

가스 정제공정의 감시 제어시스템 연구

Development of a Monitoring and Control System in Gas Purification Process

조택선(대성중앙연구소), 양종화(대성중앙연구소)

TaekSeon Cho(Daesung R&D Center), JongHwa Yang(Daesung R&D Center)

ABSTRACT

This work deals with description of gas purifying system to product high pure helium gas using low temperature absorption. The system controls temperature of heaters, open/close of solenoid valves and levels of liquid nitrogen to purify a raw gas and continuously products purified gas with performing alternatively purification and regeneration. We develop the monitoring and control program to monitor the gas purification process on real-time and control the process time with checking the impurities in purified gas. From the result of system operation, the developed monitoring and control system continuously products high pure helium gas with reducing impurities in raw gas to permitted limits(less than 0.01 ~ 0.05 ppm)

Key Words : Low temperture absorption(저온흡착법), Purification(정제), Regeneration(재생), Monitoring Control Program(감시제어 프로그램), High pure gas(고순도 가스), Process Time(공정시간), Impurity(불순물)

1. 서론

고순도 가스는 국내 반도체 산업 및 정밀 화학 산업의 발달에 따라 그 수요가 점차 증가하고 있다. 이러한 고순도 가스의 수요를 충족하기 위해 정제 시스템에 대한 연구개발이 필요하게 되었다. 특히, 고순도 헬륨의 수요는 반도체 산업의 생산 라인에서 고순도 수소에서 헬륨으로 대체되고 있는 추세이다. 이는 비록 수소가 비용면에서는 저렴하지만 폭발성 등 위험성을 내포하고 있으므로 안전성이 높은 헬륨으로 대체하려고 한다. 그러나 고순도 헬륨을 생산하기 위한 가스 정제 시스템들은 국내의 경우 관련 기술의 미비로 인하여 전량 수입에 의존하고 있는 형편이다. 따라서 본 연구에서는 고순도 헬륨을 정제하기 위한 LN₂ 온도 및 액면 수위 제어, 가열기 온도 제어, 솔레노이드 밸브 제어, 정제 및 재생공정 시간 제어 기능을 갖는 감시 제어 시스템을 개발하였다.

2. 정제 제어 시스템

2.1 시스템 개요

정제 시스템은 원료가스중에 포함된 불순물들(질소, 산소, 탄화수소, 일산화탄소, 이산화탄소, 수분 등)을 저온 흡착법에 의해 흡착·제거하여 고순도의 헬륨을 연속적으로 공급하는 장치로서 저온 정제기의 입구를 2 계통으로 분기하여 한 계통에서는 정제 운전을 수행하고 다른 계통에서는 가열 작업을 통해 탈착 재생을 수행하여 흡착제를 활성화하는 재생운전을 수행한다. 가스를 정제하는 방법으로는 저온 흡착법을 이용하였다. 저온 흡착법이란 흡착법과 저온 분리법의 장점만을 취한 정제법의 한 종류이다. 흡착법을 일명 PSA(압력 사이클식 흡착)법이라 하는데 원료 가스인 헬륨 가스를 정제하는 가장 일반적인 방법으로서 헬륨에 흡착되기 어려운 성질을 이용해서 불순물을 제거하는 방법이다. 흡착제로는 활

성탄, MS(Molecular Sieve), 활성 알루미나, 규산 등이 사용된다. 이 방법은 압력을 가한 상태에서 헬륨 이외의 불순물을 흡착시킨 후 압력을 다시 낮추어 불순물 가스를 퍼져시킨다. 이 때 불순물 가스를 사용하여 흡착제를 재생시킨다. 이 방법으로 99.999% 이상의 고순도 헬륨을 얻을 수 있다. 저온 흡착법은 저온 분리법과 PSA법의 장점을 이용한 방법으로 액체 질소의 비등점 온도(-196℃)까지 냉각된 흡착탑에 원료 가스를 통과시켜 흡착제에 불순물을 흡착시킨다. 흡착된 불순물은 가열되어진 정제가스를 흡착제에 통과시킴으로써 탈착되어진다. 이 방법은 2개의 흡착탑을 사용하여 정제(흡착)와 재생(탈착)작업을 반복 수행함으로써 99.9999%의 고순도 가스를 연속적으로 생성할 수 있다. 헬륨 회수율도 약 95% 정도로 대단히 높다. 그러나 냉원을 필요로 하기 때문에 정제 비용이 비싸다는 단점이 있다.

