

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Неорганическая химия: в 3 т. / Под ред. Ю.Д. Третьякова. Т. 3: Химия переходных элементов. Кн. 2 / [А.А. Дроздов, В.П. Зломанов, Г.Н. Мазо, Ф.М. Спиридонов]. – М.: Академия, 2007. – 400 с.
2. Митькин В.Н. Фторокислители в аналитической химии благородных металлов // Журнал аналитической химии. – 2001. – Т. 56. – № 2. – С. 118–142.
3. Mitkin V.N. Fluorination of Iridium Metal and its Application Possibilities in the Synthesis, Analysis and Recovery Technology for Secondary Raw Materials // Iridium: Proc. of Intern. Symp. TMS-2000. – Nashville: Tennessee, 2000. – P. 377–390.
4. Николаев Н.С., Суховерхов В.Ф. и др. Химия галогидных соединений фтора. – М.: Наука, 1968. – 348 с.
5. Барре П. Кинетика гетерогенных процессов. – М.: Мир, 1976. – 399 с.

Поступила 08.09.2009 г.

УДК 66.011.001.57:66.0(075.8)

АНАЛИЗ РАБОТОСПОСОБНОСТИ ЭКСТРАКЦИОННОЙ КОЛОННЫ

С.И. Кривоустов, В.П. Пищулин

Северская государственная технологическая академия

E-mail: pischulin@ssti.ru

Исследованы причины отклонений работы экстракционного оборудования от регламентных норм, проанализированы дефекты в процессе эксплуатации исследуемого оборудования. Определены характеристики часто повторяющихся дефектов при работе комбинированной экстракционной колонны оригинальной конструкции. Классифицированы отклонения, определены коэффициенты конкордации, установлены основные факторы, влияющие на процесс экстракции. Создан алгоритм диагностики работы оборудования. Рассчитан уровень дефектности оборудования за исследуемый период времени. Предложена методика статистической обработки данных способом анкетирования по выборке факторов, влияющих на процесс экстракции. Разработан метод диагностики работы экстракторов.

Ключевые слова:

Оборудование, химико-технологический процесс, экстракция, экстрактор, метод статистической обработки, конкордация, сбой, отказ, отклонение, дефект.

Key words:

Equipment, chemical engineering process, extraction, extractor, technique of statistical processing, concordance, failure, fault, deflection, defect.

В настоящее время методика диагностики технологии и работы оборудования на основе математической статистики с применением ПЭВМ широко применяется в зарубежной и реже в отечественной технологической практике. Применение статистических методов позволяет оперативно и своевременно выявить причину, внести корректировку, устранить намечающиеся отклонения, разработать предупреждающие мероприятия, исключающие повторение выявленной ситуации. Надежность химико-технологического оборудования в большинстве производств обеспечивает стабильность технологического процесса и всего химико-технологического производства [1].

Цель работы состояла в разработке метода диагностики работы оборудования химико-технологического процесса с применением метода математической статистики. Постановка задачи заключалась в следующем: сбор информации по работе оборудования; формирование базы данных с дальнейшей обработкой; выявление дефектов и факторов, влияющих на течение технологического процесса.

В данной работе исследуемым объектом являлся пульсационный колонный экстрактор, входя-

щий в состав каскада экстракционных колонн. В качестве источников информации использовались рабочие материалы, начиная с проектов, конструкторской документации, документов, графиков планово-предупредительных ремонтов, заканчивая документами по отслеживанию параметров и рабочего состояния оборудования на данный момент.

В результате исследования, сбора и обработки материалов выявлено, что основными характеристиками надежности и устойчивой работы оборудования технологического процесса экстракции, как и любого другого химико-технологического процесса, является безотказная работа элементов этого оборудования, приборного оснащения, выполнение требований технологических регламентов (человеческий фактор), бесперебойное обеспечение оборудования энергией.

Впервые на основе теоретических и экспериментальных данных в области применения расчетов теоретико-вероятностного представления, выявлены основные факторы, влияющие на устойчивость и работоспособность пульсационных колонных экстракторов. Разработан и предложен алгоритм, метод диагностики химического оборудования.

