

Авторефер
п. 93

у

Мришечна В.В.

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ, МОЛОДІ ТА СПОРТУ УКРАЇНИ
ОДЕСЬКА ДЕРЖАВНА АКАДЕМІЯ ХОЛОДУ

Т. Дьяченко

ДЬЯЧЕНКО ТЕТЯНА ВІКТОРІВНА

УДК 66.048.3, 621.565:621.59, 621.928

**ОТРИМАННЯ НЕОНУ ТА ГЕЛІЮ
З НИЗЬКОПОТЕНЦІЙНИХ ГАЗОВИХ СУМІШЕЙ МЕТОДОМ
ФАЗОВОЇ СЕПАРАЦІЇ**

Спеціальність **05.14.06** – Технічна теплофізика та промислова теплоенергетика

АВТОРЕФЕРАТ

дисертації на здобуття вченого ступеня
кандидата технічних наук

Одеса – 2011

Дисертація є рукописом.

Робота виконана в Одеській державній академії холоду (ОДАХ) Міністерства освіти і науки, молоді та спорту України

Науковий керівник: доктор технічних наук, професор
Бондаренко Віталій Леонідович,
завідувач кафедри кріогенної техніки
Одеської державної академії холоду
МОН, М та С України

Офіційні опоненти: доктор технічних наук, професор,
заслужений діяч науки і техніки України
Вассерман Олександр Анатолійович,
професор кафедри «Суднові енергетичні
установки та технічна експлуатація»
Одеського національного морського
університету МОН, М та С України

кандидат технічних наук
Михайленко Тарас Петрович,
старший науковий співробітник кафедри 205
Національного аерокосмічного університету
ім. Н.Е. Жуковського «ХАІ»

Захист дисертації відбудеться «14» березня 2011 р. в 14⁰⁰ в ауд. 108 на засіданні
школи вченої ради Д.41.087.01 при Одеській державній академії холоду за
Дворянська, 1/3, м. Одеса, Україна, 65082.

ознайомитися в бібліотеці ОДАХ за адресою: вул. Дворянська, 1/3,

2011 р.

В.І. Мілованов

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Неон, гелій, криптон і ксенон широко використовуються в багатьох наукоємних технологіях. Попит на ці унікальні продукти росте з кожним роком. Концентрати рідкісних газів видобувають з атмосфери у вигляді побічних продуктів при отриманні великих кількостей кисню або азоту. Таким чином, їх об'єми «прив'язані» до витрат повітря, яке подається на розділення. Підприємства металургійної галузі, в якій зосереджені повітророзподільні потужності, не завжди зацікавлені в утилізації цінних газових продуктів. З цієї причини дорогі концентрати у багатьох випадках викидаються в атмосферу.

Представлена робота присвячена розробці нового типу тепломасообмінних пристроїв – апаратів первинного концентрування (АПК) і дослідженню процесів фазової сепарації, що відбуваються в них, при $T = 78..90$ К. Впровадження АПК на установках, не обладнаних вузлами первинного збагачення, дозволить збільшити об'єми виробництва чистого неону і гелію, та за рахунок цього підвищити експортний потенціал України.

Зв'язок роботи з науковими програмами. Дослідження систем збагачення неонгелієвої суміші виконані згідно Закону України «Про пріоритетні напрями розвитку науки і техніки від 11.07.2001, № 2623 – ІІ», в рамках пріоритетних напрямів розвитку науки і техніки: «Новітні і ресурсозберігаючі технології в енергетиці, промисловості і АПК».

Представлені в дисертації матеріали використані при виконанні науково дослідницьких робіт: № 07/08 «Техніко-економічне обґрунтування технологічного процесу та комплексу установок для одержання інертних газів з віддутих потоків аміачного виробництва», номер державної реєстрації 0107U011849 (розрахунок кріогенного забезпечення отримання концентрату гелію); № 09/01 «Розробка, виготовлення та випробування стендового устаткування для дослідження процесів ректифікації і адсорбції». У названих НДР автор брав участь в якості молодшого наукового співробітника (виконавця).

Мета і завдання дослідження. Мета дослідження полягає у розробці систем для збагачення побічних продуктів повітрянороздільних установок, не обладнаних вузлами первинного концентрування. В процесі досягнення поставленої мети вирішувалися наступні основні завдання:

- систематизація повітрянорозподільних установок (ПРУ) великої і середньої продуктивності, аналіз схем підключення апаратів для концентрації легких інертних газів;
- вивчення закономірностей процесів розчинності Ne-He сумішей в квазістаціонарних умовах при температурах 77,4...100 К з метою отримання високопродуктивних модельних потоків, які імітують бідні газові концентрати неону та гелію;

xv 1103
ІНСТИТУТ ХОЛОДА
ОНАХТ
БІБЛІОТЕКА

ОДЕСЬКА
ДЕРЖАВНА
БІБЛІОТЕКА
АКАДЕМІЯ ХОЛОДУ

- експериментальне вивчення характеристик масообмінних поверхонь насадкових ректифікаційних колон;
- оптимізація теплообмінних апаратів макетних і промислових зразків і вибір конструктивних і технологічних рішень, які мають переваги;
- дослідження процесів первинного збагачення неонгелієвого концентрату в створеній дослідно-промисловій установці;
- техніко-економічне дослідження конструктивних і схемних вирішень АПК і варіантів їх підключення до ПРУ.

Об'єктами дослідження є технологічні процеси збагачення неонгелієвої суміші.

Предмет дослідження – тепломасообмінні апарати, призначені для первинної концентрації легких інертних газів.

Методи дослідження:

- аналіз схем повітрянорозподільних установок з метою виявлення резервів підвищення частки видобування Ne і He;
- теоретичне і експериментальне вивчення процесів фракційної конденсації і ректифікації багатокомпонентних сумішей при температурах 78...90 K;
- експериментальне дослідження процесів масопередачі в низькотемпературних ректифікаційних апаратах при визначальних розмірах елементів насадок 2,5...12 мм;
- оцінка економічної ефективності розроблених систем первинного збагачення з урахуванням показників реальних виробництв розділення повітря.