2.2 작동원리

정제 계통에서는 원료 가스가 필터를 통과하여 저온 정제기에 들어 간다. 가스는 열교환기내로 들어가 정제된 gas와 열교환을 수행하고 저온 정제기안에 있는 액화 질소 수조에 사전에 일정한 수위로 액화질소가 채워져 있어 액화질소의 온도까지 냉각되어 수분 및 이산화탄소 등의 고비점 성분이 제거된 후 예냉관을 통해 저온 흡착통에 들어간다. 저온 흡착통에서 질소, 산소, 탄화수소, 일산화탄소 등의 저비점 성분들이 흡착·제거되어 고순도의 gas로 정제된다. 재생 계통에서는 재생공정을 5단계인 증발, 가열, 방냉, 예냉, 패러운전으로 분류하여 공정을 수행하는데 증발 공정에서는 저온 정제기내에 존재하는 헬륨 gas와 액화 질소 수조, 저온 흡착통 및 열교환기 등에 존재하는 액화질소를 자연 승화시키는 작업을 수행한다. 가열공정에서는 정제공정에서 정제된 헬륨가스를 일부 추출하여 가열기로 고온으로 가열시킨 후 저온 흡착통, 열교환기 등을 가열하여 흡착 또는 트랩되어 있던 불순물들을 탈착·기화시키는 작업이 수행된다. 방냉공정에서는 가열되었던 공정라인을 승압시킨 상태로 방냉을 수행하며 예냉 공정에서는 액화질소 수조에 액화질소를 공급하여 저온 흡착통을 액화질소 온도까지 냉각시킨다. 재생 공정중 마지막 단계인 패러운전에서는 정제 작업을 병행한다(Fig. 1. 참조).

2.3 시스템 구성

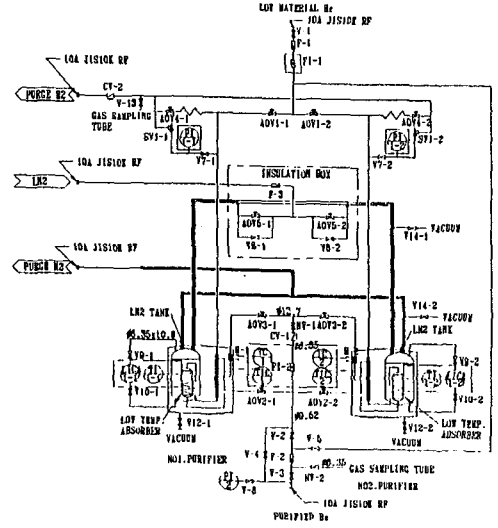


Fig. 1 Flow Sheet

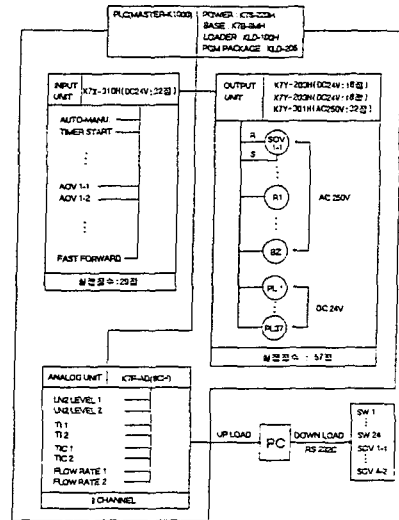


Fig. 2 Control System Configuration

공정 제어 시스템은 크게 각 공정을 제어 및 모니터링을 수행하는 하는 제어부, 시스템을 동작시키는 구동부 그리고 기구부로 구성되어진다(Fig. 2 참조). 제어부는 시스템의 공정을 제어하는 PLC, 시스템의 아날로그 값을 디지털화 하는 변환부와 시스템의 감시 및 데이터를 저장하는 PC로 세분화되어진다. PLC에서는 각 공정에 해당되는 솔레노이드 밸브의 개폐 제어, 액화질소 수조의 수위 제어, 가열기의 온도 제어 및 변환부에서 변환된 디지털값을 읽어들이는 역할을 수행한다. 특히 가열기 온도는 재생 공정에서 중요한 요소이기 때문에 PID Controller를

