重金属和非甲烷总烃分析仪器，以便对其进行监控。