

УДК 621.565

Т. В. ДЬЯЧЕНКО

*Одесская национальная академия пищевых технологий, Украина***АВТОМАТИЗАЦИЯ ОПЫТНО-ПРОМЫШЛЕННОГО АППАРАТА ПЕРВИЧНОГО ОБОГАЩЕНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СМЕСЕЙ, СОДЕРЖАЩИХ НЕОН**

*Рассмотрены перспективы увеличения объемов получения неона и гелия за счет вовлечения в технологический процесс установок разделения воздуха, не оборудованных классическими средствами концентрирования инертных газов. Изучена возможность обогащения технологического потока с содержанием 1...2 % Ne и He, отбираемого в блоках КАр-15, КтА-16/18, КдАд-15/12 во внешней установке относительно системы сепарации воздуха. Разработан аппарат для первичного концентрирования Ne-He смеси. Представлены результаты его экспериментальных исследований, разработана система автоматизации промышленного образца, которая позволит ускорить его внедрение в промышленности.*

**Ключевые слова:** инертные газы, неон, гелий, аппарат первичного концентрирования неоногелиевой смеси.

**Введение**

На сегодняшний день, единственным промышленным источником получения неона является атмосфера Земли. Его извлекают совместно с гелием в качестве побочного продукта в процессе сжижения и разделения воздуха. Производство чистых продуктов осуществляется путем реализации процессов фазовой сепарации и сорбции [1, 2].

Неоногелиевую смесь извлекают в качестве побочного продукта в процессе ректификации воздуха с расходом входного потока более 100 тыс.  $\text{м}^3/\text{ч}$ . Эти установки оборудованы узлами первичного обогащения Ne и He. Применение подобных контуров в схемах с расходами воздуха ниже указанной величины в настоящее время считается экономически невыгодным.

В течение последних лет в связи с общим падением производства потенциал Украины по неону и гелию значительно снизился. В текущем году по сравнению с тем же периодом времени 2013 г. объемы производства Ne и He уменьшились более чем в два раза. Вследствие этого включение в число источников Ne-He-смеси установок разделения воздуха (УРВ) с расходом входного потока менее 100 тыс.  $\text{м}^3/\text{ч}$  становится все более актуальным.

В настоящей работе показаны этапы проектирования и испытания нового опытно-промышленного устройства для обогащения легких редких газов – аппарата первичного концентрирования (АПК) неоногелиевой смеси. Сделаны выводы о возможности его внедрения на предприятиях Украины. Для этого предложен вариант системы автоматизации АПК, который позволит его эксплуатировать в условиях отсутствия свободных человеческих ресурсов.

**Получение неоногелиевого концентрата в УРВ, оборудованных узлами первичного концентрирования (традиционная технология)**

Концентрация неоногелиевой смеси, извлекаемой из-под крышки конденсатора нижней ректификационной колонны УРВ, находится в интервале значений 3...10 % Ne-He [1, 2]. Затем эту «бедную» смесь дополнительно обогащают во встроенном в верхнюю колонну сепараторе (дефлегматоре) до концентрации 40...60 % Ne-He [3, 4]. При этом дополнительные энергетические затраты отсутствуют.

В настоящее время среднее значение коэффициента извлечения неоногелиевой смеси в УРВ не превышает 0,45...0,50 [3, 4]. Такие низкие показатели обусловлены переходом части неона и гелия в верхнюю ректификационную колонну по следующим причинам:

- попадание легких инертных газов с воздухом детандерного потока (в некоторых схемах УРВ он подается в верхнюю ректификационную колонну из блока рекуперации);
- потери вследствие растворения Ne-He-смеси в жидком азоте.

Исключить или серьезно повлиять на первый фактор невозможно, так как расходные характеристики блока строго регламентируются технологическими рамками. В то же время существует возможность повышения экономичности извлечения Ne-He-смеси за счет изменения схемы отбора азотной фракции в конденсаторе нижней ректификационной колонны [3, 4].

