



УДК: 665.632.074

Гулрух ЭШДАВЛАТОВА,

Доктор философии по техническим наукам (PhD), доцент Каршинский государственный технический университета

E-mail: eshdavlatovagulrux@gmail.com

ORCID: 0009-0006-4133-2767,

Лукман КАМОЛОВ,

Доктор химических наук (DSc), профессор Каршинский государственный университета

ORCID: 0000-0001-7316-0425

Чиннигул БОБИЛОВА,

Доцент, Каршинский государственный технический университета

ORCID: 0009-0003-1109-2238

На основе рецензии Н.Умирова, доц. КарГУ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ТЕРМОСТАБИЛЬНЫХ СОЛЕЙ В РАСТВОРЕ АЛКАНОЛАМИНА

Аннотация

В данной научной работе изучено образование термостабильных солей (ТСС), образующихся при абсорбции кислых газов (H_2S и CO_2) в аминных абсорберных системах на основе диэтанолamina (ДЭА), их влияние на эффективность процесса и методы их снижения. В ходе исследования очищенные и насыщенные растворы ДЭА анализировались методом титрования. На основании полученных экспериментальных результатов установлено, что увеличение содержания ТС снижает регенерационную способность ДЭА, вызывает пенообразование в абсорбере и замедляет процесс. Также оценена эффективность отделения ТС от раствора с помощью ионообменной смолы (Dowex 50W-X8). Результаты показали, что обработка катионообменником улучшает регенерацию ДЭА и снижает расход амина.

Ключевые слова: очистка аминами, диэтанолamin (ДЭА), термостабильные соли (ТСС), скруббер, титрование, ионообменная смола, регенерация, пенообразование.

ALKANOLAMIN ERITMASIDA ISSIQQA BARDOSHLI TUZLAR MIQDORINI ANIQLASH

Аннотация

Ushbu ilmiy ishda dietanolamin (DEA) asosidagi aminli absorber tizimlarida nordon gazlar (H_2S va CO_2) ni yutish jarayonida hosil bo'ladigan issiqqa bardoshli tuzlar (IBT) ning shakllanishi, ularning jarayon samaradorligiga ta'siri va kamaytirish usullari o'rganildi. Tadqiqot davomida tozalangan va to'yingan DEA eritmalari titrlash metodi yordamida tahlil qilindi. Olingan eksperimental natijalar asosida IBT miqdori oshishi DEA ning qayta tiklanish qobiliyatini pasaytirishi, absorberda ko'piklanish yuzaga kelishi, hamda jarayonini sekinlashtirishi aniqlandi. Shuningdek, ion almashinuvchi smola (Dowex 50W-X8) yordamida IBT larni eritmadan ajratish samaradorligi baholandi. Natijalar shuni ko'rsatdiki, kationit bilan ishlov berish DEA regeneratsiyasini yaxshilaydi va amin sarfini kamaytiradi.

Kalit so'zlar: aminli tozalash, dietanolamin (DEA), issiqqa bardoshli tuzlar (IBT), skrubber, titrlash, ion almashinuvchi smola, regeneratsiya, ko'piklanishni kamaytirish.

DETERMINING THE CONTENT OF THERMOSTABLE SALTS IN ALKANOLAMINE SOLUTION

Abstract

This study examines the formation of thermally stable salts (TSS) formed during the absorption of acid gases (H_2S and CO_2) in amine absorber systems based on diethanolamine (DEA), their impact on process efficiency, and methods for reducing them. During the study, purified and saturated DEA solutions were analyzed by titration. Based on the experimental results, it was established that increasing the TS content reduces the regeneration capacity of DEA, causes foaming in the absorber, and slows the process. The efficiency of separating the TS from the solution using an ion-exchange resin (Dowex 50W-X8) was also evaluated. The results showed that treatment with a cation exchanger improves DEA regeneration and reduces amine consumption.

Keywords: amine cleaning, diethanolamine (DEA), heat-stable salts (TSS), scrubber, titration, ion-exchange resin, regeneration, foaming.

Введение. Термостабильные соли (ТСС), образующиеся в технологии очистки газов, не могут быть удалены из алканоламиновой системы простой регенерацией. Если раствор алканолamina (ДЭА) загрязнен термостабильными солями, возникают следующие проблемы: снижается абсорбционная способность алканолamina в соотношении кислых газов (H_2S и CO_2), что уменьшает эффективность аминовой системы; увеличивается скорость коррозии; в растворе наблюдается пенообразование [1]; происходит потеря амина.

