

ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫЕ КОНТАКТНЫЕ УСТРОЙСТВА ДЛЯ РАЗДЕЛЕНИЯ ИЗОТОПОВ ВОДОРОДА МЕТОДОМ РЕКТИФИКАЦИИ ВОДЫ

Э. П. Магомедбеков¹, Д. Ю. Белкин², И. Л. Растунова¹, И. Л. Селиваненко¹

¹ Российский химико-технологический университет
им. Д. И. Менделеева, Москва,

² ФГУП «Производственное объединение «Маяк», Озерск
eldar@rctu.ru

Ректификация является одним из первых промышленных способов разделения изотопов водорода. В настоящее время работы, посвященные совершенствованию данного процесса, направлены на разработку новых высокоэффективных контактных устройств для осуществления противоточного разделения в колонне изотопного обмена. Основными критериями эффективности контактных устройств являются пропускная способность и высота, эквивалентная теоретической ступени разделения (ВЭТС). Представлены результаты исследования эффективности нерегулярных и регулярных насадок для осуществления разделения изотопов водорода методом ректификации воды под вакуумом. Исследования проведены с использованием воды природного изотопного состава для регулярных насадок различных типов и спирально-призматической насадки с размером элемента от $3 \times 3 \times 0,2$ до $10 \times 10 \times 0,5$ мм в колоннах диаметром от 60 до 120 мм при высоте насадочного слоя от 1 до 3 м. Приведены примеры использования процесса ректификации воды под вакуумом на ФГУП «ПО «Маяк».

Введение

Практические задачи разделения изотопов водорода появились почти сразу же после открытия тяжелого изотопа водорода – дейтерия. Первоначально их появление была связано с рождением атомной эры и возникшей в связи с этим потребностью в тяжелой воде (D_2O), которая является прекрасным замедлителем тепловых нейтронов [1, 2]. В настоящее время область применения тяжелой воды не ограничивается ядерной энергетикой – она применяется в ЯМР-спектроскопии, при производстве меченых соединений для медицинских и биологических исследований и т. д. [1–3]. Во второй половине XX века был разработан целый ряд технологий, таких как электролиз воды, ректификация и химический изотопный обмен водородсодержащих веществ. Некоторые из них были реализованы в промышленных масштабах [1, 2].

Первым промышленным методом получения тяжелой воды был электролиз водных растворов, который по своим термодинамическим свойствам

(величины коэффициента разделения, характеризующие равновесное распределение изотопных форм между жидкой и газовой фазами) значительно превосходит остальные. Однако крайне высокие энергозатраты на разложение воды в сочетании с необходимостью переработки огромных потоков при концентрировании дейтерия от природного уровня сделали его экономически невыгодным [1]. Гораздо менее энергоемкими, хотя и существенно проигрывающими с точки зрения коэффициента разделения являются методы ректификации (табл. 1).

Таблица 1

Сравнительная характеристика процессов ректификации и электролиза воды для получения тяжелой воды [4]

Способ разделения	Температура, К	Коэффициент разделения	Энергозатраты, МВт·ч/кг D ₂ O
Электролиз воды	360–370	5–7	120–150
Ректификация: воды	353–373	1,043–1,026	40
аммиака	283–293	1,024–1,020	8
водорода	22–23	1,47–1,52	4–5

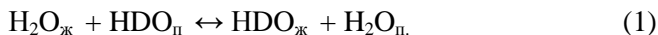
Метод низкотемпературной ректификации водорода впервые в мире был с успехом реализован в СССР в 50-х годах прошлого века и стал основным способом производства тяжелой воды в стране [3]. Основной проблемой при реализации данного метода, равно как и любой технологии с участием молекулярного водорода, является его взрывоопасность. Так, для обеспечения безопасного режима работы при температуре 21 К необходима глубокая очистка водорода от примеси кислорода до уровня 10^{-10} – 10^{-11} объемных долей [1]. Вследствие этого данный процесс характеризуется достаточно сложной технологической схемой и требует повышенных мер контроля пожаро- и взрывобезопасности, что, несмотря на низкие энергозатраты, требует значительных капиталовложений на производство тяжелой воды.