Один из возможных путей увеличения объемов

извлечения первичных концентратов неона и гелия – это замена устаревших блоков разделения, разработанных в 90-е годы прошлого столетия, более совершенными, включающими в себя АПК. Такой шаг позволит повысить степень извлечения целевых продуктов на 20...50 %, но он связан со значительными капитальными затратами и необходимостью серьезного вмешательства в схемы действующих УРВ.

### Обоснование необходимости модернизации аппаратов для первичного обогащения неонгелиевой смеси

Значительная часть введенных в эксплуатацию установок разделения воздуха для получения истых азота и/или кислорода лишены контуров первичного концентрирования инертных газов (табл. 1) [3]. На таких объектах смесь легких инертных газов выдается с концентрацией всего 1...2 % Ne и He, а содержание криптона и ксенона в кислородном потоке измеряется десятками и сотыми долями процента. Переработка Ne-He-N<sub>2</sub>-смесей методами фазовой сепарации нерентабельна, так как приводит к значительным потерям неона и гелия. Утилизация редких газов из низкопотенциальных потоков должна базироваться на новых технических решениях, выходящих за рамки классических технологий получения Ne-He- и Kr-Xe-смесей.

Оснащение уже существующих установок узлами первичного концентрирования инертных газов является достаточно сложной задачей. Принципиальная возможность такой модернизации с целью получения неонгелиевого концентрата существует только для УРВ, в которых имеется двухколонный аппарат ректификации воздуха. Рассмотрим некоторые технологические приемы, позволяющие получать концентраты редких газов в установках, не оборудованных узлами первичного концентрирования Ne-He-смеси.

В некоторых типах блоков разделения для извлечения чистого кислорода производительность по жидкому азоту ограничена. Это затрудняет криогенное обеспечение установок конденсационного обогащения Ne-He-смеси. Для таких производств используют типовые мембранные сепараторы, способные работать в условиях температуры окружающей среды [5]. Как и в классической схеме с дефлегматором [6], давление на входе в мембранный блок может поддерживаться на уровне давления нижней ректификационной колонны УРВ (0,5...0,6 МПа). Недостатком мембранных технологий обогащения, по сравнению с типовыми дефлегматорами [6], является относительно низкая степень извлечения Ne и He в одной ступени, а также увеличивается в 2...3 раза концентрация N<sub>2</sub> в обогащенном потоке. Для достижения более эффективной сепарации и получения более высоких коэффициентов разделения смеси требуется последовательное включение нескольких мембранных устройств.

### Особенности конструкции аппарата первичного концентрирования неонгелиевой смеси

Разработанный на кафедре криогенной техники Одесской национальной академии пищевых технологий специальный аппарат первичного концентрирования, позволяющий снизить до минимума потери Ne-He-смеси в процессе её обогащения на первом этапе концентрирования, представлен на рис. 1 [3, 4]. Отличием АПК от классических систем концентрирования является использование высокоэффективной насадочной ректификационной колонны между дефлегматором и кубом (рис. 1, а) [7].

На рис. 1, б показана схема АПК, предназначенного для разделения азотнонеонгелиевой смеси с температурой окружающей среды. Поскольку исходная смесь на 98...99 % состоит из азота, можно условно проиллюстрировать процессы обогащения продукта в T,s-диаграмме для азота (рис. 1, в).

Таблица 1

Установки разделения воздуха средней производительности, необорудованные средствами концентрирования редких газов на территории Украины (по состоянию на начало 2015 г.)

Расположение	Марка УРВ	Число установок	Расход воздуха, нм <sup>3</sup> /ч	Потенциал по Ne-He, нм <sup>3</sup> /ч
Днепропетровский завод им. Петровского	АКАр-6	1	32 000	0,74
	АК-6	1	32 000	0,74
ЗАО «Лукоор», г. Калуш, Ивано-Франковская обл.	Linde	1	35 000	0,81
Одесский припортовый завод, г. Южный	Siad	2	15 360	0,71
Всего в год, тыс. нм <sup>3</sup> :				30