Литературный обзор. Данная аналитическая методика направлена на определение количества термостабильных солей (ТСС) в насыщенных и регенерированных растворах диэтанолamina (ДЭА). Исследование проводится титрованием раствором NaOH. Метод титрования позволяет точно количественно оценить содержание амина путем отделения содержания термостабильных солей [2]. Этот метод является быстрым, надежным и удобным для промышленных лабораторий.

Термостабильные соли образуются в результате взаимодействия диэтанолamina (ДЭА) с различными кислотными компонентами, например, органическими кислотами или реактивными примесями в газе. Как отмечалось выше, увеличение количества таких солей негативно влияет на процесс регенерации абсорбента, снижает его абсорбционную способность и увеличивает энергопотребление в практическом процессе. Поэтому определение их концентрации важно для контроля состояния абсорбента и оценки эффективности процесса. Данные, полученные этим методом, служат для контроля рабочих свойств раствора ДЭА, оптимизации процедуры регенерации абсорбента и обеспечения стабильности его качества в процессе технологического процесса [3-4].

Методология исследования. Краткое описание метода. К образцу, взятому из раствора алканолamina, добавляют ионообменную смолу, состоящую из катионита в форме H^+ (Dowex 50W-X8, 50/100). Это отделяет алканолamin от раствора и превращает соли в кислоты. Оставшийся кислотный компонент титруют стандартным раствором NaOH.

Алканолamin пропускают через специальный катионит. Поскольку растворы аминов реагируют с H_2S и CO_2 во время регенерации, в амине иногда накапливаются органические и неорганические соли, образующиеся из различных кислот. Эти соли снижают абсорбционную способность амина, усиливают коррозию, пенообразование и увеличивают энергопотребление. Поэтому катиониты используются в процессе определения термостабильных солей в растворе ДЭА. Обычно используются сульфокатионы.

Анализ и результаты. На Шуртанском газохимическом комплексе (ШГХМ) регулярно проводится определение количества термостойких солей в растворе диэтанолamina (ДЭА). Целью мониторинга является оценка рабочего состояния абсорбента, контроль эффективности его регенерации и предотвращение снижения абсорбционных свойств ДЭА в процессе технологического процесса. Проверка проводится раз в неделю. Исследование проводилось на насыщенном и регенерированном ДЭА, и во время эксперимента температура в лабораторном помещении, измеренная электронным барометром, составляла $24,9\text{ }^\circ\text{C}$, давление $95,84\text{ кПа}$, а влажность $43,2\%$. Последовательность рабочего процесса следующая [6].

Подготовка ионообменной смолы (катиона) перед использованием: Смолу помещают в коническую колбу, добавляют 10-кратный объем деионизированной воды, тщательно перемешивают в течение 5 минут, затем сливают воду.

Отбирают 10 мл образца регенерированного раствора ДЭА и помещают в скруббер объемом 250 мл. Добавляют 5 граммов катионита и 10 мл деионизированной воды, и в течение 5 минут продувают азотом со скоростью приблизительно $500\text{ см}^3/\text{мин}$. Раствор в скруббере пропускают через фильтровальную бумагу (№ 41, GF/A), и фильтрат собирают в коническую колбу объемом 250 мл. После прохождения образца через фильтр оставшийся в фильтре катионит трижды промывают деионизированной водой порциями по 10 мл и добавляют к фильтрату. Промывку продолжают до тех пор, пока общий объем фильтрата не достигнет 150 мл. Когда объем достигает 150 мл, к раствору добавляют 1–2 мл $0,5\%$ - ного индикатора фенолфталеина. В результате добавления фенолфталеина существенного изменения цвета раствора не наблюдается, поскольку отфильтрованный раствор близок к нейтральной среде. Затем фильтрат титруют в стеклянной бюретке стандартным $0,1\text{ N}$ раствором NaOH. Раствор должен стать бледно-розовым и оставаться таким в течение 5 секунд. Это указывает на завершение реакции.

Тот же эксперимент повторяют с насыщенным раствором ДЭА. Здесь результаты отличаются, но не идентичны. Потому что насыщенный раствор ДЭА поглотил H_2S и CO_2 и имеет более высокое содержание термостабильных солей. Следовательно, расходуется больше раствора NaOH.

