

* 成果与应用 *

从技术创新到工业化生产

——氮氢膜分离器研制、开发和工业性试验

于衍卿 葛树杰 邓麦村

(大连化学物理研究所)

国家重点工业性试验项目“氮氢分离膜工业性试验”，于 1992 年 11 月通过了国家有关部门的鉴定验收，它标志着我国气体膜分离技术已基本完成从实验室走向工业化的过程。

膜技术发展始于分离膜与膜分离过程的出现。膜分离过程具有效率高、能耗低、不受热破坏等特点，非常适用于现代工业发展对节能、低品位原料回收利用和环境保护等需要。因此，膜分离技术的发展，促进了学科间的交叉渗透，使得膜技术发展为以分离膜和化学工程为核心的多学科综合技术，并成为对社会经济发展产生着长远持久的战略性影响的一门高新技术。

我国从 80 年代初开始进行氮氢膜分离器的研制，历时近 10 年，完成了实验室研制、中间放大试验、工业现场应用以及工业性试生产等阶段的工作，走出了一条独立自主的研制、开发及批量生产膜分离器的道路。

一、以工业应用为导向，确定研究目标

70 年代末，国际上气体分离膜技术取得重大突破。1979 年美国孟山都 (Monsanto) 公司首先推出中空纤维膜氮氢分离器并投放市场，主要用于从合成氨及石油炼厂驰放气中回收氢、 C_1 化学工业中 CO/H_2 调比、空气膜法富氮等。至 1986 年 9 月，该公司推出的 122 套普里森 (Prism) 装置在 21 国家和地区投入运行；同时许多其它公司也都开始进行气体膜分离装置的研制与开发，如美国的 Dow 化学公司、杜邦公司，日本的宇部兴产公司等。

自 1983 年，我国先后引进了近 20 套为大、中化肥厂配套的 Prism 装置，耗外汇近千万美元，而在制造气体膜分离器关键技术上，我国尚属空白。鉴于膜分离技术的许多优点和对国民经济的重要作用，中国科学院将氮氢膜分离器的研制列为“六五”科技攻关项目，由大连化学物理研究所 (简称大化所) 在原有合成膜及膜分离技术上的科研积累之基础上，研制出可供工业应用的氮氢膜分离器，性能与当时 Prism 装置相当。

为确保攻关任务完成，大化所于 1983 年 3 月调集了所内科研、工程技术人员成立了联合攻关组，制定了攻关计划、研制方案和进度，提出了研制示范样器、中空纤维膜的仿制、复合膜制备、封头浇铸、分离器的总装以及测试评价等关键技术为攻关具体目标。同年 8 月，得到中科院批准并下拨攻关经费。

1984 年， $\phi 50 \times 1000\text{mm}$ 氮氢膜分离器研制成功。在此基础上，大化所不失时机地开展了工业实用膜分离器的研制。1985 年 7 月，研制出多头集装的 $\phi 100 \times 3000\text{mm}$ 膜分离器，并

在上海吴泾化工厂进行工业现场考核,获得成功,性能接近国际 80 年代初的水平,圆满完成中科院“六五”攻关任务,通过了技术成果鉴定,填补了我国在气体膜分离技术上的空白。

二、承担国家“七五”攻关任务,提高膜分离器性能

随着国际上气体膜分离技术的不断改进与提高,80 年代中,膜分离器在耐温、耐压及分离性能上有重大改进,大大提高了单根分离器的处理能力,既可节省投资,又简化装置,同时还开发出了诸如炼油厂催化裂化和重整等过程尾气中氢回收等用途;与此相比,大化所“六五”研制成功的分离器(I 型)还存在一定差距;在分离器规格上比较单一,难于满足大型化肥厂及石油炼厂对处理大气量的要求。

为使我国气体膜分离技术尽快赶上国际先进水平及满足市场要求,1985 年 5 月,大化所向国家科委提出“高性能中空纤维氮氢膜分离器研制”攻关项目建议书;同年 12 月又提出“提高中空纤维氮氢膜分离器性能技术开发”的投标申请书和投标书,瞄准国际 80 年代中期水平,提出了具体任务指标和进度,旨在提高膜分离器的操作温度和操作压力,在分离器规格尺寸上也提出了更高要求;同时进行了前期预演等一系列准备工作。1986 年 7 月,国家科委批准了这一投标书,并将该项目列入国家“七五”科技攻关计划。