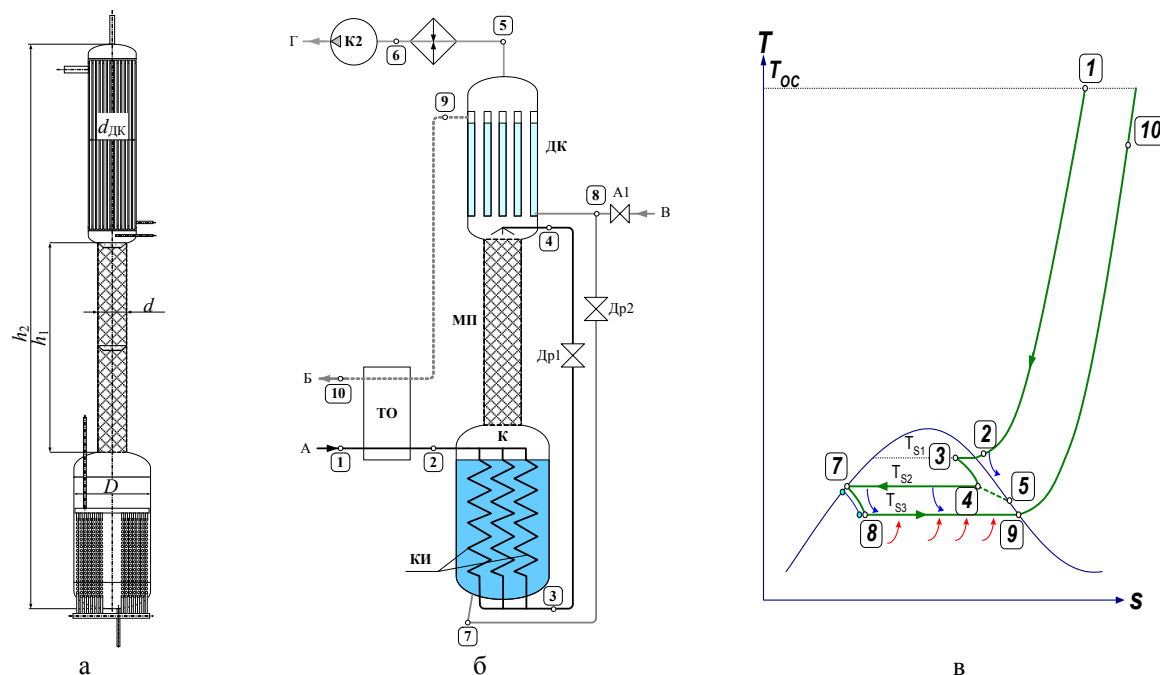


Рис. 1. Опытно-промышленная система обогащения бедной неонгелиевой смеси: а – упрощенная конструкция АПК; б – принципиальная схема; в – процессы в  $T, s$ -диаграмме; А – исходная смесь из УРВ; Б – пары азота в атмосферу; В – жидкий  $N_2$  из УРВ; Г –  $Ne-Ne-N_2$  концентрат в баллоны; ТО – входной теплообменник-рекуператор; ДК – конденсатор (дефлегматор [8, 9]); МП – массообменная поверхность; КИ – змеевик, размещенный в кубе К; К2 – мембранный компрессор;

Охлаждение входящего в АПК потока производится в рекуперативном теплообменнике [10] (процесс 1-2) и кубе (процесс 2-3). Частично охлажденная смесь с давлением 5 ати дросселируется до давления 3 ати в дроссельном вентиле Др1 (процесс 3-4) и направляется в верхнюю часть насадочной колонны. Образовавшаяся флегма стекает по насадке в куб, полностью освобождая  $N_2$  от примесей  $Ne$  и  $He$  (процесс 4-7), а газовая фракция движется вверх, обогащаясь  $Ne-Ne$  за счет конденсации азота на внутренней поверхности трубок дефлегматора [8, 9], и далее покидает установку в виде отдувочного потока с концентрацией 94 %  $Ne-Ne$  (т. 5) [6]. Кубовый продукт, состоящий из чистого азота (т. 7), используется в качестве хладагента (процессы  $7 \rightarrow 8 \rightarrow 9 \rightarrow 10$ ). В дроссельном вентиле Др2 давление потока снижается до 0,2 ати. Такая схема позволяет уменьшить потребление внешнего хладагента из УРВ (поток В) до 10 % от общего количества сконденсировавшегося азота из  $Ne-Ne-N_2$ -смеси.