Методика заключается: в определении основных характеристик работы исполнительных механизмов и конструктивных элементов оборудования, которые влияют, как фактор, своими сбоями и отказами на работоспособность экстрактора в общей технологической схеме; в установлении часто повторяющиеся дефектов, отклонений в процессе эксплуатации оборудования. В табл. 1 приведены некоторые результаты распределения дефектов и отклонений по квалификации их проявления:

1. По механической части: сбои и отказы исполнительных механизмов, частей запорной арматуры, приводов, насосов; отсутствие герметичности во фланцевых соединениях запорной арматуры, в сварочных соединениях трубопроводов.
2. По контрольно-измерительным приборам и автоматизации: отказы, сбои в системе контроля; неисправности различного характера в работе приборов, контролирующих параметров технологического процесса.
3. По технологической части: замечания и отклонения по ведению технологического процесса (экстракции) – человеческий фактор; отклонения технологических параметров от регламентных норм по результатам проб химического анализа.
4. По энергетической части: замечания и дефекты, связанные с энергообеспечением технологического процесса.

Такая методика позволяет в области химического аппаратного строения, учитывая специфику и типы аппаратов проводить на завершающем этапе разработок расчеты на надежность и устойчивость функционирования, как при разработке новой экстракционной аппаратуры, так и любого другого химического оборудования в технологической схеме.

По результатам полученной сводной информации, как сформированной базы данных, проведена выборка часто повторяющихся дефектов. Целью выборки являлось определение тенденции уровня роста дефектности основного оборудования, который нами исследовался в течение трех лет.

Для этого из всего полученного массива материалов и имеющейся базы данных рассчитан средний уровень дефектности оборудования, который показывает, насколько оборудование, исполнительные механизмы и элементы работоспособны для осуществления и поддержания непрерывного технологического процесса до момента отказа или останова в период эксплуатации [2]. Выполнено распределение дефектов по квалификациям их проявления. По результатам определения характера дефектов и их квалификации проведены следующие расчеты, где a_i – среднее арифметическое значение количества выявленных случаев дефекта и отклонений в день, за текущий месяц в году, распределенных по квалификации их проявления; q_i – среднее арифметическое значение количества выявленных случаев появления дефектов в день каждого текущего месяца в году и распределение их по квалификации, %, где a_1, q_1 – количество отклонений от норм технологических параметров, результатов анализа; a_2, q_2 – количество отказов, сбоев различного характера и неисправностей в работе приборов контролирующих параметры технологического процесса, регулирующих устройств; a_3, q_3 – количество отказов, сбоев в работе механических частей, приводящих к заклиниванию, отсутствию передачи крутящего момента вращающихся деталей: запорной арматуры, узлов, насосов.

1) Для расчета среднего арифметического значения количества выявленных случаев дефекта и отклонений в день, за текущий месяц в году, ра-

Таблица 1. Распределение дефектов по квалификациям их проявления

№ п/п	Квалификация проявления дефектов	Наименование дефекта	Причина
1	Механическая	Отсутствие поступления исходного раствора в колонну экстракции из аппарата подготовки (реактора).	1. Сбой режима пульсации или отказ в работе генератора подачи сжатого воздуха; 2. Отсутствие взаимодействия между механизмом электропривода и запорной арматурой; 3. Отказ в работе механизмов электропривода запорной арматуры.
		Негерметичное фланцевое соединение сопряженных элементов трубопровода.	Не соблюдена последовательность затяжки болтового соединения. Ослабление болтового соединения.
		Негерметичное сварное соединение двух сопряженных элементов трубопроводов.	Свищ. Образование микропор в области сварного шва.
2	Технологическая	Концентрация на выходе раствора превышает значение расчетной концентрации.	Не выдержан температурный режим согласно регламентным нормам.
3	Контрольно-измерительные приборы и автоматизации	Ложное срабатывание сигнализатора оповещения превышения уровня раствора в аппарате выше допустимого.	Среда образования. Окисление контактов, залипание.
		Приборы уровня не отражают истинных показаний при ведении технологического процесса.	Неисправность прибора, требующего его замены.
4	Энергетическая	Периодическое падение давления в коллекторе энергоносителя.	Неисправны генераторы, требующие ревизии его элементов по подаче энергоносителя.

спределенных по квалификации их проявления, применена следующая формула:

$$a_i = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n},$$

где x_1, x_2, \dots, x_n – количество дефектов по характеру и квалификации их проявления; n – количество дней в месяце.

2) Для расчета среднего арифметического значения, общей суммы количества выявленных видов дефектов в день, за текущий месяц в году применена формула:

$$\sum_{i=1}^n A_i = \frac{A_1 + A_2 + \dots + A_n}{n},$$

где A_1, A_2, \dots, A_n – сумма количества дефектов определенного характера в данном месяце года.

