

**ПРИМЕНЕНИЕ СТАТИСТИЧЕСКОГО
КОНТРОЛЯ ПРОЦЕССОВ (SPC) И ЕГО
ИНСТРУМЕНТОВ К ОЦЕНКЕ ПРОЦЕССА
ПЛАВЛЕНИЯ СЕРНОЙ ПАСТЫ**

© 2009 Овчинникова С.А., Супрун В.В.
(ОАО «Запорожжкокс»)

Сделана попытка оценить процесс плавления серной пасты в цехе сероочистки с помощью инструментов управления, предназначенных для обнаружения, идентификации, оценки и анализа проблем качества, а также для выработки управляющих мероприятий по устранению или недопущению несоответствующего протекания технологических процессов.

An attempt was made to evaluate the process of melting sulfur paste desulphurization in the workshop with the help of management tools designed for the detection, identification, assessment and analysis of quality problems, as well as to formulate control measures to eliminate or prevent the wrong course of technological processes.

Ключевые слова: серная паста, гистограмма, корреляция, стратификация, диаграмма рассеивания, причинно-следственная диаграмма.

.....

Щех мышьяково-содовой сероочистки ОАО «Запорожжокс» эксплуатируется с 2.05.1952 г. За это время оборудование автоклавного отделения и отделения нейтрализации было реконструировано, а именно: автоклавы (их в отделении 4) и нейтрализаторы были изготовлены из нержавеющей стали.

Серная пена после регенераторов поступает в пеносборники. Для каждого блока установлено по одному пеносборнику (диаметр – 3500 мм; высота – 5669 мм). Однако пеносборники не выполняют своего технологического назначения по уплотнению пены до состояния суспензии из-за того, что мешалки не работают.

В пеносборник параллельно с пеной поступает сернистый мышьяк из отделения нейтрализации. Серная суспензия выводится на фильтры одновременно из всех трех имеющихся пеносборников.

Для фильтрации серной суспензии в отделении установлены четыре вакуум-фильтра БОУ-20. Серная паста после вакуум-фильтра подается на участок плавления серы, где установлены четыре автоклава (диаметр – 1200 мм, высота – 3890 мм). Съём плавленной серы с одной операции составляет около одной тонны. Все автоклавы в рабочем состоянии, срок службы – более 35 лет. После того, как в 2004 г. была выведена из эксплуатации установка по производству коллоидной серы, на автоклавах перерабатывается 100 % серной пасты.

До 2003 г. автоклавы выполняли роль резервной установки, которая включалась в работу на период выяснения и устранения причин появления некондиционной продукции, неисправности оборудования либо отсутствия рынка сбыта.

Совмещение двух процессов – получения коллоидной серы и газовой серы – давало некоторую технологическую свободу (по крайней мере, в плане производства того либо иного продукта).

Однако автоклавы имеют ряд недостатков:

- необходимость периодического сбрасывания давления пара в атмосферу;
- большая доля ручного труда, отсутствие автоматизации;
- осложненность контроля технологического процесса;
- возврат на переплавку газовой серы второго сорта, т. к. потребителям необходим продукт, близкий по качественным показателям к природной сере

(характеризующийся отсутствием мышьяка и минимальным содержанием золы).

Автоклав – аппарат периодического действия для плавления серы объемом 3,4 м³, выполненный из нержавеющей стали. Серная паста загружается в автоклав из бункера через горловину, после чего в аппарат добавляется 40-45 кг кальцинированной соды и подается острый пар. В автоклаве поддерживаются давление 0,30-0,36 МПа и температура 135-140 °С, при которой сера имеет наименьшую вязкость. В таких условиях капли расплавленной серы, не смачиваемые водой, опускаются в нижнюю часть аппарата. После отстоя сера выдается в сероприемник. При изменении цвета расплавленной серы (цвет становится темным) ее выдача в приемник готовой продукции прекращается. Темная сера (II сорт) полностью выгружается из автоклава и перерабатывается повторно. Автоклавная жидкость сливается в соответствующий отстойник и после фильтрации возвращается в цикл поглотительного раствора. Таким образом, влияние основных и побочных продуктов процесса плавления на окружающую среду сведено к минимуму. Полнота извлечения серы при ее выплавке в автоклаве зависит от свойств сырья и от среды, в которой происходит процесс.

В октябре 2006 г. на нашем предприятии резко ухудшился процесс плавления серной пасты в автоклавах. Из серной пасты, загружаемой в один автоклав в количестве 1200 кг, производилось 300-400 кг товарного

продукта (вместо 900 кг), остальная сера вывозилась в виде «недоплава» на специальную площадку. С этого времени инженеры исследовательской группы ЦЗЛ совместно с технологами цеха мышьяково-содовой сероочистки проводили работы по выяснению причин периодического ухудшения плавления серы.

Отбирались и анализировались пробы серной пасты, недоплавов и газовой серы в периоды устойчивой работы автоклавного отделения и в периоды, когда серная паста не плавилась..