### Экспериментальные исследования режимов работы аппарата первичного концентрирования неонгелиевой смеси

Для испытания АПК при расходах, приближенных к промышленным условиям, потребовалась разработка специальной системы для создания сме-

си с заданной концентрацией 1...2 %  $Ne-Ne$ . Практиковались два метода приготовления этой смеси. Первый заключался в подмешивании в поток холодного газообразного азота неонгелиевой смеси, подаваемой из баллона. Этот вариант не позволяет выдерживать достаточно стабильные значения концентраций на входе в АПК, но он обеспечивает практически неограниченное время работы всей системы. Поэтому он применялся преимущественно в пусковых режимах для предварительной подготовки АПК к работе в расчетном режиме.

На втором этапе исследований для получения более достоверной информации в АПК подавалась смесь со стабильным составом. Для этого она подготавливалась в специальном аппарате путем насыщения жидкого азота газообразной неонгелиевой смесью [3, 4].

В основном процессе экспериментального исследования исходная смесь (0,5...2,5 %  $Ne-Ne$ ) подавалась в АПК в охлажденном виде с температурой  $T = 100...200$  К (рис. 2), что позволило в экспериментах исключить из схемы громоздкий теплообменник ТО. Расход смеси задавался мощностью нагревателей азота, в которых газифицировалась  $Ne-Ne-N_2$ -смесь повышенного давления.

Основными задачами экспериментальных исследований являются:

- оценка влияния расхода исходной смеси и ее

состава на степень извлечения Ne-He-смеси;

- определение удельного потребления дополнительного внешнего жидкого азота при соблюдении эксплуатационных параметров, соответствующих работе АПК в промышленных условиях;

- выявление предельных возможностей исследуемого аппарата (по расходным характеристикам и составу исходной смеси) с целью создания модельного ряда установок различной производительности.

Как следует из табл. 2, в ходе лабораторных испытаний удалось обеспечить расходы исходной

смеси до 220 м<sup>3</sup>/ч. Концентрация исходного потока при этом составляла от 1 до 2 % Ne-He. Анализ кубового продукта (т. 7) для всех исследованных режимов показал, что концентрация неона и гелия в отбираемой для анализа из куба жидкой смеси была в десятки раз ниже, чем в исходном потоке. При этом степень извлечения целевых продуктов составила не менее 95...99 %.

Температура исходной смеси на входе в конденсатор-испаритель КИ (см. рис. 1) составляла порядка 170...200 К.