Ректификация воды под вакуумом является наиболее экологически чистым и пожаровзрывобезопасным способом, рабочие вещества которого обладают низкой коррозионной активностью, не являются токсичными. Следует также отметить простоту технологического процесса и аппаратного оформления – колонна изотопного обмена соединяется в нижней части с теплообменником, в котором происходит испарение воды, а в верхней части располагается теплообменник, в котором выходящий из колонны пар конденсируется (см. рис. 1). Невысокие значения коэффициента разделения обуславливают необходимость переработки огромного количества сырья для получения тяжелой воды (порядка 170 т на 1 кг D₂O), что, с учетом значительных энергозатрат, требующихся для испарения воды, привели к тому, что данный метод был признан неэкономичным на стадии начального концентрирования [1, 2]. Однако ректификация воды находит широкое применение для менее масштабных задач, таких как депротизация тяжелой воды, детритизация легководных отходов, а также получение тяжелоокислородной воды и легкой, обед-

ненной по дейтерию, воды. Следует также отметить, что появление на современном рынке чиллеров – холодильных агрегатов, применяемых для охлаждения и нагрева жидких теплоносителей – с широким диапазоном мощности открывает новые перспективы использования ректификации воды под вакуумом за счет рекуперации тепла. По результатам лабораторных испытаний схемы с чиллером при ректификации воды под вакуумом, проведенных в РХТУ им. Д. И. Менделеева, было достигнуто трехкратное снижение энергозатрат по сравнению с традиционной схемой испарения воды за счет внешнего подвода тепла. По предварительным оценкам, еще в энергозатратах может быть достигнут при проведении ректификации по схеме с тепловым насосом (с рекомпрессией пара), при которой выходящий из колонны пар, сжимающийся в компрессоре, используется для обогрева испарителя. По предварительным оценкам в этом случае по затратам энергии ректификация воды станет сопоставима с ректификацией аммиака, что позволит рассматривать данный метод как конкурентоспособный при производстве тяжелой воды из природного сырья.

Термодинамика и кинетика процесса ректификации воды под вакуумом

Разделение изотопов в процессе ректификации можно рассматривать как фазовый изотопный обмен между паровой и жидкой фазами [1]:



Поскольку находящиеся в контакте пар и жидкость стремятся к состоянию равновесия, в основе расчета процесса ректификации лежат законы фазового равновесия в системе жидкость – пар. Термодинамическое равновесие в системе характеризуется коэффициентом разделения α , равным отношению относительных концентраций тяжелого изотопа в обогащенной и обедненной фазах [1]:

$$\alpha = \frac{x(1-y)}{y(1-x)}, \quad (2)$$

где применительно к реакции (1) x – концентрация (атомная доля) тяжелого изотопа водорода в жидкой воде, а y – его концентрация в паре.

В табл. 2 представлены значения коэффициента разделения в изотопных системах протий-дейтерий, протий-тритий и дейтерий-тритий при различных температурах [5].

Т а б л и ц а 2

Температурная зависимость коэффициента разделения при ректификации воды, К

Изотопная система	323	333	343	353
$H_2O - D_2O$	1,053	1,046	1,035	1,034
$H_2O - T_2O$	1,066	1,056	1,046	1,039
$DTO - D_2O$	1,012	1,010	1,0083	1,0068

Как видно из данных табл. 2, значение коэффициента разделения снижается с ростом температуры. Поскольку коэффициент разделения является количественной характеристикой однократного (элементарного) разделительного эффекта, вследствие этого проведение процесса при атмосферном давлении является нецелесообразным. Вследствие этого, а также с учетом давления насыщенных паров воды, оптимальным считается давление на уровне 0,2–0,3 атм что соответствует температурам на уровне 60–70 °С [1]. Также следует отметить, что метод ректификации наиболее эффективно использовать для разделения изотопов в системах протий-дейтерий (концентрирование дейтерия) и протий-третий (детритизация легкой воды), а для детритизации тяжелой воды целесообразно выбирать другие методы.

Принцип метода разделения изотопов водорода в процессе ректификации хорошо иллюстрирует рис. 1. Питающий поток (F , кг/ч или моль/ч состава x_F) в результате ректификации разделяется на верхний продукт или дистиллят (P , кг/ч или моль/ч состава x_P), обогащенный легким изотопом, и нижний продукт, обогащенный тяжелым изотопом (B , кг/ч или моль/ч состава x_B).