Используя инструменты статистического контроля процессов SPC (процедура оценивания соответствия процесса требованиям посредством многократных наблюдений, измерений, испытаний и обработки полученных данных методами статистики), попытались найти причины появления несоответствий качества продукции требуемым нормам. Для того, чтобы осуществить статистический контроль процесса плавления серы, собрали достаточно представительный объем данных.

На основании данных о качестве используемого сырья (серной пасты) были построены гистограммы стратификации или диаграмма расслоения. Это классический способ отображения распределения частот появления событий в виде столбцов, колонок, высота которых соответствует частоте появления. Гистограммы показали следующее:

- снижение содержания влаги в пасте – процесс управляемый, описывается нормальным распределением и зависит от одного фактора (частота замены полотен на вакуум-фильтрах);

- содержание роданидов в серной пасте зависит от одного фактора – содержания влаги,

- содержание тиосульфата зависит от трех факторов;

- зольность зависит от трех факторов;

- содержание сульфаты зависит от двух факторов;

- снижение содержания мышьяка – трудно управляемый процесс;

- содержание органических веществ – очень широкий диапазон рассеивания, т. к. в период проведения работы ни один из электрофильтров не работал;

- содержание нафталина – процесс не поддающийся управлению.

На следующем этапе исследований использовали еще один из инструментов статистического контроля и анализа: построение диаграмм корреляции или рассеивания (графическое изображение данных о двух переменных величинах, служащее для выявления зависимости между их значениями). Диаграммы рассеивания показывают, что существует причинно-следственная связь (зависимость) между исследуемыми параметрами процесса и параметрами сырья. Кроме того, диаграммы наглядно демонстрируют поле разброса данных, а также указывают, что с увеличением содержания в сырье влаги, золы, органических веществ, соединений мышьяка, тиосульфата, роданидов, количество серы I сорта уменьшается и увеличивается количество недоплавов.

На основании полученных коэффициентов корреляции K произведено ранжирование факторов, которые влияют на процесс плавления серы:

- содержание роданидов: $K_{кор} = -0,68$;

- содержание мышьяка: $K_{кор} = -0,57$;

- содержание органических веществ: $K_{кор} = -0,46$;

- содержание тиосульфата: $K_{кор} = -0,42$;

- содержание влаги: $K_{кор} = -0,41$;

- содержание соды: $K_{кор} = -0,37$;

- содержание золы: $K_{кор} = -0,36$;

- содержание нафталина: $K_{кор} = -0,28$;

- содержание сульфатов: $K_{кор} = -0,16$.

Используя инструменты логического анализа, а именно – причинно-следственную диаграмму (диаграмма Исикавы), выявили принципы несоответствий, возникающих в процессе плавления.

Диаграмма Исикавы – это графическое изображение, которое в компактной, логически упорядоченной форме отображает влияние различных причин, факторов и событий на конечный результат процесса.

Известно, что определенное событие (например, выпуск бракованной продукции) редко обусловлено единственной причиной. Наиболее вероятными источниками причин появления несоответствий являются: человек, оборудование, оснастка и метод работы, т.е. технология и материал. Это основные источники (области 1М-5М). Однако существуют и другие источники причин, приводящих к сбою технологического процесса. Ими могут оказаться источники энергии, система контроля и т.п.

Для составления причинно-следственной диаграммы были определены источники, а также наиболее вероятные и значимые факторы, способные повлиять на качество процесса плавления серной пасты. Затем анализировали каждый из основных факторов и определили менее значимые.

Схема причинно-следственной диаграммы процесса плавления серной пасты может иметь вид, представленный на рис.1.

С помощью причинно-следственной диаграммы осуществили логический анализ рассматриваемого процесса и приняли следующие решения по управлению им:

1М (человек). Необходимо обучить персонал профессии аппаратчиков автоклавов и повысить разряды, т.е. устранить на данном участке высокую текучесть кадров и их низкую квалификацию;

2М (метод). Метод плавления серы предполагает измерение температуры входящего пара, а также температуры и давления в аппарате плавления. До начала проведения обследования в автоклаве контролировалось только давление.

Во время проведения работ были установлены приборы КИП для измерения температуры в автоклаве.

В июле 2007 г. возникла повторная ситуация по ухудшению прогресса плавления (рис.2), в декабре 2007 г. количество выплавленной серы снизилось с 70 до 0 %. Резкое ухудшение процесса плавления серной пасты совпало с переходом отделения на технологический пар собственного производства с более высокими температурными параметрами (280-305 °С). Поэтому были установлены приборы КИП для контроля температуры пара на входе в аппарат.