Наукова новизна отриманих результатів:

- проведено комплексний аналіз схем повітрянорозподільних установок великої і середньої продуктивності, який дозволив виявити загальні закономірності роботи апаратів для отримання інертних газів та визначити шляхи їх вдосконалення з метою збільшення частки видобування рідкісних газів;
- отримані нові експериментальні дані про вертикальну протитокову течію двофазних сумішей в насадкових масообмінних апаратах при температурах 78...90 K; встановлені тепломасообмінні та гідравлічні характеристики насадкових елементів при ректифікації суміші Ne-N₂ і швидкостях пари в колоні 0,3...0,5 м/с;
- в результаті порівняльних досліджень витих та U-подібних кожухотрубних теплообмінників-рекуператорів з оребреними та гладкими трубками Ø10...14 мм доведено, що оптимальними (мінімальна величина поверхні теплообміну, втрат тиску та матеріалоємності) є U-подібні теплообмінники, трубки з ребрами у вигляді дри-ту;
- удосконалена методика конструктивного розрахунку прямо трубних конденсаторів-випарників, в яких врахована часткова конденсація азоту з трьохкомпонентної суміші (He-Ne-N₂) та протитоковий рух плівки конденсату і газового потоку усе-

редині труб;

- вперше розраховані і підтверджені експериментальним шляхом параметри розробленої автором дослідно-промислової установки при збагаченні Ne-He суміші від початкової концентрації 1...2,5% до 50...60% з витратою до 220 нм³/год по вихідному продукту.

Обґрунтованість і достовірність наукових положень, висновків і рекомендацій підтверджується задовільною відповідністю отриманих результатів розрахунків тепломасообмінних апаратів з даними інших авторів і результатами експериментів, проведених з урахуванням промислових умов експлуатації створеної установки первинного концентрування неонгелієвої суміші.

Наукове значення роботи:

- дані по ефективності масопереносу та гідравлічні характеристики насадкових елементів при ректифікації суміші Ne-N₂;
- експериментальні значення частки видобування неонгелієвого концентрату в розробленому апараті при різних концентраціях і витратах вихідної суміші, що мають значення в дослідженнях масообмінних процесів, які відбуваються в ректифікаційних колонах.

Практичне значення отриманих результатів. Розроблені методики та комп'ютерні програми для розрахунків тепломасообмінних апаратів, які спрощують проектування кріогенних установок для очистки рідкісних і технічних газів.

Виготовлена і випробовувана багатоцільова колона для дослідження процесів низькотемпературної ректифікації сумішей на основі інертних газів. Розроблена методика дослідження характеристик масообмінних елементів.

Створена і випробовувана дослідно-промислова установка та комплекс допоміжних систем для первинного збагачення неонгелієвої суміші з малопродуктивних потоків. Запропоновані варіанти включення зовнішніх апаратів первинного концентрування в схеми ПРУ, які не обладнані такими системами. Проведені техніко-економічні дослідження комплексу установок для збагачення та очищення неонгелієвої суміші; обґрунтована необхідність введення вакуумного ступеня в склад установки первинного концентрування легких інертних газів. Впровадження розробленої системи дозволить підвищувати концентрацію первинної Ne+He суміші в 15...50 разів з високою часткою видобування.

Особистий внесок здобувача полягає у вирішенні основних методичних, теоретичних і практичних питань, зокрема: розробка алгоритмів (програм) розрахунку теплообмінних апаратів (рекуперативних теплообмінників, конденсаторів-випарників) в редакторі MathCad; проектування стендового устаткування для дослідження процесів ректифікації; розробка дослідно-промислового зразка концентратора низькопотенційного потоку Ne-He-суміші. Авторів також належать: результа-

ти дослідження ректифікаційних насадкових колон; дослідні дані по насиченню рідкого азоту неонем (гелієм) для підготовки суміші-імітатора з заданою концентрацією, а також експериментальні характеристики, отримані в дослідно-промисловій установці збагачення неонгелієвого потоку з витратою до 220 нм³/год.

Особистий внесок автора підтверджується публікаціями, підготовленими в співавторстві з науковим керівником, в яких розкриваються різні аспекти дисертаційної роботи. Виготовлення і випробування створених апаратів проведені з використанням лабораторно-аналітичної бази кафедри криогенної техніки ОДАХ і устаткування ТОВ «Айсблїк», м. Одеса.

Апробація результатів дисертації. Основні положення, результати і висновки дисертації представлялися на 9th International Conference «Cryogenics 2006» (Praha, 2006), Ammonia Refrigeration Technology for Today and Tomorrow (Ohrid, Macedonia, 2007), III-й міжнародної науково-технічної конференції «Низкотемпературные и пищевые технологии в XXI веке» (Санкт-Петербург, 2007), 10th International Conference «Cryogenics 2008» (Praha, 2008), Международной научной конференции «Промышленные газы» (Москва, 2009), Humboldt-Kolleg «Sciences, Engineering, and Humanities for the Energy World» (Одеса, 2009), 6-й міжнародній науково-технічній конференції «Сучасні проблеми холодильної техніки і технології» (Одеса, 2009), 6-ой міжнародної науково-практичної конференції «Криогенные технологии и оборудование. Перспективы развития» (Москва, 2009), IV-й міжнародної науково-технічної конференції «Низкотемпературные и пищевые технологии в XXI веке» (Санкт-Петербург, 2009), 10-м Международном юбилейном семинаре «Повышение эффективности и безопасности производства продуктов разделения воздуха» (Одесса, 2009), 11th International Conference «Cryogenics 2010» (Praha, 2010), щорічній Науково-технічній конференції студентів, аспірантів, молодих вчених «Сучасні проблеми холодильної техніки і технології» (Одеса, 2010), Round Table «Global climate changes» (Одеса, 2010), 11-м Международном семинаре «Повышение эффективности и безопасности производства продуктов разделения воздуха» (Одесса, 2010), Международной научно-технической конференции «Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ» (Санкт-Петербург, 2010), Международной научной конференции «Инновационные разработки в области техники и физики низких температур» (Москва, 2010).

Публікації. Матеріали дисертації опубліковані в 12 статтях і 13 матеріалах конференцій.

Структура дисертації. Дисертація складається з введення, чотирьох розділів, списку використаної літератури з 150 найменувань і містить 122 сторінок основного тексту, 34 таблиць і 57 малюнків.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У введенні обґрунтована актуальність теми, показаний зв'язок роботи з державними програмами. Сформульовані цілі і завдання дослідження. Наведені наукові результати, особистий внесок претендента, відомості про апробацію результатів дисертації.

У першому розділі приведені результати досліджень різних джерел інертних газів. Визначені перспективні напрями, які дозволять суттєво збільшити об'єми випуску гелію і неону.

В Україні встановлено більше 30-ти повітрянорозподільних установок високої продуктивності (понад 180 тис. нм³/год повітря), розроблених провідними виробниками (БАТ «Кріогенмаш», Росія; Linde, Німеччина; Air Liquide, Франція; Red Mountain, США) і обладнаних вузлами первинної концентрації інертних газів: гелію, неону, криптону і ксенону (рис. 1). Їх потенціал – 450 тис. нм³/рік неонгелієвого і більше 40 тис. нм³/рік криптоноксенонового концентрату (з розрахунку на чисті суміші цільових продуктів).

Наведені дані про частку видобування первинних концентратів інертних газів, визначені напрями вдосконалення схемних рішень ПРУ (рис. 2). Цей напрям дозволить збільшити випуск неону, криптону і ксенону на 20...50%, проте, він пов'язаний із значними капітальними витратами на реконструкцію діючих ПРУ.