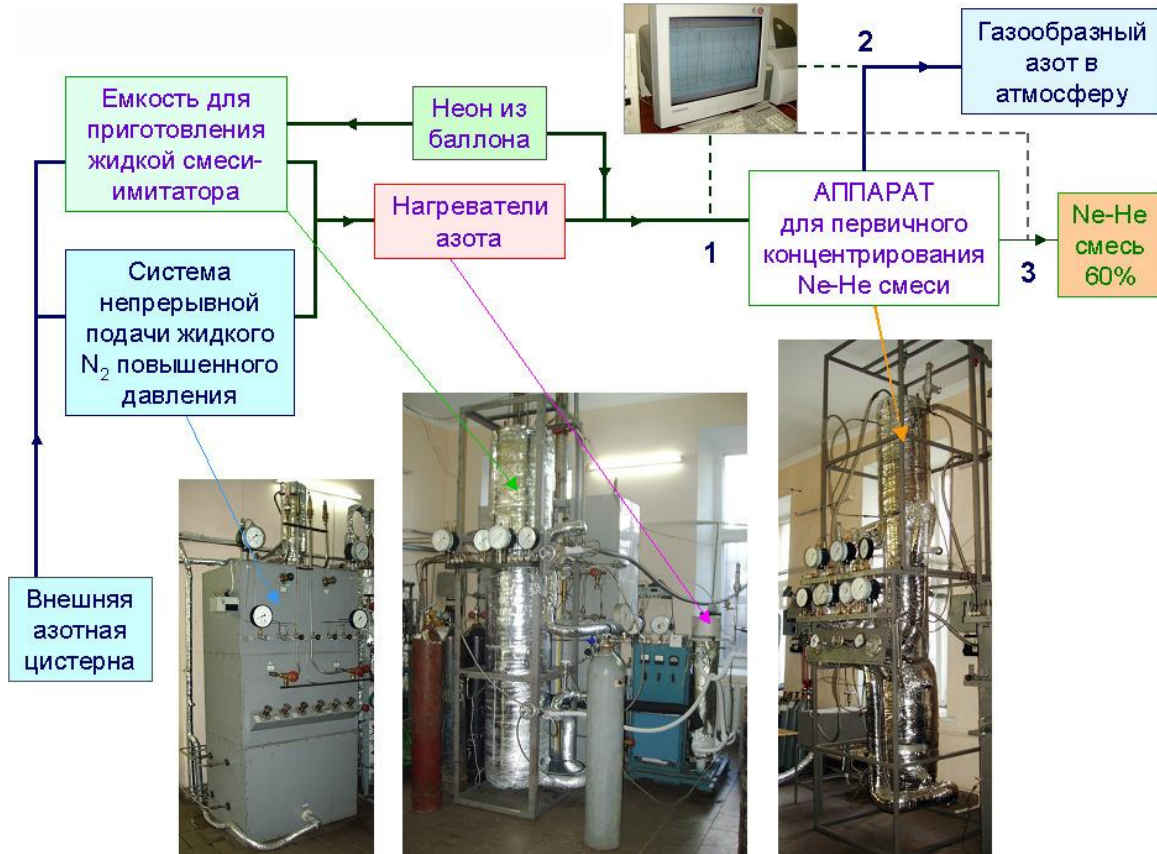


Рис. 2. Структурная схема и внешний вид аппаратов, входящих в состав экспериментального стенда

Таблица 2

Результаты испытаний первичного дефлегматора

Параметр	Размерность	Экспериментальные данные				РАСЧЕТ
		160	170	180	220	
Расход, м <sup>3</sup> /ч	смеси	160	170	180	220	200
	в т.ч. Ne-He	2,4	3,4	2,9	4,4	2,0
Содержание неона и гелия, %	на входе	1,5	2	1,6	2	1,0
	в кубе	<< 0,1	<< 0,1	<< 0,1	0,1	
	в продукте	60	60	55	50	
Давление, ати	на входе	4,8	4,5	5,2	5,0	
	в колонне	3,5	3,3	3,8	3,5	
Расход жидкого N <sub>2</sub>	кг/ч	44,8	54,4	46,8	66	22
	кг/м <sup>3</sup> смеси	0,28	0,32	0,26	0,3	0,11
	кг/м <sup>3</sup> (Ne-He)	19	16	16	15	11
Степень извлечения	%	99,3	99,5	99,4	95	99

Удельный расход дополнительного внешнего хладагента (жидкого азота из УРВ) при обогащении Ne-He-смеси был порядка 20 кг на 1 м<sup>3</sup> этой смеси. В случае питания установки от блока УРВ холодным потоком Ne-He-N<sub>2</sub>-смеси температура на входе в АПК может быть снижена до 120 К. При этом удельный расход дополнительного жидкого азота уменьшится до 4...6 кг на 1 м<sup>3</sup> очищенной неонгелиевой смеси. В результате, потребление внешнего хладагента не превышало 10 % по отношению к расходу азота сконденсировавшегося в АПК, влияющего в контур охлаждения ДК через Др2.

Относительно низкий уровень энергопотребления достигается за счет максимального использования внутренних потоков теплоты.

Сравнение разработанного нами внешнего аппарата первичного концентрирования Ne-He-смеси с ближайшим аналогом – комплексом аппаратов дефлегматор-отгонная колонна, который включен в состав современных УРВ типа КАР-30 выявило, что габариты АПК значительно меньше, а эффективность работы выше (табл. 3).