3) Для расчета среднего арифметического значения количества выявленных случаев и распределенных по квалификации дефектов в день, каждого текущего месяца в году (в %) применена формула:

$$q_1, q_2, \dots, q_n = \frac{a_1, a_2, \dots, a_n}{n} \cdot 100 \ %.$$

4) Для расчета среднего арифметического значения общей суммы выявленных случаев (в %) и распределение их по квалификации дефектов в день, каждого месяца в году применена формула:

$$\sum_{i=1}^p q_i = \frac{q_1 + q_2 + \dots + q_p}{p},$$

где p – количество видов дефектов распределенных по характеру их проявления.

5) Для расчета среднего уровня дефектности по выявленным видам суммарных дефектов, каждого месяца в году применена формула:

$$q_{cp.} = \frac{\sum_{i=1}^n A_i}{n} \cdot 100 \ %.$$

По результатам расчетов получены значения уровня несоответствий, или уровень дефектности, – отношение количества (случаев) дефектов к их общему числу (уровню или плотности возникновения, появления дефектов в течение определенного временного периода). После чего определено среднее количество всех видов дефектов за весь исследуемый год по следующей формуле:

$$Q_{cp.} = \frac{q_{cp.1} + q_{cp.2} + \dots + q_{cp.r}}{r},$$

где r – количество месяцев.

Полученные значения расчета и сравнительная характеристика уровня дефектности за трехлетний период сведены в табл. 2.

Результаты уровня дефектности показали, что основными факторами, которые влияют на надежность работы оборудования (экстракционных колонн), являются: интенсивная эксплуатация оборудования; человеческий фактор; применение морально и физически устаревшего оборудования;

применение устаревших технологий и методик проведения анализов; квалификация и подбор кадров. Для анализа данных и расчета уровня дефектности нами применена методика статистической обработки мнений специалистов, задействованных в процессе. В виде анкет (тестов) проведен опрос специалистов, задействованных в процессе, в следующем порядке:

1. Возможное появление или часто повторяющиеся дефекты элементов, как факторы, вызывающие отклонения в процессе работы оборудования.
2. Определение и выбор наиболее существенных факторов, влияющих на процесс экстракции и работоспособность оборудования.

По результатам опроса и проведенной выборке составлен массив данных из 20 анкет по следующим признакам:

1. Описание фактора, влияющего на процесс.
2. Перечень дефектов, способствующих появлению фактора, влияющего на процесс.
3. Составление таблицы, где приведено мнение специалистов, а также результаты расчетов по определению степени согласованности мнений специалистов, коэффициента конкордации.

Из всего массива анкет нами представлены результаты анкетирования по одной из них, где вопрос стоял следующим образом: факторы, которые влияют на уменьшение показаний уровня границы раздела фаз в колонне экстракции. Ниже представлены предположительные причины, связанные с появлением отклонений в следующем порядке:

1. Прибор по фиксированию значения границы раздела фаз в нижней отстойной зоне колонны экстракции в неисправном состоянии.
2. Показание давления сжатого воздуха в ресивере выше нормы.
3. Неисправен блок автоматического управления.
4. Отсутствует или ничтожно минимальное значение разряжения в системе очистки пульсационного воздуха.
5. Неудовлетворительная организация сдувки пульсационного воздуха в пульс-камере колонны экстракции.
6. Отсутствует герметичность в корпусе запорной арматуры на трубопроводе подачи сжатого воздуха.
7. Срабатывание сигнала тепловой защиты автоматически регулирующей системы запорной арматуры на трубопроводе подачи пульсационного воздуха.
8. Нарушен режим пульсации в колонне экстракции.
9. Максимально большое разряжение в буферной емкости по приему экстракта из колонны.
10. Минимальное значение параметра режима автоматического управления запорной арматурой

Таблица 2. Уровень дефектности основного оборудования за весь период исследования