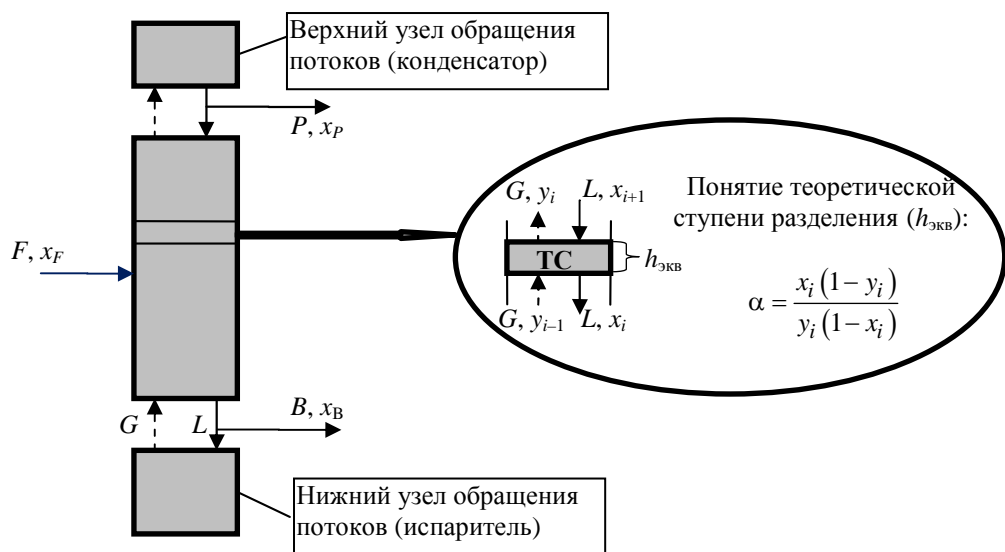


Рис. 1. Принципиальная схема процесса ректификации и понятие теоретической ступени разделения [6]

Противоток пара и жидкости в колонне обеспечивается испарителем на нижнем конце колонны (кубом), который осуществляет нижнее обращение фаз, а на верхнем конце колонны – конденсатором (дефлегматором), обеспечивающим верхнее обращение фаз. Пар (G , кг/ч или моль/ч), двигаясь по колонне и контактируя со стекающей ему навстречу кипящей жидкостью (L , кг/ч или моль/ч), обогащается легким изотопом, а жидкость, по мере своего движения сверху вниз, обогащается менее летучим (тяжелым) изотопом.

Градиент состава и гидравлическое сопротивление потоку пара обуславливают градиент температуры по высоте колонны – температура и давле-

ние (связанные между собой зависимостью температуры кипения смеси от давления) в колонне возрастают в направлении сверху вниз. Теплота, подводимая к испарителю, благодаря теплообмену между паром и жидкостью в адиабатических условиях последовательно передается от одного сечения колонны к другому – вышележащему и, наконец, отводится хладагентом в конденсаторе. Таким образом, в основе ректификации лежит тепло- и массообмен между потоками пара и жидкости.

Эффективность массообмена в колонне характеризуется высотой эквивалентной теоретической ступени разделения (ВЭТС), $h_{\text{экр}}$, которая равна высоте участка колонны, на которой достигается равновесие между изотопными концентрациями в выходящих потоках пара и воды. Из рис. 1 следует, что чем больше величина α , тем меньше число теоретических ступеней разделения n (ЧТСР), и, как следствие – высота колонны $H_{\text{кол}}$ требуется для получения продукта B с заданной концентрацией x_B :

$$H_{\text{кол}} = nh_{\text{экр}}, \tag{3}$$

где n – ЧТСР, $h_{\text{экр}}$ – высота, эквивалентная ВЭТС.

Также для выражения эффективности процесса изотопного обмена часто пользуются понятием высоты единицы переноса (ВЕП), которая представляет собой расстояние между двумя сечениями, при котором разность концентраций равна средней движущей силе. Более подробно теоретические основы процессов разделения изотопов были изложены в работах [1, 5–8].

Скорость изотопного обмена между фазами определяется общими законами массообмена, в соответствии с которыми система стремится к состоянию равновесия. В качестве движущей силы процесса принимается разность концентраций. Схематически массообмен между фазами можно представить в виде трех последовательных стадий: перенос изотопа к поверхности раздела в первой фазе, переход через границу раздела фаз и перенос изотопа в пределах второй фазы. Предложены различные модели механизма переноса вещества. Наиболее распространенной является модель, представленная на рис. 2. В соответствии с данной моделью вблизи поверхности раздела в каждой из фаз имеется область, где происходит затухание турбулентных пульсаций и изменение концентраций от постоянного значения в ядре потока (x, y) до поверхностного (x_n, y_n). [5].

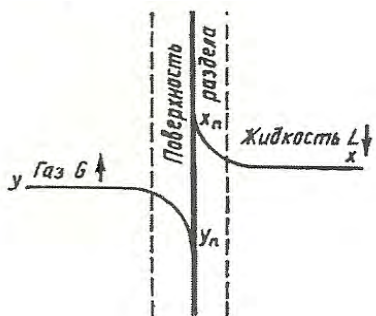


Рис. 2. Схема изменения концентраций в газовой (паровой) и жидкой фазах вблизи поверхности раздела [5]

При этом скорость массоотдачи лимитируется молекулярным переносом, и коэффициент массоотдачи зависит от коэффициента молекулярной диффузии и толщины приграничного диффузионного слоя, которая в свою очередь определяется гидродинамическими условиями и свойством фаз. Таким образом, для обеспечения эффективного процесса ректификации необходимо создавать развитую поверхность контакта фаз, что достигается за счет использования различных контактных устройств.