На території України експлуатується ряд ПРУ, не обладнаних апаратами первинної концентрації інертних газів (див. рис. 1, 2, табл. 1). Введення вказаних установок в технологічний процес отримання інертних газів в якості сировинних джерел дозволить збільшити об'єми їх виробництва на 10...15% з мінімальними капітальними витратами.

У хімічній галузі України зосереджено шість підприємств по випуску аміаку. Віддугтеві потоки цих виробництв містять в концентрованому вигляді всі інертні гази, включаючи гелій і аргон. При організації першої черги розділення віддугтевої суміші існує можливість отримання рідкого або газоподібного аргону, а також концентратів криптону і ксенону на основі метану. Сепарація водневого потоку на рівні температур 20...26 К дозволить отримати гелієвий і неоновий концентрати в суміші з воднем. Проте такий крок вимагає значних капіталовкладень і великих енерговитрат.

В результаті проведеної роботи визначений основний напрям подальших досліджень. Вони полягають в розробці фізичних і технологічних принципів конденсаційних систем концентрації і оснащення ними ПРУ, не обладнаних первинними засобами збагачення. При цьому легкі інертні гази будуть отримані з низькопотенційних потоків (1...2% Ne+He), які на даний час викидаються в атмосферу.



Рис. 1. Розташування ПРУ великої і середньої продуктивності на карті України

Другий розділ дисертації присвячений попереднім дослідженням, спрямованим на створення дослідно-промислової установки для первинної концентрації Ne-He суміші.

Оцінка продуктивності ПРУ, не обладнаних вузлами первинного збагачення інертних газів (на території України), дозволила визначити, що у складі повітря, що поступає на розділення, міститься більше 60 тис. $\text{nm}^3/\text{рік}$ неонгелієвої і 3 тис. $\text{nm}^3/\text{рік}$ криптооксенової суміші у розрахунку на чисті продукти (див. табл. 1).

Основною проблемою при створенні дослідної установки, було забезпечення її промисловими ($150\ldots 200 \text{ m}^3/\text{год}$) витратами неонгелієвої суміші з концентрацією $1\ldots 2\%$ Ne+He в азоті. В якості джерела основного компоненту був використаний рідкий N_2 з тиском $5\ldots 6$ атм. При його газифікації було отримано холодний потік з вказаними параметрами.

Практикувалися два методи приготування початкового продукту. Перший полягав в підмішуванні в потік холодного газоподібного азоту неонгелієвої суміші, що подається з балона (рис. 3, а). Цей варіант не дозволяв витримувати достатньо стабільного складу, але він забезпечував практично необмежений час роботи і був рекомендований до використання переважно в пускових режимах.

Для отримання більш достовірної інформації в установку потрібно подавати продукт із стабільним складом. Суміш готувалася в спеціально створеному апараті шляхом насичення рідкого азоту газоподібною неонгелієвою сумішшю (рис. 3, б). 3

графіка (рис. 3, в) виходить, що «коридор» необхідних концентрацій і тисків був забезпечений при температурах $77\ldots 95 \text{ K}$ і тисках $5\ldots 6$ атм.

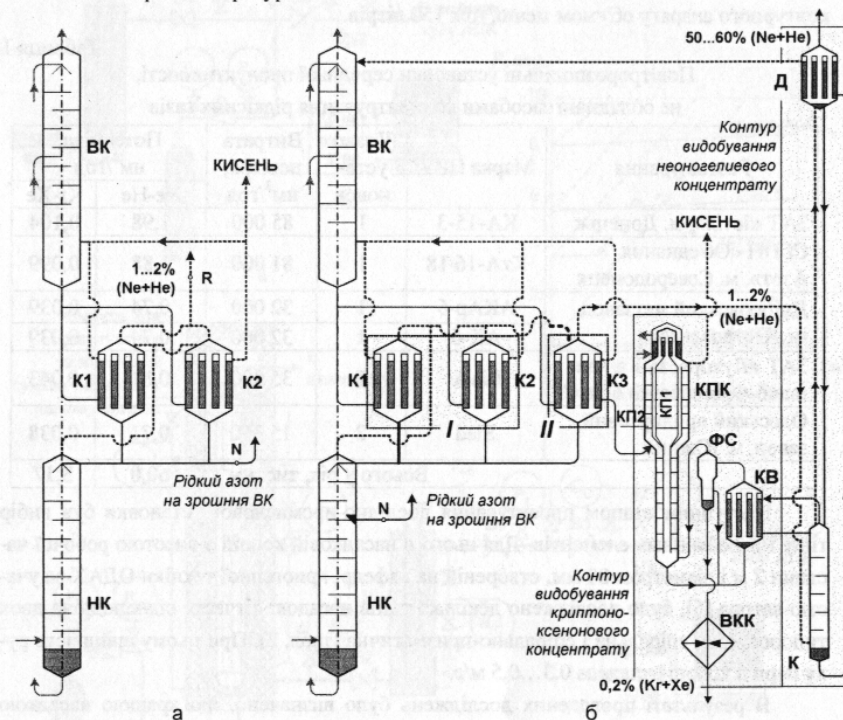


Рис. 2. Спрощена схема повіторозподільних установок, не обладнаних (а) і обладнаних (б) системами вилучення рідкісних газів (гелію, неону, криптону і ксенону).

Контур розділення повітря: НК і BK – нижня і верхня колони; K1-K3 – основні конденсатори.

Контур ПКК: KPK – колона первинної концентрації криптону; FC – фазовий сепаратор; BKK – випарник бідного криптооксенового концентрату.

Контур збагачення сирови Ne-He суміші: Д – дефлегматор; КНГ – відгінна колона для вилучення «легких» газів з азотної флегми Д; KB – конденсатор-випарник; R – неонгелієва суміш на регенерацію блоку очищення; N – точка відбору рідкого азоту на зрошування верхньої колони

Після барботажного насичення рідини вона газифікувалась в азотних нагрівачах і спрямовувалась в установку. Другий метод приготування суміші-імітатора забез-

печував точність складу $\pm 0,1\%$, але тривалість живлення при такій подачі не перевищувала 40 хвилин, оскільки в процесі роботи вона обмежувалась місткістю одного контурного апарату об'ємом менш, ніж 150 літрів.