После завершения эксперимента проводятся расчеты. Сначала определяются объем щелочи, израсходованной в ходе титрования, затем определяется количество солей сильной кислоты А, рассчитанное относительно 100 г образца, и, наконец, рассчитывается количество термостойких солей (TCC %). Формулы следующие:

$$A = \frac{V \cdot N \cdot 10}{d} \quad [1]$$

Где:

A – количество солей сильной кислоты, рассчитанное относительно 100 г образца, мг/г;

V – количество гидроксида натрия, израсходованного на титрование, мл;

N – нормальность раствора гидроксида натрия, $0,1\text{ N}$;

d – плотность раствора ДЭА, $\text{г}/\text{см}^3$

$$TCC \% = \frac{A \cdot M}{1000} \quad [2]$$

Где:

A – количество солей сильной кислоты, рассчитанное относительно 100 г образца, мг/г;

M – молекулярная масса раствора ДЭА, взятого для анализа.

Полученные экспериментальные данные представлены в таблице 1 ниже, в которой перечислены все основные параметры, полученные в ходе экспериментов по определению термостабильных солей.

Таблица 1

Результаты объемного титрования для определения термостабильных солей при $25\text{ }^\circ\text{C}$

№	Раствор ДЭА	Объем раствора ДЭА, мл	Объем титранта $0,1\text{ N}$, мл	Плотность раствора ДЭА, $\text{г}/\text{см}^3$	Термо-стабильные соли, % W
1-неделя	Регенерированный ДЭА	10	5,5	1,053	0,55
	Насыщенный ДЭА	10	8,9	1,110	0,85

2-неделя	Регенерированный ДЭА	10	5,6	1,050	0,56
	Насыщенный ДЭА	10	9,3	1,111	0,88
3-неделя	Регенерированный ДЭА	10	5,3	1,052	0,53
	Насыщенный ДЭА	10	9,8	1,109	0,94
4-неделя	Регенерированный ДЭА	10	5,4	1,049	0,54
	Насыщенный ДЭА	10	9,7	1,108	0,92

Результаты показывают, что объем (мл) 0,1 N титранта, израсходованного в ходе титрования регенерированного (очищенного) и насыщенного растворов диэтанолamina (ДЭА) в течение четырех недель, был значительно выше. Объем титранта, израсходованного при титровании насыщенного раствора ДЭА, каждую неделю был значительно выше, чем при титровании регенерированного раствора. Расход титранта для регенерированного ДЭА оставался практически неизменным (в диапазоне 5,3–5,6 мл), что указывает на восстановление его газопоглощающей способности. Расход титранта для насыщенного ДЭА был стабильно высоким (8,9–9,8 мл), что указывает на снижение свободной активной фракции ДЭА из-за накопления термостабильных солей (ТСС) и кислых газов в растворе.

Рис.1 наглядно показывает, что регенерированный раствор ДЭА был более эффективен, чем насыщенный раствор, благодаря накоплению ТСС. Регенерированный раствор становится активным в поглощении газов, в то время как насыщенный раствор становится пассивным.

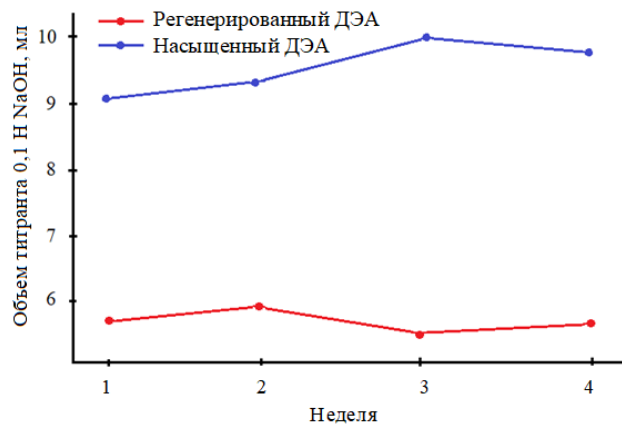


Рис. 1. Влияние количества термостабильных солей в растворе диэтанолamina на расход титранта

Закключение. В заключение, количество термостабильных солей, образующихся в растворе ДЭА (диэтанолamina), определяли в лабораторных условиях методом титрования. Результаты показали, что в процессе очистки газа амином примеси в кислых газах (H_2S , CO_2) и другие кислые примеси реагируют с ДЭА, образуя соли, которые не разлагаются под воздействием тепла и не отделяются от раствора в процессе регенерации. Эти соли напрямую влияют на общее качество амина и эффективность процесса [10]. Было отмечено, что количество солей в регенерированном растворе ДЭА было минимальным, в то время как в насыщенном растворе расход титранта был высоким, что указывает на накопление солей и необходимость периодической очистки аминной системы. В целом, регулярный контроль концентрации термостабильных солей обеспечивает эффективную работу системы регенерации амина [11], снижает расход амина, предотвращает риск пенообразования и коррозии и повышает стабильность технологического процесса очистки газа.