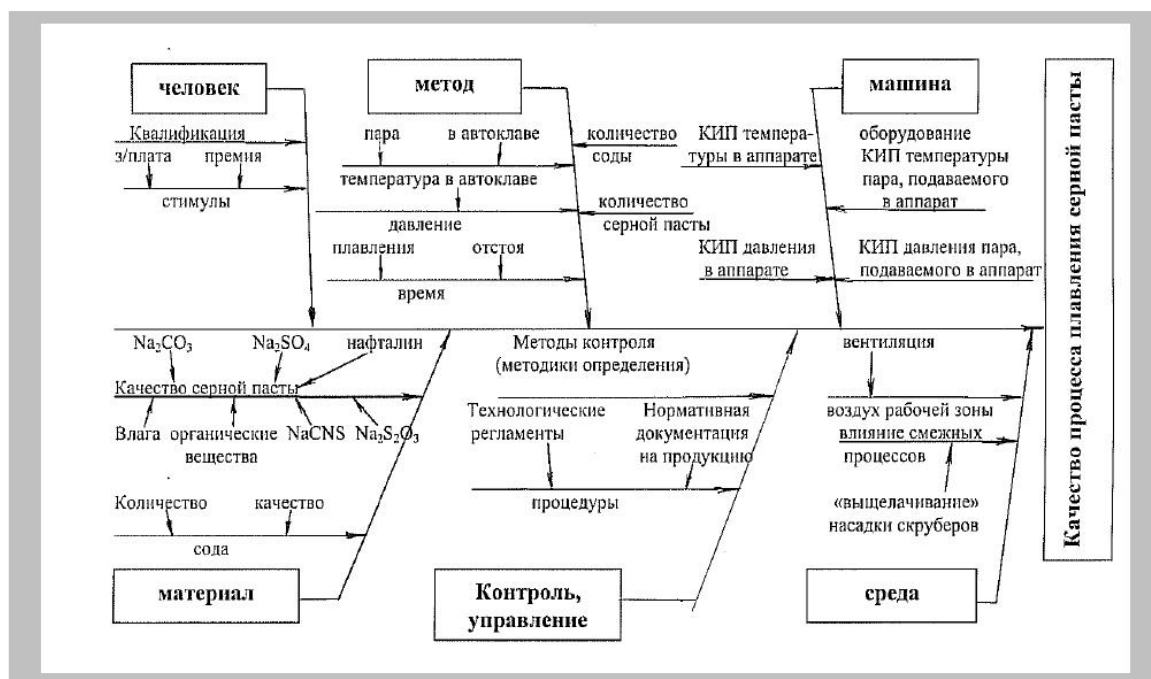


Рис. 1 Схема причинно-следственной диаграммы процесса плавления серной пасты

Кроме того, в паропровод цеха сероочистки (диаметр 300 мм) была вмонтирована форсунка для подачи воды (котловой) с температурой 90-95 °С под давлением до 1 МПа. Температура пара до пароохладителя – 280-300 °С, после – 160-170 °С.

После установки пароохладителя процесс плавления серы проходит более равномерно.

Высокая температура пара – это основная (особая), но не единственная причина, которая вызвала резкое ухудшение процесса плавления.

В разделе **2М** (метод) проверялось также влияние качества и количества соды, подаваемой в автоклав. В аппараты для плавления загружали различное количество (10-40 кг) серной пасты и соды различных поставщиков. Ощутимых результатов не получили. Эти эксперименты проводили до устранения особой причины.

В разделе **3М** (машина и оборудование) произвели установку КИП для контроля температуры пара, подаваемого в автоклав, и температуры в автоклаве. На случай аварийной остановки подачи пара установили на всех автоклавах электрообогрев конуса днища и «тела» автоклава и выполнили термоизоляцию на высоте 1м.

В разделе **4М** (материал) анализировали в различные периоды работы качество серной пасты по показателям содержание влаги, золы, органических веществ, натрия роданистого, тиосульфата, сульфата натрия, углекислого натрия, нафталина. Коэффициенты корреляции были указаны выше.

Анализируя полученные данные, можно скорректировать ранжирование факторов, влияющих на процесс плавления серной пасты:

– содержание мышьяка (работа отделения нейтрализации);

– содержание органических веществ (работа бензольного отделения, эффективность работы электрофильтров);

– содержание влаги (работа вакуум-фильтров).

Для анализа влияния каждого из этих факторов может быть построена причинно-следственная диаграмма.

Раздел **5М** (контроль, управление). В результате проведенных исследований были разработаны новые технологические регламенты отделения нейтрализации, отделения фильтрации серной пасты, отделения плавления серной пасты и отделения кристаллизации серы, которые позволяют достаточно результативно управлять процессом плавления серы.

Кроме того, особое внимание уделяется процессам, которые оказывают влияние на плавление серной пасты: процесс нейтрализации поглотительного раствора, работа электрофильтров, фильтрация серной пасты, работа бензольного отделения цеха улавливания, «вышелачивание» насадки серных скрубберов.

Таким образом, применение статистического контроля качества серы газовой и процесса ее производства, использование инструментов логического анализа результатов статистического контроля позволило определить причины, вызывающие резкое ухудшение процесса плавления серной пасты, а также факторы, влияющие на этот процесс.

Рукопись поступила в редакцию 16.12.2008