№ п/п	Месяц года	a (случаев)			$\sum_{i=1}^n a$	q, %			$\sum_{i=1}^n q, \%$	Q _{ср.} %
		a ₁	a ₂	a ₃		q ₁	q ₂	q ₃		
Первый год исследований										
1	I	0,357	1,143	2,071	3,571	1,275	4,082	7,396	7,822	12,75
2	II	0,322	0,645	1,03	1,997	1,039	2,081	3,323	2,148	6,4
3	III	0,968	0,774	0,258	2,0	3,123	2,497	0,832	2,151	6,5
4	IV	0,367	0,734	0,367	1,467	1,223	2,447	1,223	1,631	5,0
5	V	0,323	0,484	0,452	1,3	1,042	1,561	1,458	1,354	4,1
6	VI	0,466	1,433	1,666	3,567	1,553	4,777	5,553	3,961	11,9
7	VII	0,258	0,710	1,677	2,645	0,832	2,290	5,410	2,844	8,53
8	VIII	0,194	0,613	1,323	2,129	0,626	1,977	4,268	2,290	6,87
9	IX	0,2	0,667	1,3	2,167	0,667	2,223	4,333	2,408	7,22
10	X	0,355	2,129	1,774	4,258	1,145	6,868	5,723	4,579	13,7
11	XI	0,2	2,167	1,333	3,7	0,667	7,223	4,443	4,111	12,3
12	XII	0,258	1,290	1,548	3,097	0,832	4,161	4,994	3,329	9,99
13	Q _{ср.} %	Процент среднего количества по всем видам дефектов за первый год исследований								8,77
Второй год исследований										
1	I	0,355	1,161	2,032	3,548	1,145	3,745	6,555	3,815	11,5
2	II	0,357	1,143	2,071	3,571	1,275	4,082	7,396	7,822	12,8
3	III	0,226	1,161	1,613	3,0	0,729	3,745	5,203	3,226	9,63
4	IV	0,233	0,567	1,9	2,467	0,777	1,89	6,333	3,0	8,22
5	V	0,322	0,645	1,03	1,997	1,039	2,081	3,323	2,148	6,4
6	VI	0,067	0,567	1,1	1,734	0,222	1,89	3,667	1,926	5,78
7	VII	0,2	0,613	1,3	2,5	0,669	1,989	3,987	2,215	7,20
8	VIII	0,355	2,129	1,774	4,258	1,145	6,868	5,723	4,579	13,7
9	IX	0,258	1,433	0,467	2,87	1,090	6,203	4,268	3,854	4,1
10	X	0,968	0,774	0,258	2,17	3,123	2,497	0,832	5,897	6,5
11	XI	0,323	0,484	0,542	1,998	1,142	4,077	5,567	7,075	4,0
12	XII	0,194	0,603	1,303	2,43	0,591	3,290	4,443	5,362	6,45
13	Q _{ср.} %	Процент среднего количества по всем видам дефектов за второй год исследований								8,02
Третий год исследований										
1	I	0,2	0,613	1,3	2,5	0,669	1,989	3,987	2,215	6,65
2	II	0,466	1,433	1,666	3,567	4,777	1,553	5,553	3,961	11,9
3	III	0,323	0,484	0,542	1,998	1,142	4,077	5,567	3,595	10,8
4	IV	0,968	0,774	0,258	2,0	3,123	2,497	0,832	2,151	6,45
5	V	0,194	0,603	1,303	2,43	0,591	3,290	4,443	2,775	8,32
6	VI	0,258	1,290	1,548	3,097	0,832	4,161	4,994	3,329	9,98
7	VII	0,226	1,161	1,613	3,0	0,729	3,745	5,203	3,226	9,77
8	VIII	0,353	2,129	1,774	4,258	1,145	6,868	5,723	4,579	13,7
9	IX	0,067	0,567	1,1	1,734	0,222	1,89	3,667	1,926	5,78
10	X	0,367	0,734	0,367	1,467	1,223	2,447	1,223	1,631	4,89
11	XI	0,357	1,143	2,071	3,571	1,275	4,082	7,396	4,251	12,8
12	XII	0,968	0,774	0,258	2,17	3,123	2,497	0,832	2,151	6,45
13	Q _{ср.} %	Процент среднего количества по всем видам дефектов за третий год исследований								8,987

по регулировке (амплитуды) пульсацией в пульс камере колонны экстракции.

11. Максимальное значение параметра режима автоматического управления запорной арматурой по регулировке уровня (амплитуды) пульсации в предкамере пульс насоса.
12. Неисправно автоматическое управление регулировки запорной арматуры по подаче сжатого воздуха в ресивер и пульсатор.
13. Неудовлетворительная настройка электроприбора запорной арматуры.
14. Неисправность исполнительного механизма.

Результаты опроса мнений специалистов обработаны методом ранжирования, произведены рас-

четы коэффициентов конкордации и сведены в табл. 3. Полученные результаты ранжирования факторов отображены в виде гистограммы, рисунок.