Таблиця 1

Повіторозподільні установки середньої продуктивності, не обладнані засобами концентрування рідкісних газів

Розташування	Марка ПРУ	Число установок	Витрата повітря, $\text{м}^3/\text{год}$	Потенціал, $\text{нм}^3/\text{год}$	
				Ne-He	Kr-Xe
ЗАТ «Істіл», м. Донецьк	КА-15-3	1	85 000	1,98	0,104
СГПП «Об'єднання Азот», м. Северодонецьк	КТА-16/18	1	81 000	1,88	0,099
Дніпровський метзавод ім. Петровського	АКАр-6	1	32 000	0,74	0,039
	АК-6	1	32 000	0,74	0,039
ЗАТ «Лукор», м. Калуш Івано-Франківська обл.	Linde	1	35 000	0,81	0,043
Одеський припортовий завод, м. Южний	Siad	2	15 360	0,71	0,038
Всього у рік, тис. нм^3 :				60,0	3,17

Наступним етапом проектування дослідно-промислової установки був вибір типу масообмінних елементів. Для цього в насадковій колоні з висотою робочої частини 2 м і діаметром 80 мм, створеній на кафедрі криогенної техніки ОДАХ за участю автора [6], було досліджено декілька типів насадок: сітчаста сідлоподібна двох типорозмірів; спіральна і спірально-призматична (табл. 2). При цьому швидкість руху пари в колоні складала 0,3...0,5 м/с.

В результаті проведених досліджень було визначено, що кращою насадкою для розділення суміші (Ne+He)-N₂ при високих швидкостях пари є сітчаста сідлоподібна з розмірами елементів 10×10×0,2 мм. Вона забезпечувала прийнятну величину висоти одиниці перенесення і достатньо низьке значення питомого опору шару при заданих витратних характеристиках.

Третій розділ роботи присвячений дослідженню створених дослідно-промислових систем [7-12] і узагальненню експериментальних даних.

На рис. 4, а представлена спрощена схема промислового апарату первинного концентрування, а на рис. 4, б – T-s-діаграма для азоту, на якій показані основні процеси в установці.

Розробки дослідно-промислової системи пов'язана розрахунками розмірів її основних елементів: теплообмінника-рекуператора і апаратів, що входять до складу сепаратора – насадкової частини і двох конденсаторів-випарників (дефлегматор ДК і випарник в кубі КВ, рис. 4, в).

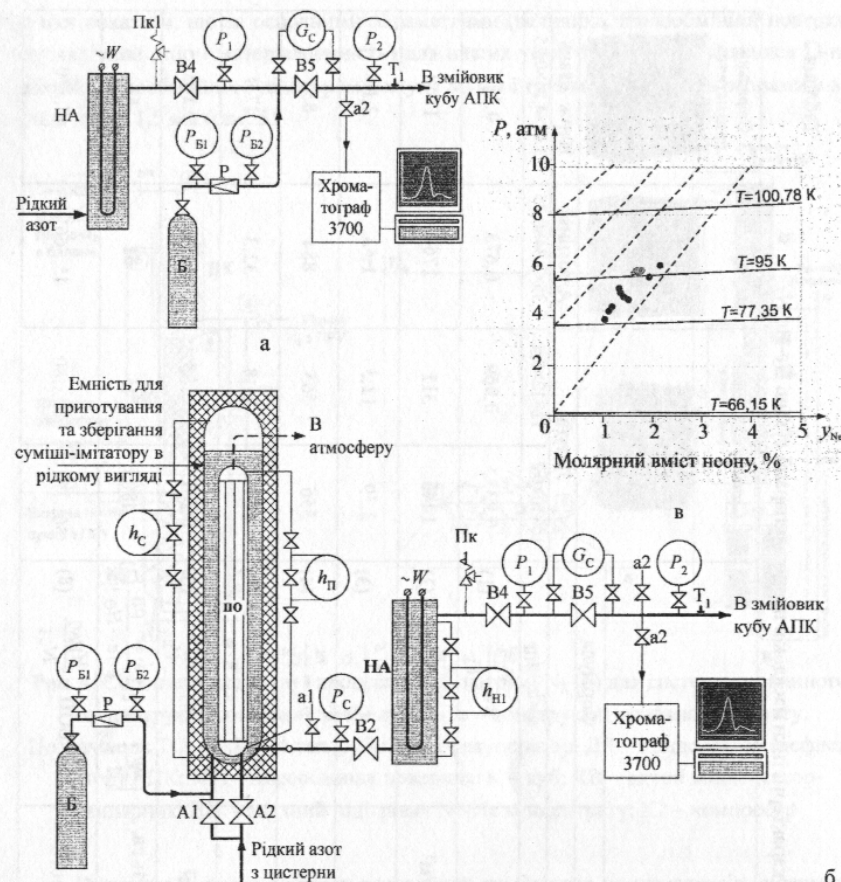


Рис. 3. Варіанти приготування суміші-імітатора. а – схема змішення в потіці; б – приготування суміші в спеціальному апараті; в – результати отримання модельної суміші в рідкому вигляді.

Позначення: Б – балон з неонгелієвою сумішшю; НА – нагрівач азоту; ПО – переохолоджувач; а2 – відбір суміші на аналіз

Були проведені техніко-економічні розрахунки рекуператорів двох типів: U-подібного і витого кожухотрубного теплообмінників. В процесі досліджень потребувалось розробити методику конструктивного розрахунку U-подібного теплообмінника з оребреними та гладкими зовнішніми стінками трубок. Порівняльні розра-

Таблиця 2

Технічні характеристики насадок в процесі сепарації суміші Ne-He-N₂

Параметр	Формула	1. Сітчаста сірподібна			2. Спиральна			3. Спирально-призматична		
		Латунь			Алюміній			Нерж. сталь		
Матеріал		10×10×0,2			3,35×3,34×0,75			3,66×4,24×0,25		
Характерні розміри насадки, мм		12×12×0,4			0,969			0,894		
Вільний об'єм (пористість), м ³ /м ³		0,935			0,673			0,894		
Питома масообмінна поверхня, м ² /м ³		1446			311			1700		
Еквівалентний діаметр, мм		2,59			12,5			2,10		
Насипна маса, кг/м ³		556			884			836		
Питомий опір сухої насадки, Па/м		22,5			21,8			27,0		
Питома утримуюча здатність, м ³ /м ³		0,161			0,158			0,165		
Питомий опір насадки, яка зрошується, Па/м		48			45			53		
Висота одиниці переносу в режимі повної флегми і постійного теплового потоку (2 кВт), мм		50...72			62...80			47...70		

10

хунки показали, що за основними параметрами (величина теплообмінної поверхні, гідравлічний опір і матеріалоемність) для наших умов переважним виявився U-подібний теплообмінник з діаметром кожуху 80 мм і трубками Ø12 мм з ребрами у вигляді дроту 1,5 мм (рис. 5).