사용하여 온도를 조절하였다(Fig. 3 참조). 이는 정제 가스를 일정 범위안에 가열하지 못하였을 시에는 흡착제의 불순물이 제대로 탈착되지 않게 되어 정제 공정 작업시 가스중에 포함된 불순물들을 정상적으로 흡착하지 못함으로써 정제 기능이 떨어지게 된다. 변환부에서는 정제 시스템의 입출구의 유량 센서, 액화질소 수조의 수위를 측정하기 위한 차압 트랜스듀서, 가열기 및 액화질소의 온도를 측정하는 PT센서, 불순물의 농도를 측정하는 농도 분석기들로부터 측정된 아날로그 값을 디지털화 한다. 컴퓨터에서는 PLC와 RS-232C를 사용하여 시스템의 상태값과 데이터를 실시간에 읽어들이 데이터를 저장하고 시스템에 문제가 발생하였을 시에는 에러 메시지를 발생한다. 정제 시스템의 블록 다이어그램은 Fig. 4와 같다.

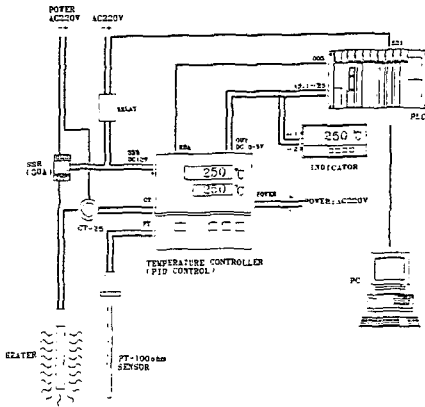


Fig. 3 PID Control of Heater

3. 실험 및 고찰

정제 시스템의 외형은 Fig. 5와 같다. 시스템의 한 사이클의 공정시간은 총 672시간으로 구성되어지며 한 계통에서는 672시간동안 정제작업만을 수행하며 타 계통에서는 시간을 분할하여 증발, 가열, 방냉, 에냉 및 패러운전을 수행한다. 감시제어 프로그램에서는 실시간마다 PLC와 통신을 수행하면서 정제 시스템의 데이터 값과 에러 값을 읽어들이는다. 만약 정제 시스템에서 불순물의 농도가 허용범위를 벗어나거나 시스템에 문제가 발생하였을 시에는 즉각적인 경고 메시지를 내보내어지고 시스템 보정이 실행된다.

정제 시스템의 공정 조건은 다음과 같다.

- 1) 처리량 : $20 \text{ Nm}^3/\text{H}$ (재생 가열시 $23 \text{ Nm}^3/\text{H}$)
- 2) 운전압력 : $11 \text{ Kg/cm}^2\text{G}$
- 3) 불순물 농도

불순물	입 구	출구
N ₂	1.0 ppm 이하	0.01 ppm 이하
O ₂	2.0 ppm 이하	0.01 ppm 이하
CO	0.1 ppm 이하	0.01 ppm 이하
CO ₂	0.1 ppm 이하	0.01 ppm 이하
CH ₄	1.5 ppm 이하	0.01 ppm 이하
H ₂ O	3.0 ppm 이하	0.05 ppm 이하