Из приведенной гистограммы результатов ранжирования, установлены наиболее важные факторы, которые имеют максимальные численные значения по сумме квадратов отклонений (№ 14, 2, 3, 12, 13, 1).

По данным табл. 3 был рассчитан коэффициент конкордации, где любая строка такой таблицы содержит натуральный ряд чисел, расположенных в разном порядке [3]. Поскольку среднее арифметическое натурального ряда чисел равно $0,5(k+1)$, где $k=14$, $m=5$, то среднее для всей таблицы будет,

Таблица 3. Результаты мнений специалистов и расчета коэффициента конкордации

Специалист, номер	№ фактора													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
1	3	1	2	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
2	3	2	1	5	4	6	7	8	9	10	11	12	13	14
3	3	1	5	2	4	7	6	8	10	9	11	12	14	13
4	1	3	2	4	5	7	6	8	9	10	11	13	12	14
5	3	2	1	4	5	6	7	9	10	8	12	14	11	13
$\sum_{i=1}^5 x_{ij}$	13	9	11	19	23	32	33	41	47	47	56	63	63	68
d	-24,5	-28,5	-26,5	-18,5	-14,5	-5,5	-4,5	3,5	9,5	9,5	18,5	25,5	25,5	30,5
d^2	600,3	812,3	702,3	342,3	210,3	30,3	20,3	12,3	90,3	90,3	342,3	650,3	650,3	930,3

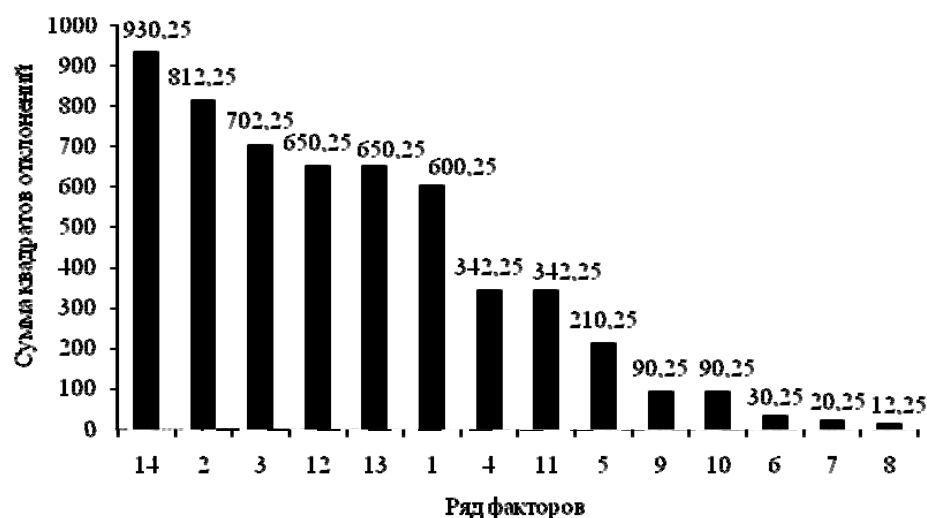


Рисунок. Гистограмма результатов ранжирования факторов приведенной анкеты

$$a = \frac{1}{2} m(k+1) = 37,5; \quad d = \sum_{i=1}^m x_{ij} - a,$$

где k – количество выявленных факторов; m – количество специалистов; $\sum_{i=1}^m x_{ij}$ – сумма значений в столбце данного фактора, d – разность значений суммы данного фактора и средней по всей таблице, откуда сумма квадратов отклонений

$$\sum_{j=1}^k d_j^2 = 5484,2.$$

В качестве характеристики, степени согласованности мнений специалистов принято отношение, получившее статус коэффициента конкордации.

$$W = \frac{\sum_{j=1}^k d^2}{\sum_{j=1}^k d^2 \max} = \frac{12 \sum_{j=1}^k d^2}{m^2(k^3 - k)} = 0,980.$$

Полная согласованность мнений специалистов соответствует $W=1$; полное отсутствие согласованности $W=0$.

Для $k > 7$ величина $[m(k-1)W]$ имеет значение χ^2 – распределение в зависимости от вероятности и числа степеней свободы $f=k-1$. Критическое значение $\chi_{кр}^2$, для 5 %-го уровня значимости и числа степеней свободы $f=13$ $\chi_{кр}^2$ составляет 22,4, что свидетельствует о согласованности мнений специалистов [3]. Предложенная методика статистической обработки результатов мнений специалистов, факторов, влияющих на процесс, позволяет вести учет технического состояния оборудования при выполнении работ, связанных с частотной оценкой дефектов, аварийного риска для оборудования, длительное время находящегося в эксплуатации.