### Особенности работы АПК в промышленных условиях. Система автоматизации основных процессов

При проведении лабораторных испытаний АПК управление созданным аппаратом оказалось непростой задачей. Несмотря на то, что в процессе исследования регулирование расхода отдувки осуществлялось с помощью клапана К<sub>о</sub>, общее управление установкой в ручном режиме потребовало задействовать несколько человек. Для обеспечения функционирования аппарата первичного концентрирования неонгелиевой смеси в условиях промышленного производства необходимо его автоматизировать. Кроме этого, параметры работы АПК не должны влиять на процесс ректификации воздуха.

Для стабилизации давления в колонне УРВ при подключении АПК рекомендовано включить блок стабилизации давления, спроектированный на базе регулирующего вентиля Др1 (рис. 3).

По данным предварительных исследований давление потока исходной смеси Ne-He-N<sub>2</sub> практически равно давлению в нижней колонне (4...6 атм).

В процессе работы нужно стабилизировать давление в насадочной колонне АПК, расход концентрата Г и внешнего хладагента В. При этом необходимо учесть возможность аварийного сброса давления в насадочной части АПК, чтобы избежать ее разрушения, а также отслеживать уровень жидкости в кубе (не ниже допустимого предела, иначе значительно уменьшится степень извлечения Ne-He-смеси).

Основной задачей автоматизации установки является поддержание концентрации Ne-He-смеси в кубе колонны не более 100 ppm (0,01 %). Разработанная в соответствии с заданием схема регулирования представлена на рис. 3.

Для реализации работы АПК в автоматическом режиме предлагается использовать систему управления на основе контроллера SIEMENS SIMATIC C7-636 Touch. Сенсорная панель C7-636 базируется на стандартной операционной системе Windows CE. Это дает возможность визуализировать рабочие состояния, текущее состояние процесса и сообщения об ошибках. Кроме того, существует возможность ввода данных на C7-636 и визуализация процессов в виде гистограммы.

### Заключение

Установки разделения воздуха с расходом входящего потока менее 100 тыс. м<sup>3</sup>/ч, как правило, не оборудованы узлами получения концентратов инертных газов. Для утилизации в этих установках неонгелиевой смеси было предложено использовать внешний аппарат на основе насадочной ректификационной колонны. Расчетные исследования подтвердили принципиальную возможность создания системы, в результате работы которой можно получать Ne-He-N<sub>2</sub>-смесь с концентрацией азота 40...50 %.

Для проверки достоверности расчетных методик создана полномасштабная экспериментальная установка – АПК. За счет такого решения получена информация о реальных теплопотоках, расходе дополнительного внешнего хладоносителя, степени извлечения и концентрации всех компонентов в выходящих из аппарата потоках.

Таблица 3

Технические характеристики опытно-промышленного аппарата [3]

Параметры		Блок концентрирования КАР-30М1-7	Созданная установка (АПК)
Размеры отгонной колонны	Диаметр, мм	700	180
	Высота, м	2,0	1,1
Поверхность конденсатора, м <sup>2</sup>		3×2	3,8
Поверхность испарителя, м <sup>2</sup>		–	3