Контактные устройства разделительных колонн

Для осуществления многоступенчатого разделительного процесса методом ректификации используются различные виды контактных устройств. Тип контактных устройств выбирают с учетом количества и свойств перерабатываемых потоков, условий процесса разделения. Для осуществления процесса ректификации воды под вакуумом наибольшее применение находят колонны с тарельчатыми и насадочными контактными устройствами.

Тарельчатые колонны представляют собой корпус, в котором расположены одна над другой контактные устройства – тарелки. Расстояние между ними обычно постоянно и является важным параметром колонны. Тарельчатые колонны характеризуются ступенчатым изменением состава фаз, поверхность контакта развивается потоками пара, барботирующего через слой жидкости, находящейся на тарелке. Восходящий поток пара или жидкости последовательно барботирует через слой жидкости на каждой тарелке, а жидкость перетекает в обратном направлении с тарелки на тарелку. Наиболее распространенными являются колпачковые и ситчатые тарелки (с переливными устройствами) (рис. 3), а также провальные (без переливных устройств).

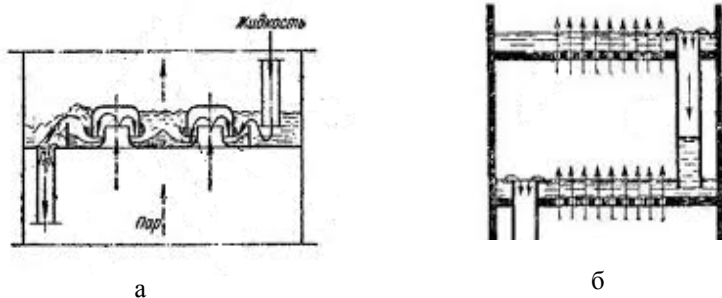


Рис. 3. Принципиальная схема колпачковой (а) и ситчатой (б) тарелок [5]

Тарельчатые контактные устройства обычно используются в колоннах диаметром более 200 мм и предназначены для переработки больших потоков, однако их эффективность невысока (ВЭТС составляет порядка 50 см), вследствие чего колонны имеют большие высоты при относительно небольшой разделительной способности [1, 5].

В качестве примера использования тарельчатых контактных устройств при реализации процесса ректификации воды можно привести каскад регене-

рационных колонн для депротизации тяжеловодного теплоносителя на ФГУП «ПО «Маяк». Здесь в четырех сорокаметровых колоннах диаметром более 250 мм установлены колпачковые тарелки с расстоянием между ними 250 мм. Диаметр и высота колпачка составляет 83 мм, каждый колпачок имеет 36 прорезей размером 25×4 мм, а высота жидкости над прорезью колпачка составляет 20 мм. Среднее значение ВЭТС в этих колоннах каскада составляет около 45 см.

Насадочные колонны (контактное устройство – насадка) характеризуются непрерывным изменением изотопного состава обменивающихся фаз, поверхность контакта создается при стекании жидкости по поверхности твердых насадочных тел, заполняющих рабочий объем колонны, пар движется противотоком в свободном пространстве между элементами насадки. Различают регулярные насадки, образующие геометрически правильные каналы для прохода пара и нерегулярные (насыпные), когда элементы насадки, располагаясь в слое стохастически, образуют извилистые каналы неправильной формы.

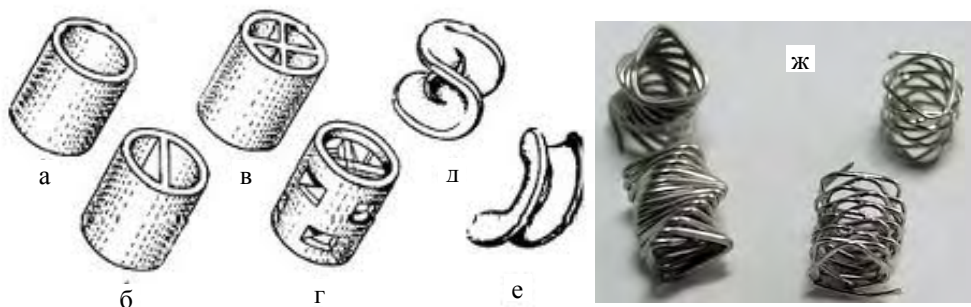


Рис. 4. Нерегулярные насадки: а – кольцо Рашига, б – кольцо с вертикальной перегородкой, в – кольцо с крестообразной перегородкой, г – кольца Палля, д – седла Берля, е – седла «Инталлокс», ж – спирально-призматическая насадка Левина