11

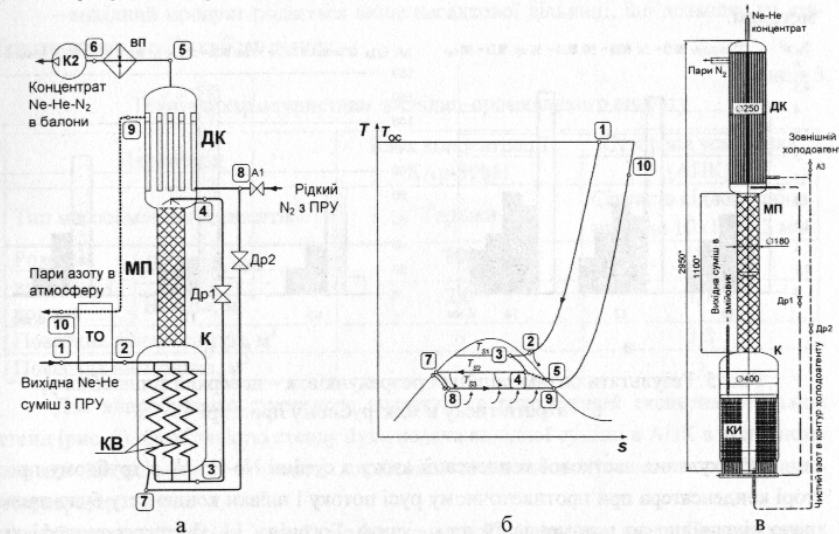


Рис. 4. Спрощена схема (а) і процеси в T - s -діаграмі N₂ (б) для системи первинного концентрування неонгелієвої суміші; в – конструкція основного апарату. Позначення: ТО – вхідний теплообмінник-рекуператор; ДК – конденсатор (дефлегматор) АПК; МП – масообмінна поверхня; К – куб; КВ – витий конденсатор-випарник; ВП – водяний підігрівач Ne-He концентрату; К2 – компресор

Вивчення відомих методик розрахунку трубчастих конденсаторів-випарників показало, що для розробки подібного апарату в нашому випадку існує два підходи: 1) моделювання теплообмінного апарату з урахуванням часткової конденсації одного з компонентів трьохкомпонентної суміші; 2) розрахунок масообмінного апарату потокової конденсації з урахуванням теплових ефектів.

Методика розрахунку конденсатора АПК була розроблена на базі першого підходу. Поверхня теплообміну, віднесена до внутрішньої поверхні трубок при заданому тепловому потоці Q

$$F = \frac{Q}{\alpha \cdot (T_{CT} - T_S)}, \quad (9)$$

де α – коефіцієнт тепловіддачі, Вт/(м²·К); $T_{\text{СТ}}$ – температура стінки, К; T_s – температура потоку всередині труби, К. Коефіцієнт тепловіддачі в процесі кипіння з достатньою точністю розраховується за критеріальними залежностями для кипіння в великому об'ємі. Невідома температура стінки $T_{\text{СТ}}$ визначалась графо-аналітичним методом.

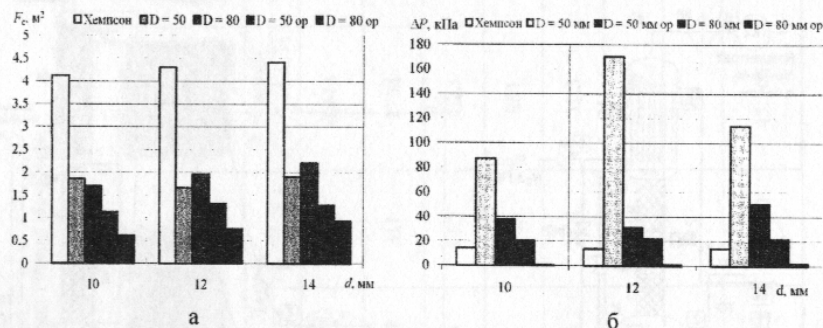


Рис. 5. Результати оптимізаційних розрахунків. а – поверхня теплообміну; б – втрати тиску в міжтрубному просторі

Урахування часткової конденсації азоту з суміші Ne-He-N₂ в трубному просторі конденсатора при протivotочному русі потоку і плівки конденсату було проведено відповідно до рекомендацій д.т.н., проф. Гогоніна І.І. (Інститут теплофізики Сибірського відділення Академії Наук Росії, м. Новосибірськ, Росія):

$$Nu = c \cdot Re^{0.8} \cdot Pr^{0.43}, \quad (10)$$

де $c = f(P)$ – коефіцієнт, що враховує неповну конденсацію потоку; Re – число Рейнольдса; Pr – число Прандтля.

Коефіцієнт у формулі (10) знаходиться для умов неповної конденсації потоку усередині труб та дорівнює:

$$c = 0.5 \left(\sqrt{1 + x_1 \left(\frac{\rho_p}{\rho_{\text{II}}} - 1 \right)} + \sqrt{1 + x_2 \left(\frac{\rho_p}{\rho_{\text{II}}} - 1 \right)} \right), \quad (11)$$

де x_1 і x_2 – масові витратні паровмісти у вхідному і вихідному перетині; ρ_p і ρ_{II} – щільність рідини і пари, відповідно, кг/м³. Для умов конденсації в досліджуваному апараті коефіцієнт c знаходиться в інтервалі 5,3...6,1.

У табл. 3 представлені характеристики розробленого АПК (див. рис. 4, в) порівняно з найближчим відомим аналогом – блоком концентрування неонгелієвої суміші повітрянорозподільної установки КАр-30М1, що складається з двох апаратів: дефлегматора і відгонної колони. Принципові відмінності створеної установки від прототипу:

– масообмінна частина апарату використовується не тільки для підвищення вмісту Ne-He в концентраті, але і для «відпарювання» легких компонентів з рідини (азотної флегми);

– непрямий підвід тепла до кубу апарату;

– вихідний продукт подається вище насадкової дільниці, що дозволяє не «забруднювати» Ne-He кубову рідину.

Таблиця 3

Технічні характеристики дослідно-промислового апарату

Параметри		Блок концентрації КАр-30М1	Створена установка (АПК)
Тип масообмінних елементів		Тарілки	Сітчаста сідлоподібна насадка 10×10×0,2 мм
Розміри відгонної колони	Діаметр, мм	700	180
	Висота, м	2,0	1,1
Поверхня конденсатора, м ²		6	3,8
Поверхня випарника, м ²		–	3

Для випробування створеного апарату був розроблений експериментальний стенд (рис. 6). Особливістю стенду була подача вихідної суміші в АПК в холодному вигляді. Це дозволило в процесі досліджень виключити зі схеми теплообмінник-рекуператор.

Витрата суміші (см. рис. 6) задавалась двома нагрівачами азоту. Для створення витрати до 100 нм³/год включали один нагрівач потужністю 7,5 кВт. Збільшення витрати суміші до 200...220 нм³/год досягалося шляхом одночасної роботи двох нагрівачів.