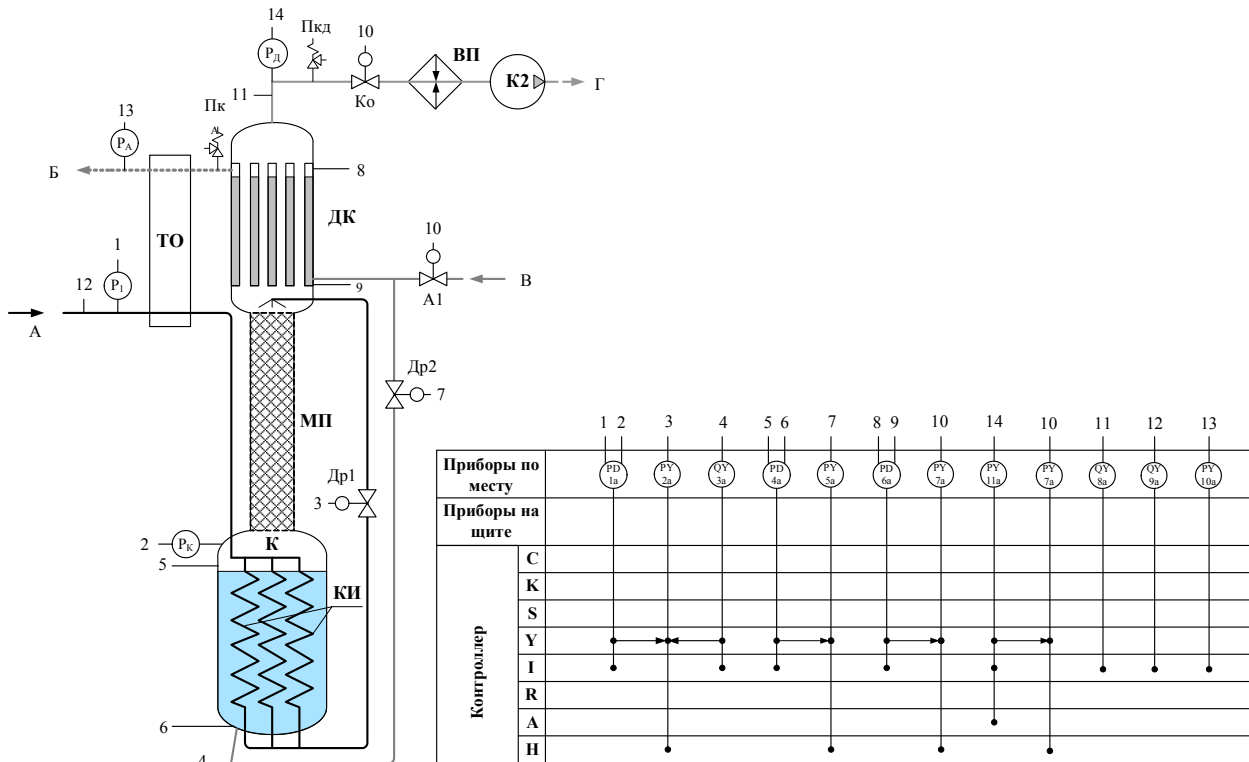


Рис. 3. Схема автоматизации установки, разработанная автором в соответствии с выявленными в процессе опытно-промышленных испытаний проблемами управления установкой

Снабжение опытно-промышленной системы смесью с необходимой концентрацией Ne и He производилось при помощи двух типов контуров создания смеси-имитатора: первый обеспечивал непрерывную (неограниченную по времени) подачу газобразной смеси Ne-He-N<sub>2</sub> с расходом 50...220 нм<sup>3</sup>/ч; второй позволял получить заданную смесь ограниченного объема в жидком виде путем растворения Ne-He в жидком азоте с последующей газификацией раствора перед подачей в установку.

Результаты исследования АПК, полученные экспериментально, свидетельствуют о перспективности внешних «автономных» систем первичного обогащения неонгелиевой смеси. Разработка схемы автоматизации систем конденсационного обогащения легких инертных газов ускорит их внедрение на УРВ типа КАр-15, КтА-16/18, КдАд-15/12, что в перспективе позволит обеспечить повышение суммарных объемов производства неона и гелия на 10...15 %.

### Литература

1. Bondarenko, V. L. *Cryogenic Technologies of Rare Gases Extraction [Текст]* / V. L. Bondarenko, Yu. M. Simonenko. – Odessa (Ukraine) : Astroprint, 2014. – 312 p.
2. Головкин, Г. А. *Криогенное производство инертных газов [Текст]* / Г. А. Головкин. – Л. : «Машиностроение», Ленингр. отд., 1983. – 416 с.

3. *Новые технологии извлечения концентратов редких газов [Текст]* / В. Л. Бондаренко, Н. П. Лосяков, Ю. М. Симоненко и др. // *Технические газы*. – 2011. – № 1. – С. 42-52.

4. Дьяченко, Т. В. *Получения неона и гелия из низкопотенциальных газовых смесей методом фазовой сепарации [Текст]* : автореф. дисс. ... канд. техн. наук : 05.14.06 / Т. В. Дьяченко ; ОДАХ. – Одесса, 2011. – 20 с.

5. Бондаренко, В. Л. *Расчет баромембранных процессов извлечения редких газов [Текст]* / В. Л. Бондаренко, А. П. Чуклин // *Технические газы*. – 2012. – № 6. – С. 26-33.