经过几年的艰苦努力,攻克了重重技术难关,取得了突破性进展,跨上了新的台阶。1989 年 4 月,大化所与安庆石化总厂化肥厂签订了提供高性能 $\phi 100 \times 3000\text{mm}$ 和 $\phi 200 \times 3000\text{mm}$ 膜分离器的技术合同。经一年努力,于 1990 年 6 月完成了两根膜分离器的现场考核,各项技术性能达到国际 80 年代中期水平,完全可以替代进口。同年 12 月,通过了有关专家对“高性能中空纤维氮氢膜分离器”的成果鉴定,圆满完成国家“七五”攻关任务。

三、加速成果转化,建成工业性试验基地

(一) 建立中试点

大化所研制氮氢膜分离器的工作,一开始就被纳入了实现产业化的轨道。1982 年末制定的“一年内拿出工业应用规模的膜分离器”计划时,就确定要适时进行研究成果的产品化——中试放大的目标,继 1983 年研制出 $\phi 50 \times 1000\text{mm}$ 小型试验用膜分离器,得到了一系列研究、实验技术参数后,立即开展了筹建中试点的准备工作。1983 年 11 月向中科院报送了“关于筹建研制氮氢膜分离器中试点的申请”,随即得到批准并开展工作。此举主要目的就是通过科技成果开发与产品化的中试相衔接,拿出一套适合于边进行科技攻关边验证膜分离器研制工艺技术可靠性、同时又可研制出供现场试验用膜分离器的实验生产装备。在中试点的建设中,大化所充分发挥所内多学科的综合优势,很快建成中试点,并于 1985 年 7 月研制成功 $\phi 100 \times 3000\text{mm}$ 膜分离器。

中试点的建设为“六五”攻关的完成和“七五”攻关奠定了基础,并为进一步进行工业性试验提供了建设依据。

(二) 工业性试验——转化为生产力

大化所进行中试点的建设与“七五”科技攻关并行,其工艺技术装备难于适应科技攻关更

快更高的要求,难以定型;加上在原有实验室基础上改造,从而使中试点还带有浓厚的实验室痕迹,其工艺设备也只能是“披头散发”的,很难形成一定的规模,手工作坊式的操作也难以控制产品质量。因此,要实现产业化,还必须再上一新台阶,进行较大规模生产的工程放大验证,最终获得工业化大生产的设计依据。

在1985年11月通过的“氮氢膜分离器研制”成果鉴定意见中,专家建议尽快组织生产,以满足国内市场急需。根据这一建议,大化所一方面组织为提高性能的“七五”攻关,一方面着手工业化批量生产的放大试验准备工作。1986年4月,大连化物所申报“七五”国家重点工业性试验项目,1987年5月,国家计委批准将该项目列入当年国家重点工业性试验计划,由大化所开展可行性研究及编制项目设计任务书,设计任务书于1988年8月经国家计委批准执行,随后进行了初步设计和施工图设计,1989年11月破土动工,同时由大化所设计制造全套工艺技术装备和生产线。1991年安装调试工艺设备并投入试运转,1992年6月生产出首批高性能中空纤维氮氢膜分离器,运往山东齐鲁石化公司第二化肥厂替换了引进膜分离器,运行结果表明,各项性能指标均达到引进分离器水平,从而圆满完成了工业性试验。

由于中空纤维膜分离器的工业生产无可借鉴的经验,更无完全适用于该产品生产的定型设备,只能靠边摸索边实践,把中试形成的“披头散发”的实验装置按工业化生产的要求进行系统、规范的工程设计,制造出技术过硬、经济合理的国产工艺技术装备,这必须达到以下要求:

(1) 工艺技术装备的设计制造既要汲取中试之精华,又要摆脱“手工作坊”的束缚,达到连续、自动化生产;(2) 生产线的设计、工序布局既要按生产顺序要求,又要避免“搬来抬去”的繁杂劳动,达到运行稳定、可靠;(3) 控制参数与控制仪表以及测试依据与测试设备必须易于操作、达到准确无误;(4) 产成品不仅要达到成果鉴定的水平,而且要保证较高的成品率。

上述四点,是保证该项工业性试验成功的关键。大化所在工作中紧紧抓住这几点不放,精心设计,精心制造、安装,终于建成我国第一个气体膜分离器工业性试生产基地。

四、建设与攻关相衔接,提高“工试”水平

氮氢膜工业性试验的工艺生产线设计制造,当时只能按照批准的设计任务书所规定的技术指标进行。然而,1990年12月,大化所承担的“七五”攻关项目取得重大技术突破,高性能中空纤维膜分离器研制成功并通过了技术鉴定。因此,就必须将高性能分离器的制造工艺考虑进“工试”设计中,而不致于“工试”建成后由于不能适应高性能分离器制造的关键技术要求而失去其应有的先进性。同时,面对国际市场的激烈竞争,我国的“工试”基地,也必须能够生产高性能膜分离器。