Выводы

1. Исследованы причины отклонений работы экстракционного оборудования от регламентных норм, проанализированы дефекты при эксплуатации исследуемого оборудования, разработан метод диагностики работы экстракторов.
2. Проведен анализ данных на основе анкетирования специалистов, задействованных в процессе экстракции, установлен уровень дефектности с применением методики статистической обработки.

3. Определены коэффициенты конкордации и выявлены критичные факторы, влияющие на процесс экстракции.
4. Разработан алгоритм диагностики работы оборудования химико-технологического процесса

с применением метода математической статистики.

5. Проведена апробация методики в производственных условиях.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Афанасьева Т.А., Блиничев В.Н. Надежность химико-технологических производств. – Иваново, 2007. – 199 с.
2. Кривопустов С.И. Диагностика работы экстракционного оборудования // Актуальные проблемы химической технологии и подготовки кадров: Матер. Всеросс. научно-практ. конф. – Уфа: УГНТУ, 2006. – С. 262–265.

3. Рузинов Л.П. Статистические методы оптимизации химических процессов. – М.: Химия, 1972. – 200 с.

Поступила 26.02.2009 г.

УДК 541.138.2

УДАЛЕНИЕ ПРОЧНОФИКСИРОВАННЫХ РАДИОАКТИВНЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Г.Н. Колпаков, Н.А. Колпакова, В.А. Кузов*, В.И. Хвостов*

Томский политехнический университет
*Сибирский химический комбинат, г. Северск
E-mail: nak@anchem.chtd.tpu.ru

Показана возможность очистки лома нержавеющей стали контура охлаждения промышленного реактора, работающего при высоких температурах («горячая» нитка) от радиоактивных загрязнений электролитическим методом. Установлено, что для труб «горячей» нитки системы охлаждения реакторов очистка происходит ступенчато путем замачивания очищаемой детали в фоновом электролите и последующем электролизе на каждой ступени. Процесс обработки осуществляется сначала в растворе 140 г/дм³ NaCl, а затем в растворе 3 % HNO₃. Образцы труб очищаются от радиоактивных загрязнений с 10⁴ β-частиц/(см²·мин) до фоновых значений.

Ключевые слова:

Радиоактивность, дезактивация, оксидные отложения, электролитическая дезактивация.

Key word:

Radiioactivity, decontamination, oxide layer, electrolytic decontamination.

При выводе из эксплуатации ядерно-энергетических установок образуются металлургические отходы, представляющие собой изделия различных типов, загрязненные радиоактивными веществами. Объемы таких отходов весьма значительны. Задача дезактивации состоит в удалении оксидных слоев и коррозионных отложений, содержащих радиоактивные вещества. Для этих целей применяют химические, механические, физические, электрохимические и электромагнитные способы [1, 2].

В качестве объектов исследований были выбраны стальные трубы выводимого из эксплуатации оборудования промышленных реакторов.

Исследования, проведенные нами ранее, показали, что для удаления фиксированных отложений «холодной» нитки наиболее удобен электрохимический метод [3]. Однако при работе оборудования при высоких температурах радиоактивные отложения более прочно связаны с металлом трубопровода, потому что отложения при высокой температуре спекаются.

Целью данной работы было выбрать условия очистки лома нержавеющей стали контура охлаждения реактора, работающего при высоких температурах («горячая» нитка), от радиоактивных загрязнений электролитическим методом.

Для эксперимента отобраны 3 образца труб отводящего коллектора 1-го контура охлаждения реактора «горячей» нитки длиной 100 мм с внешним диаметром 195 мм и внутренним – 170 мм. Площадь внутренней поверхности образца составляла – 534 см², внешней поверхности – 613 дм². Образцы промаркированы номерами – 1, 2, 3.

Трубы контура охлаждения реактора не входят в состав активной зоны и не имеют наведенную активность. Плотность потока β-излучения и мощность экспозиционной дозы образцов труб, подлежащих очистке, измерялась с помощью дозиметрических приборов РУП-1, ДКС и γ-спектрометра Канберра. Установка дезактивации представляет собой бездиафрагменный электролизер, где в качестве одного из электродов служит дезактивируе-