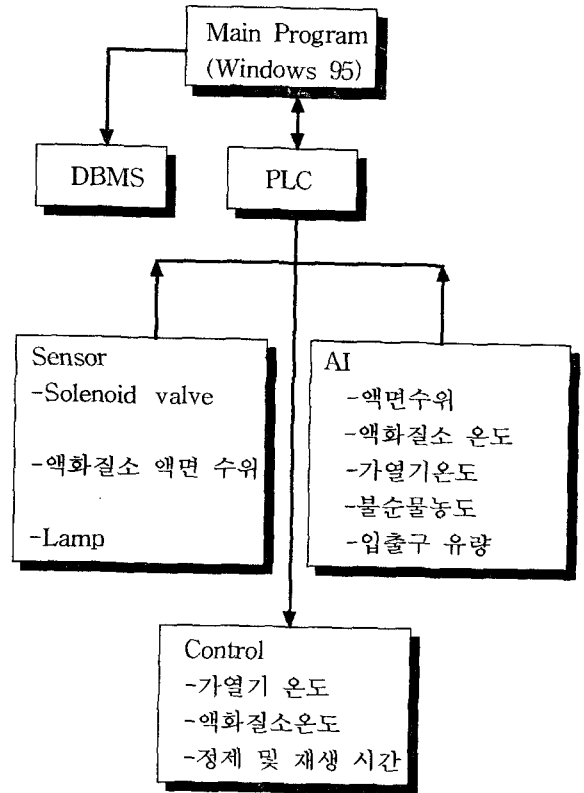


Fig. 4 Block Diagram of Purifying System

감시 제어 프로그램의 메인 화면은 Fig. 6과 같다. 본 시스템을 가동해 본 결과 시스템의 출구측에서의 정제된 가스에 포함된 불순물의 농도가 허용범위 이내로 감소되었다. 특히 불순물중에서 수분 및 산소는 타 불순물보다 정제 과정에서 반드시 허용범위 조건을 만족하여야 할 요소들이다. 정제 공정동안 불순물의 농도를 검사하여 저장한 데이터중에서 산소와 수분의 농도를 그래프로 도시하고 있다.(Fig. 6, Fig. 7 참조)