Основними завданнями, що вирішувались в результаті експериментальних досліджень, були:

– визначення принципової можливості отримання неонгелієвого концентрату з бідної суміші (0,5...2,5% Ne+He) із заданою витратою і температурою $T = 150...250$ К;

– оцінка впливу витрати і складу початкової суміші на частку вилучення цінних компонентів;

– пошук режимних параметрів, при яких мінімізуються втрати цінного продукту з фракцією, яка виводиться з контуру (рідким азотом);

– оцінка питомого споживання зовнішнього холодоагенту в процесі роботи АПК в досліджуваних режимах роботи;

– виявлення граничних можливостей (по витраті вихідної суміші і складу продукту на вході) для розробленого апарату з метою створення модельного ряду нових установок і впровадження їх у виробництво.

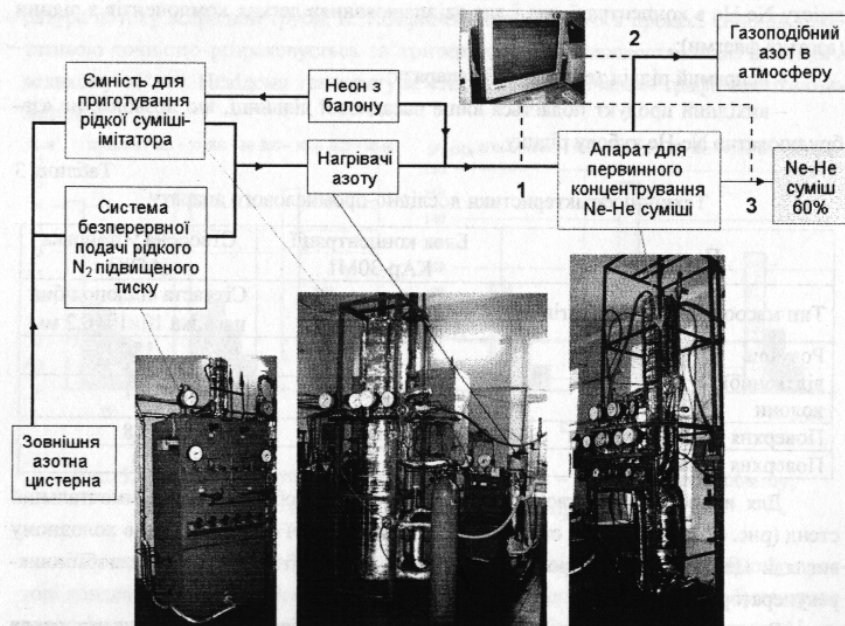


Рис. 6. Структурна схема і зовнішній вигляд апаратів що входять до складу експериментального стенду

Таблиця 4

Результати випробувань первинного конденсатору

Параметр	Розмірність	Експеримент				Розрахунок
Витрата, м ³ /год	суміші	160	170	180	220	200
	в т.ч. Ne-He	2,4	3,4	2,9	4,4	2,0
Зміст неону і гелію, %	на вході	1,5	2	1,6	2	1,0
	у кубі	<<0,1	<<0,1	<<0,1	0,1	
	у продукті	60	60	55	50	
	у колоні	3,5	3,3	3,8	3,5	
Тиск, атм	на вході	4,8	4,5	5,2	5,0	
	у колоні	3,5	3,3	3,8	3,5	
Витрата рідкого N ₂	кг/год	44,8	54,4	46,8	66	22
	кг/м ³ суміші	0,28	0,32	0,26	0,3	0,11
	кг/м ³ (Ne-He)	19	16	16	15	11
Частка вилучення	%	99,3	99,5	99,4	95	99

В ході експериментів досягнуто промислові витрати вихідної суміші (табл. 4). Газовий аналіз кубового продукту показав, що концентрація неону в розрахунковому режимі була нижча за межу точності приладу, яка дорівнювала 0,1%. Таким чином, розрахована за результатами експерименту частка видобування в більшості дослідів склала не менш ніж 99%.

Дослідження різних режимів роботи дослідно-промислової установки показало, що відхилення від розрахункових режимів по концентрації початкової суміші в 1,5 рази (до 3% Ne+He) призводить до значного зниження частки вилучення (до 90...93%). При збільшенні витрати початкової суміші до 220 м³/год вміст неону і гелію в концентраті трохи знижується (див. табл. 4), а частка вилучення цінного продукту становить до 95%. Похибка розрахунку частки вилучення за результатами експерименту складає 3%.

У четвертому розділі розглянуті економічні аспекти впровадження у виробництво систем первинного концентрування. Зокрема, вивчення енергоспоживання показало, що питомі витрати зовнішнього холодоагенту (рідкого азоту), який є необхідним в процесі роботи, незначні (не більше 10%) в порівнянні з масою азоту, що конденсується із суміші.

В процесі первинного збагачення неонгелієвої суміші існує можливість отримувати концентрат з вищим вмістом цінних продуктів. Для цього можна встановити на виході із установки ступінь для додаткового охолодження потоку концентрату (вакуумну ступінь). Були досліджені два варіанти організації технологічного ланцюжка збагачення і очищення неонгелієвої суміші (рис. 7).

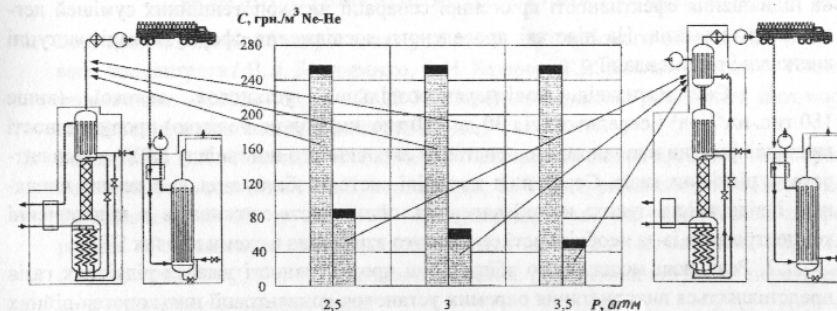


Рис. 7. Питомі витрати на збагачення неонгелієвої суміші в АПК з урахуванням транспортних витрат і подальшої переробки в блоці остаточного очищення.

□ транспортні витрати; ■ експлуатаційні витрати

1. Апарат первинного збагачення не містить вакуумного ступеню і видає суміш з концентрацією 60% Ne+He (див. ліву частину рис. 7). Цю суміш потрібно перевезти на підприємство, де відбувається її додаткове концентрування при тискові 1,0 МПа і остаточне очищення перед розділенням на неон і гелій в низькотемпературному блоці адсорберів [1, 4, 5].

2. АПК містить вакуумний ступінь і, залежно від робочого тиску в насадковій колоні, на виході забезпечує суміш з концентрацією 80...90% Ne+He (див. праву частину рис. 7). Таку збагачену суміш також відправляють на підприємство, яке отримує неон і гелій в чистому вигляді.