6. *Конденсационные системы обогащения Ne-He смеси и опыт их внедрения на Нижнетагильском металлургическом комбинате [Текст]* / В. Л. Бондаренко, А. А. Луцкий, А. Г. Андреев и др. // *Технические газы*. – 2009. – № 6. – С. 66-70.

7. Bondarenko, V. L. *Study of Mixtures Separation Processes in Packed Rectification Columns under the Conditions of Cryogenic Temperatures [Text]* / V. L. Bondarenko, Yu. M. Simonenko, T. V. Diachenko // *Book of Abstracts The 23<sup>rd</sup> IIR International Congress of Refrigeration*. – Prague (Czech Republic). – 2011. – P. 72.

8. Бондаренко, В. Л. *Методика проектного расчета противоточных дефлегматоров, используемых в технологии обогащения неонгелиевой смеси [Текст]* / В. Л. Бондаренко, Т. В. Дьяченко, О. В. Дьяченко // *Холодильна техніка і технологія*. – 2014. – № 1 (147). – С. 44-52. – doi: 10.15673/0453-8307.1/2014.32652.

9. Bondarenko, V. L. *Technology for Ne-He mixture enrichment in stepped reflux condensers [Текст] / V. L. Bondarenko, T. V. Dyacheko, Yu. M. Simonenko // Chemical and Petroleum Engineering. – 2010. – Vol. 46, Issue 5-6. – P. 281-290. – doi: 10.1007/s10556-010-9329-2.*

10. Бондаренко, В. Л. К выбору типа теплообменного аппарата, используемого в установках обогащения и очистки неонгелиевой смеси [Текст] / В. Л. Бондаренко, Т. В. Дьяченко // Харчова наука і технологія. – 2013. – № 4 (25). – С. 119-123.

*Поступила в редакцію 3.03.2015, рассмотрена на редколлегии 20.03.2015*

### **АВТОМАТИЗАЦІЯ ДОСЛІДНО-ПРОМИСЛОВОГО АПАРАТА ПЕРВИННОГО ЗБАГАЧЕННЯ ТЕХНОЛОГІЧНИХ СУМІШЕЙ, ЯКІ МІСТЯТЬ НЕОН**

*Т. В. Дьяченко*

Розглянуто перспективи збільшення обсягів отримання неону і гелію за рахунок залучення у технологічний процес установок розділення повітря, які не обладнано класичними засобами концентрування інертних газів. Вивчено можливість збагачення технологічного потоку із вмістом 1...2 % Ne і He, який відбирається в блоках KAr-15, KtA-16/18, KdAd-15/12 у зовнішній установці щодо системи сепарації повітря. Розроблено апарат для первинного концентрування Ne-He суміші. Представлено результати експериментальних досліджень, розроблено систему автоматизації промислового зразка, яка дозволить прискорити його впровадження в промисловості.

**Ключові слова:** інертні гази, неон, гелій, апарат первинного концентрування неонгелієвої суміші.

### **AUTOMATION OF PILOT-INDUSTRIAL UNIT FOR TECHNOLOGICAL MIXTURES INCLUDING NEON PRIMARY ENRICHMENT**

*T. V. Diachenko*

The problems of a raw complex on neon and helium gases production due to involvement air unit separation in technological process which none quipped with classical means of inert gases concoction are considered. Possibility of technological stream with the contents 1...2 % Ne and He enrichment which is selected in blocks KAr-15, KtA-16/18, KdAd-15/12 in external systems relatively of air separation unit is studied. The device for Ne-He mixture primary enrichment is developed. The results of its experimental research are shown; the automation system of an industrial sample which allows accelerating its introduction in the industry is developed.

**Keywords:** inert gases, neon, helium, neon-helium mixture primary enrichment device.

**Дьяченко Татьяна Викторовна** – канд. техн. наук, докторант, доцент кафедри теплоенергетики і трубопроводного транспорту енергоносителей, Одесская национальная академия пищевых технологий, учебно-научный институт холода, криотехнологий и экоэнергетики им. В.С. Мартыновского, Одесса, Украина, e-mail: victory04@yandex.ru.