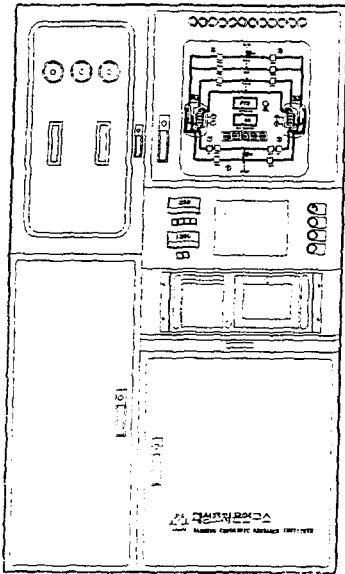


Fig. 5 Appearance of Purifying System

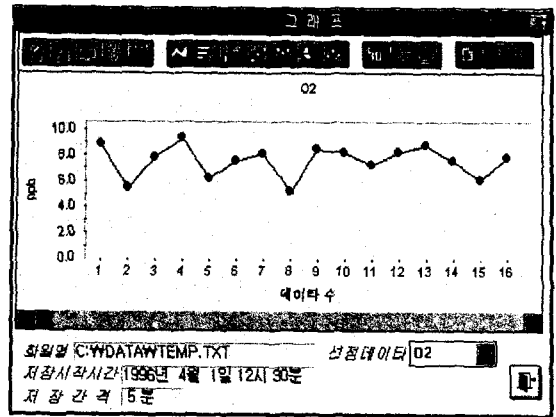


Fig. 7 Density of Oxygen in Purified Gas

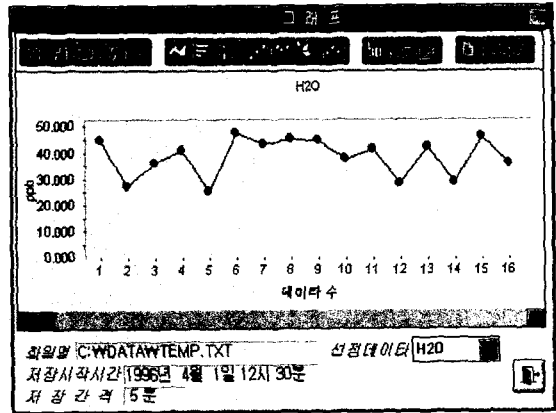


Fig. 8 Density of H₂O in Purified Gas

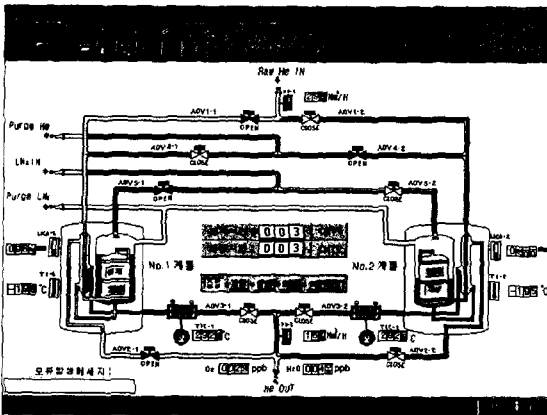


Fig. 6 Program of Monitoring System

4. 결론

본 연구에서는 고순도 헬륨 가스를 연속적으로 생성하는 2계통 전환 방식의 가스 정제 감시 제어 시스템을 개발하였다. 개발한 정제 제어 시스템에서는 가스를 정제하기 위해 액화 질소의 액면 수위 및 온도 제어, 가열기 온도의 PID 제어와 솔레노이드 밸브의 개폐 제어를 수행하였고 실시간마다 정제 및 재생공정을 감시하고 데이터의 저장 및 불순물의 농도를 검사하는 감시 제어를 수행하였다. 본 시스템

실행함으로써 정제된 가스는 0.01~0.05 ppm이하의 불순물을 갖는 고순도 가스가 되었다. 본 시스템의 실험을 통해 얻은 결론은 다음과 같다.

- 1) 시스템을 2계통으로 분기하여 정제와 재생 공정을 병행함으로써 연속적으로 가스를 정제할 수 있었다.
- 2) 가열기 온도 제어, 액화 질소의 액면 수위 제어 등을 실행함으로써 고순도의 헬륨을 생산할 수 있었다.
- 3) 실시간에 공정을 감시함으로써 정제 가스내에 포함된 불순물의 농도를 허용범위 이내로 줄일 수 있게 되었다.

참고문헌

1. "고순도 가스중의 초미량 불순물 분석장치",

1993. Japan.
2. “초고순도 가스중의 미량 가스 불순물 측정에 관한 신제안”, 1993. Japan.
 3. “Trace Moisture Anaysis in Specialty Gases”, 1992. Japan.
 4. “Catalysis for gas purification by Nippon”, Engelhard LTD.
 5. “Gas purification Catalogue”, Matheson.
 6. “Gas purifier”, Japan pionics Co., LTD.
 7. “가스 분리 기술의 신전개”, TRC R&D Library.
 8. “고압가스 안정관리 법규집”, 한국가스안전공사.
 9. 北川浩외 1명, “Pressure swing cycle system”.
 10. 土室利一, “GC-MS とその응용”, 1989.
 11. Douglas A. Skoog, “Principles of instrumental Analysis”, 3rd, 681, 1988.
 12. “High-sensitivity gas chromatography for the analysis of impurities in specialty gases”, 1992, Japan.
 13. Tswell, M., Ber, deat, botan gas, 24, 316, 384, 1985.
 14. James A. T and Martin, A.J.P., Analyst 77, 915, 1952.
 15. Claesson, S. Ark. Kemi. Min. Geol, A23, No.1 133, 1946.
 16. K.W. Lee외 4명, “Basic gas Chromatograph”, 한국표준연구소.
 17. “Gas and Material Data Book”, L’Air Liquid사.
 18. “Equipment and Systems for specialty gases”, L’Air Liquid사.
 19. “ITD manual”, Finnigan MAT사.
 20. 李 奉珍, “FA 시스템 공학”, 문운당.