На виході з дефлегматора, який передує блоку адсорберів, концентрація суміші складає 93%. Розрахунки були виконані для доставки неонгелієвої суміші, отриманої в АПК впродовж року, на відстань 1000 км.

Дослідження, проведені по методиці, розробленій за участю автора [2, 3] показали, що вартість експлуатації апарату первинного збагачення з вакуумним ступенем в 1,2 разу вище, ніж без нього. Проте оцінка транспортних витрат і витрат на конденсаційне очищення в дефлегматорі, вбудованому в адсорбційний блок остаточного очищення, показало, що включення вакуумного ступеню до складу АПК знижує загальні витрати на збагачення бідної неонгелієвої суміші в 3...6 разів. Причиною економії є зменшення кількості тари, еквівалентної об'єму домішки (N_2), що марно перевозиться.

ВИСНОВКИ І РЕЗУЛЬТАТИ

У дисертації отримано нове рішення науково-практичної задачі, направленої на підвищення ефективності кріогенної сепарації низькопотенційних сумішей легких інертних газів. На підставі проведеного дослідження сформульовані наступні висновки і рекомендації:

1. Систематизація повітрянороздільних установок великої (вище 180 тис. $nm^3/год$) і середньої (від 30 до 180 тис. $nm^3/год$ по повітрю) продуктивності виявила причини неповного використання сировинного потенціалу ПРУ за концентратами рідкісних газів. Серед них: застарілі системи збагачення, а, в деяких випадках, і відсутність таких; незацікавленість підприємств-споживачів в підключенні концентраторів із-за необхідності серйозного втручання в схеми діючих ПРУ.

2. Реальною можливістю збільшення продуктивності джерел рідкісних газів представляється використання окремих установок концентрації низькопотенційних потоків. Розроблені зовнішні системи вилучення неону і гелію з бідних сумішей легко стикаються зі схемами більшості ПРУ і вписуються в класичну технологію збагачення і очищення неонгелієвої суміші.

3. Використання вискоефективного насадкового апарату з непрямым підведенням тепла дозволяє понизити втрати неону і гелію при їх видобуванні з бідних

сумішей в зовнішньому (по відношенню до ПРУ) сепараторі.

4. Для живлення установок конденсаційного збагачення високовитратними потоками в лабораторних умовах доцільно готувати суміші-імітатори в рідкому вигляді шляхом розчинення неону (гелію) в азоті при $P = 0,6...0,8$ МПа і $T \approx 78...90$ К з подальшою газифікацією потоку на вході в апарат.

5. Вибір оптимальних насадок в колоні АПК для «відпарювання» Ne і He з азотного конденсату припускає компроміс технологічних, гідродинамічних і масогабаритних характеристик. Для швидкостей пари 0,3...0,5 м/с з досліджених структур оптимальним типом є сітчасті сідлоподібні елементи з визначальними розмірами $10 \times 10 \times 0,2$ мм.

6. Кращим типом теплообмінника-рекуператора серед досліджених варіантів є U-подібний кожухотрубний апарат з діаметром кожуха 80 мм і трубками $\varnothing 12$ мм, що мають ребра у вигляді дроту $\varnothing 1,5$ мм.

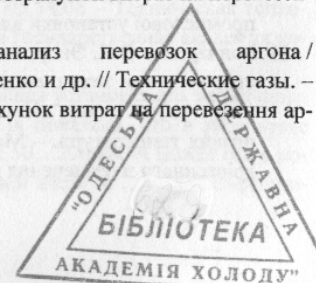
7. Експериментальні дослідження АПК в умовах, відповідних до промислової експлуатації підтвердили адекватність розрахункової моделі технічним характеристикам розробленого апарату. При переробці початкової суміші з витратою до 200 $nm^3/год$ і концентрацією 1...2% Ne+He отримані значення частки вилучення не нижче 99%.

8. Прогнозована питома витрата зовнішнього холодоагенту (рідкого N_2) в процесі переробки бідного концентрату не перевищує 4...6 кг на 1 nm^3 чистої неонгелієвої суміші;

9. Зниження в 3...6 разів сумарних витрат на отримання, перевезення і очищення суміші може бути досягнуто за рахунок включення до складу АПК додаткового вакуумного ступеня.

ОСНОВНІ ПУБЛІКАЦІЇ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

1. Бондаренко В.Л. Комбинированная установка для глубокого обогащения неонного концентрата / В.Л. Бондаренко, О.Н. Базаров, Т.В. Дьяченко и др. // Технические газы. — 2005. — № 3. — С. 25-31. Особистий внесок: розрахунок питомого споживання холодоагента в робочий період.
2. Бондаренко В.Л. Техничко-экономический анализ перевозок аргона в газообразном и жидком состоянии / В.Л. Бондаренко, С.Ю. Вигуржинская, О.В. Дьяченко, Т.В. Дьяченко // Сб. трудов 4-ой Международной научно-технической конференции «Современные проблемы холодильной техники и технологии». — Одесса: ОГАХ. — 2005. — С. 130-131. Особистий внесок: розрахунок витрат на перевезення аргону в газоподібному стані.
3. Бондаренко В.Л. Техничко-экономический анализ перевозок аргона / В.Л. Бондаренко, С.Ю. Вигуржинская, Т.В. Дьяченко и др. // Технические газы. — 2006. — № 2. — С. 60-67. Особистий внесок: розрахунок витрат на перевезення аргону в рідкому стані, побудова графіків.