因此,大化所决定将正在兴建的“工试”基地推进到能够生产出高性能膜分离器,并采取了相应的技术路线,集二者共性与特性为一体,强化设备的应变能力,按照试验与生产相结合的原则,使各道生产工序的工艺技术装备满足工业化生产高性能膜分离器的要求。经运行考核,表明:其工艺技术装备设计、安装合理,工艺先进,技术可靠,运行稳定,配套完整,产品各项性能指标均达到高性能膜分离器研制与开发成果鉴定指标。为我国高技术膜产业的形成奠定了坚实的基础。

建设成功的另一原因就是,坚持“边建设、边试验、边改造、边开发”的方针,在抓建设的同

时,组织和造就一支工程技术队伍,开拓国内市场,打通市场渠道。“工试”基地建成后产出的膜分离器立即就被用于国内化肥厂弛放气氢回收和替换进口分离器进行实地考察,从而保证了“工试”基地的建设成功。

五、与企业通力合作进行产品开发

氮氢膜分离技术经过了 10 年的连续奋战,从取得 $\phi 100 \times 3000\text{mm}$ 中空纤维膜分离器研制成果,完成工业性试验,实现多种规格分离器的批量生产到实际应用于工业现场,并打开一定市场,这不仅是因为得到了国家和中科院强有力地支持与关怀,而且也与有关企业渴求新技术、敢于冒风险和大力协助是分不开的。

大连化物所一开始就把氮氢膜分离器的研制瞄准工业实际应用。1982 年制定的研制计划中就明确提出一年内拿出工业应用的样器,进行现场实地考察。在实验室研制取得技术突破后,于 1985 年 3 月及时与上海吴泾化工厂签订了“关于共同开发膜分离技术的科研、推广应用协议书”,提出了具体要求和进度。由于该厂的热心支持和密切配合,在较短的时间内就完成了现场考核试验,获得成功,从而大大激励了科研人员的攻关热情,为进一步提高膜分离器的性能取得了较多的现场经验。

在“七五”攻关中,大化所利用研制成功的高性能分离器,先后与山东高密化肥厂和辽宁盘锦化肥厂合作,分别开发了制取高浓度氢的二级膜分离技术和进行替代进口产品的现场试验,也获成功,取得了膜分离器应用过程的设计号数,为高性能中空纤维膜分离器的应用打下了良好基础。

安庆石化总厂化肥厂于 1985 年引进国外膜分离装置为其大型合成氨设备配套,累计运行四年后,膜分离器的性能有所下降。当时,大化所在研制大型高性能膜分离器的攻关中取得突破,于 1989 年 4 月及时与该厂签定了提供 $\phi 100 \times 3000\text{mm}$ 和 $\phi 200 \times 3000\text{mm}$ 分离器以替换已坏的进口分离器的技术合同,安庆石化总厂给予了高度重视和密切合作,终于取得了与进口分离器相当性能的现场运行结果,这一成功,不仅使“七五”攻关任务得以超额完成,而且证明了我国自己生产的大型高性能膜分离器完全能够满足厂家的技术使用要求。

在氮氢膜工业性试验生产出合格分离器后,又先后在齐鲁石化公司第二化肥厂替代进口的 9 根分离器,为岳阳化肥厂以及山东多家化肥厂新装膜分离装置,都获得满意的效果,为我国气体膜技术的发展奠定了坚实的市场基础。目前已用于全国 20 多家大、中、小型化肥厂。

工业现场应用结果表明,膜分离技术具有设备简便,能耗低,起动快,经济和社会效益高等优点。如膜分离技术用于合成氨弛放气中氢的回收,除可增产合成氨 3—4% 外,节电效果极为突出,一个年产 6 万吨合成氨的化肥厂采用膜分离技术后,每吨合成氨节电 87 千瓦时,工厂投资半年内即可收回。

从中空纤维氮氢膜研制、开发、工业性批量生产的全过程可以看到,科学技术的研究与开发,只要紧密地与市场需求相结合,瞄准国际先进水平,积极果断地推进研究成果向产品的转化,就一定能够获得巨大成功,促进国民经济的发展,同时又带动科学技术本身不断前进。