ЛИТЕРАТУРЫ

1. Эшдавлатова Г.Э., Камалов Л.С., Достижение высокой селективности при аминовой очистке природных газов // QarDU xabarlari. Ilmiy-nazariy, uslubiy jurnal. 2024 1/2. 95-100 с.
2. Ильина Е.Н., Клямер С.Д. Извлечение сероводорода и углекислоты из природного газа и производство элементарной серы. М.:БНИИЭГазпром, 1969.-86 с.3» NG/LNG/SNG Rectisol Haudbook. Hydrocarbon Processing, 1973, Vol. 52, 4, p.98.
3. Эшдавлатова Г.Э., Камалов Л.С. Определение количества углекислого газа в различных единицах в аминных растворах. Universum: технические науки. Выпуск: 10(127). Октябрь 2024. Часть 4. 55-58 с. Москва
4. Eshdavlatova G.E., Kamolov L.S. Tabiiy gazlarni nordon komponentlardan aminli tozalashda ko'piklanish sabablari va uning intensivligiga ta'sir etuvchi omillar. Fan va texnologiyalar tarakkijiyati ilmiy – texnikaviy jurnal. 2025/1. 61-64 б. Вухого
5. Г.Э.Эшдавлатова, Л.С.Камолов. Описание измерений интенсивности пенообразования при аминной очистке природных газов от кислых компонентов. Композиционные материалы. Узбекский Научно-технический и производственный журнал. №3/2024. 172-174 с.
6. Рябова Т.С., Чемодуров П.А. Очистка природного газа от сероводорода. М.:ВНИИГазпром, 1975.-40 с.
7. Eshdavlatova G.E., Turabayeva N.B. Description of Measurements of Foaming Intensity During Amine Purification of Natural Gases from Acidic Components. American journal of applied science and technology. Volume 05 Issue 04- 2025. 20-22.
8. Ахмедов А.М., Исмаилов Р.Г., Юсупов Х.Ш. Технологии очистки сероводородсодержащих газов алканолaminaми. –Ташкент: Фан, 2014. 312 с.
9. Г.Э.Эшдавлатова. Определение количества сероводорода в алканолamine при очистке природного газа от кислых компонентов. Universum: технические науки. Выпуск: 10(139). Октябрь 2025. Часть 8. 30-27 с. Москва.

10. Eshdavlatova G.E., Bobilova Ch.X. TABIIY GAZLARNI NORDON KOMPONENTLARDAN TOZALASHDA ALKANOLAMIN TARKIBIDAGI VODOROD SULFID MIQDORINI ANIQLASH. Oriental Renaissance: Innovative, educational, natural and social sciences. (E)ISSN: 2181-1784. 5(3), March, 2025. 187-192 betlar.
11. Тихомиров В.К. Пены. Теория и практика их получения и разрушения / - М.: Химия, 1975 (1-е изд.).-264 с.
12. Эшдавлатова Г.Э., бак. Рахматуллаева Д.А. ИССЛЕДОВАНИЕ ОЧИСТКИ ПРИРОДНЫХ ГАЗОВ ОТ КИСЛЫХ КОМПОНЕНТОВ АБСОРБЕНТАМИ. «Umidli kimyogarlari-2024» XXXIII ilmiy-texnikaviy anjumanining maqolalar to'plami. Toshkent, TKTI, 24-26-aprel 2024-yil. 137-138 betlar.
13. G.E.Eshdavlatova. Tabiiy gazlarni oltingugurt birikmalaridan tozalash jarayonida sirt faol moddalarning qo'llanishi // «Kimyoning dolzarb muammolari» mavzusidagi respublika ilmiy- amaliy anjuman materiallari. 2024-yil 21-22-iyun. 352-353 betlar.