4. Симоненко Ю.М. Установка для исследования процессов в дефлегматоре при разделении смеси (Ne-He)–N₂ / Ю.М. Симоненко, Б.П. Владимиров, Т.В. Дьяченко // 36. наукових праць VII Міжвузівської студентської науково-технічної конференції «Еколого-енергетичні проблеми початку ХХІ століття». – Одеса: ОДАХ. – 2007. – С. 39. Особистий внесок: розрахунок апаратів для дослідної установки.
5. Симоненко Ю.М. Комплекс лабораторных работ в рамках курса «Криогенные методы извлечения редких газов» / Ю.М. Симоненко, Т.В. Дьяченко // 36. наукових праць Науково-технічної студентської конференції «Сучасні проблеми холодильної техніки та технології». – Одеса: ОДАХ. – 2007. – С. 23. Особистий внесок: розробка методики лабораторної роботи на дослідній установці для дослідження процесів в дефлегматорі.
6. Бондаренко В.Л. Экспериментальное изучение процессов сепарации в насадочных колоннах / В.Л. Бондаренко, Т.В. Дьяченко, О.В. Дьяченко, Ю.М. Симоненко // Химическое и нефтегазовое машиностроение. – 2009. – № 10. – С. 22-23. Особистий внесок: розробка методики дослідження масообмінних елементів колон насадок в дослідній установці ректифікації.
7. Бондаренко В.Л. Конденсационные системы обогащения Ne-He смеси и опыт их внедрения на Нижнетагильском металлургическом комбинате / В.Л. Бондаренко, Т.В. Дьяченко, А.А. Лущик, А.Г. Андреев // Технические газы. – 2009. – № 6. – С. 66-70. Особистий внесок: розробка методики розрахунку першого ступеня дефлегматора.
8. Бондаренко В.Л. Технологии обогащения Ne-He смеси в ступенчатых дефлегматорах / В.Л. Бондаренко, Т.В. Дьяченко, Ю.М. Симоненко // Химическое и нефтегазовое машиностроение. – 2010. – № 5 – С.21-28. Особистий внесок: розрахунок першого ступеня дефлегматора (конденсатора-випарника).
9. Бондаренко В.Л. Опыт создания промышленных установок для конденсационного обогащения Ne-He смеси, извлекаемой из атмосферного воздуха / В.Л. Бондаренко, Т.В. Дьяченко, Н.П. Лосяков, Ю.М. Симоненко // Холодильная техника і технологія. – 2010. – № 3 (125). – С. 23-30. Особистий внесок: розрахунок останнього (вакуумного) ступеня дефлегматора.
10. Bondarenko V.L. Primary Enrichment Neon-Helium Concentrate / V.L. Bondarenko, T.V. Diachenko // 36. тез доповідей Щорічної науково-технічної конференції студентів, аспірантів, молодих вчених «Сучасні проблеми холодильної техніки і технології». – Одеса: ОДАХ. – 2010. – С. 81. Особистий внесок: розробка дослідно-промислової установки для первинного збагачення неонгелієвої суміші.
11. Бондаренко В.Л. Энергетическое обеспечение процессов сепарации в производстве редких и технических газов / В.Л. Бондаренко, Т.В. Дьяченко // М.: Сб. тр. межд. научн. конф. «Инновационные разработки в области техники и физики низких температур». – Москва – 2010. С. 3-5. Особистий внесок: аналіз систем криогенного забезпечення в інтервалі температур 50...200 К.

12. Бондаренко В.Л. Альтернативные технологии получения концентратов редких газов / В.Л. Бондаренко, Н.П. Лосяков, Т.В. Дьяченко и др. // Технические газы. – 2011. – №1 – С.42-52. Особистий внесок: розробка дослідно-промислової установки для первинного збагачення неонгелієвої суміші, експериментальні дослідження, обробка результатів, підготовка до друку.

АНОТАЦІЯ

Дьяченко Т.В. Отримання неону та гелію з низькопотенційних газових сумішей методом фазової сепарації. – Рукопис. Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.14.06 – Технічна теплофізика та промислова теплоенергетика. – Одеська державна академія холоду, Одеса, 2011 р.

Проведений аналіз схем повітророзподільних установок з витратою повітря більш 30 тис. нм³/год виробництва ВАТ «Кріогенмаш» (Росія), Linde (Німеччина), Air Liquide (Франція), обладнаних апаратами первинної концентрації неонгелієвої суміші. Вивчені схемні рішення концентраторів та можливість підключення зовнішніх апаратів до установок, не обладнаних первинними концентраторами.

Розроблена схема та створена дослідно-промислова установка для первинного збагачення Ne-He суміші. Проведені дослідження показали, що в результаті збагачення бідної суміші (1...2% Ne+He) з витратою 50...200 нм³/год може бути отриманий неонгелієвий концентрат з вмістом азоту 40...50%. При цьому коефіцієнт добування не нижче 95%. Дослідна установка використовує 15...20 кг рідкого азоту при отриманні 1 нм³ концентрату.

В результаті економічних розрахунків було показано, що встановлення на виході з АПК ступеню очищення зі зниженою температурою призводить до значної економії транспортних витрат (в декілька разів при розрахунку на 1000 км) на перевезення концентрату в пункт виробництва кінцевих продуктів (неону та гелію).

Використання розроблених апаратів в промисловості дозволить додатково отримувати більше 30 тис. нм³ неону та гелію на рік.

Ключові слова: збагачення; сепарація; ректифікація; апарат первинної концентрації; неон; гелій; коефіцієнт видобування; питоме енергоспоживання.

АННОТАЦИЯ

Дьяченко Т.В. Получение неона и гелия из низькопотенциальных газовых смесей методом фазовой сепарации. – Рукопись. Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.14.06 – Техническая теплофизика и промышленная теплоэнергетика. – Одесская государственная академия холода, Одесса, 2011 г.

Разработана схема и создана опытно-промышленная установка для первичного обогащения Ne-He смеси. Проведенные исследования показали, что в результате обогащения бедной смеси (1...2% Ne+He) с расходом 50...200 нм³/ч может быть получен неонгелиевый концентрат с содержанием в нем азота 40...50%. Коэффициент

ент извлечения не ниже 95%. Опытная установка потребляет 15...20 кг жидкого азота при получении 1 nm^3 концентрата.

В результате экономических расчетов было получено, что использование дополнительной ступени очистки с пониженной температурой приводит к значительной экономии транспортных расходов (в несколько раз в расчете на 1000 км) на перевозку концентрата в пункт извлечения конечных продуктов (неона и гелия).

Использование разработанных аппаратов в промышленности позволит дополнительно получать более 30 тыс. nm^3 неона и гелия в год.

Ключевые слова: *обогащение; сепарация; ректификация; аппарат первичного концентрирования; неон; гелий; коэффициент извлечения; удельное энергопотребление.*

ABSTRACT

Diachenko T.V. Neon and helium reception from low potential gas mixtures with the phase separation method. – Manuscript. Dissertation for the degree of Candidate of Science (engineering), specialty 05.14.06 – “Thermal physics and industrial thermal energetic”. – Odessa State Academy of Refrigeration, Odessa, 2011.

The scheme developed and pilot unit for primarily enrichment Ne-He mixture was created. The conducted researches showed that as a result poor mixture enrichment (1...2% Ne+He) with the productivity 50...200 nm^3/h can be got neon-helium concentrate with the content 40...50% of nitrogen. Extraction coefficient is not lower 95%. The pilot unit consumes 15...20 kg liquid nitrogen for 1 nm^3 concentrate reception.

As a result of economical calculations was received that the using additional cleaning stages with the lowered temperature leads to the considerable transport charges economy (in once or twice calculating on 1000 km) for concentrate transportation to the point of finished goods reception (neon and helium).

The usage of the developed vehicles will allow in industry to receipt additional more then 30 thousand nm^3 neon and helium per year.

Keywords: *enrichment; separation; rectification; primary concentration device; neon; helium; extraction coefficient; specific energy consumption.*