Наибольшую эффективность в дистилляционных процессах демонстрируют *нерегулярные насадки*, обладающие высокой удельной поверхностью и большой удерживающей способностью по жидкости (рис. 4). Широкое применение нашли следующие типы насадок и их модификаций: кольца Палля, кольца Рашига, спирально-призматическая насадка Левина (СПН) и т. д. [1, 5, 9]

Обычно нерегулярные насадки делят на «промышленные» с размером элемента 10 мм и более, применяемые в массообменных колоннах, рассчитанных на большие потоки, и «мелкие» или «высокоэффективные» насадки с размером элементов чаще всего от 1,5–2 мм до 5–6 мм, применяемые в маломасштабных производствах. К недостаткам насыпного слоя относится каналообразование при загрузке колонны и смятие насадки под собственным весом, что приводит к ее уплотнению и нарушению равномерности движения фаз. На практике это частично удается избежать за счет секционирования колонны (не более 1 м) и выбора размера контактных элементов из расчета отношения диаметра колонны к диаметру элемента насадки в диапазоне от 8:1 до 10:1.

Следует также отметить, что в колоннах с нерегулярными насадками даже при использовании эффективных распределителей орошения значение ВЭТС возрастает с увеличением диаметра колонны. Поэтому диаметр колонн с мелкой высокоэффективной насадкой, как правило, не превышает 150 мм. [1, 5]

Для ректификационных колонн большого диаметра (>200 мм) используют *регулярные насадки*, которые обладают несколько меньшей эффективностью массообмена, но значительной большой пропускной способностью. Наиболее распространенными являются регулярные насадки, различных типов (Rombopak, Mellapak, Gauze packings, Katapak) выпускаемых фирмой Зульцер и предназначенные для проведения процессов разделения различных смесей методами абсорбции и ректификации [1, 5, 10].

В табл. 3 представлено сравнение характеристик высокоэффективных насадок, полученных при разделении изотопов методом ректификации под вакуумом для различных изотопных смесей.

Таблица 3

Характеристики насадок, полученные при разделении изотопов водорода и кислорода методом ректификации воды [8]

Тип насадки	Размер элемента насадки, мм	Давление, кПа	Удельная нагрузка, кг/м ² ч	ВЭТС (ВЭП), см	Коэффициент массопередачи, кг/(м ³ ·ч)	Гидравлическое сопротивление единицы переноса Δp , Па
СПН нерегулярная, из нержавеющей стали	2×2×0,2	16	850	2,4	35·10 ³	130
	3×3×0,2	16	950	3	31·10 ³	83
	2×2×0,2	100	1760	2,2	30·10 ³	98
	4×4×0,2	100	2700	4,1	65·10 ³	51
Кольца из сетки с перегородкой	3,4×3,1	100	3000	1,8	66·10 ³	53
	5,1×5,1	100	4100	3	109·10 ³	45
Регулярная насадка, рулоны	1200 отверстий на 1 см ² сетки, нерж. сталь	13,3	2200	9,1	24·10 ³	102
		27	3200	9,4	35·10 ³	110
	То же из латуни	27	4200	8,6	49·10 ³	157

Из представленных данных видно, что, несмотря на более высокие значения ВЭТС, регулярная насадка обладает существенно большей пропускной способностью и меньшим гидравлическим сопротивлением по сравнению с нерегулярными насадками, вследствие чего регулярные структуры являются более предпочтительными для проведения крупномасштабных процессов разделения изотопных смесей.

Испытания насадочных контактных устройств в РХТУ им. Д. И. Менделеева

В РХТУ им. Д. И. Менделеева в течение многих лет проводятся работы, направленные на совершенствование процесса ректификации воды под вакуумом.

На рис. 5 и 6 представлены принципиальная схема и внешний вид лабораторной установки, предназначенной для проведения гидродинамических и массообменных испытаний контактных устройств в процессе вакуумной ректификации воды, а также для визуального наблюдения за работой распределителей орошения. К универсальным компонентам стенда, таким как куб колонны, конденсатор, вакуумная система, блок управления и др., при помощи стандартных быстроразъемных соединений типа CLAMP могут быть присоединены царги колонны диаметром 50–150 мм и высотой от 1 до 3 м.

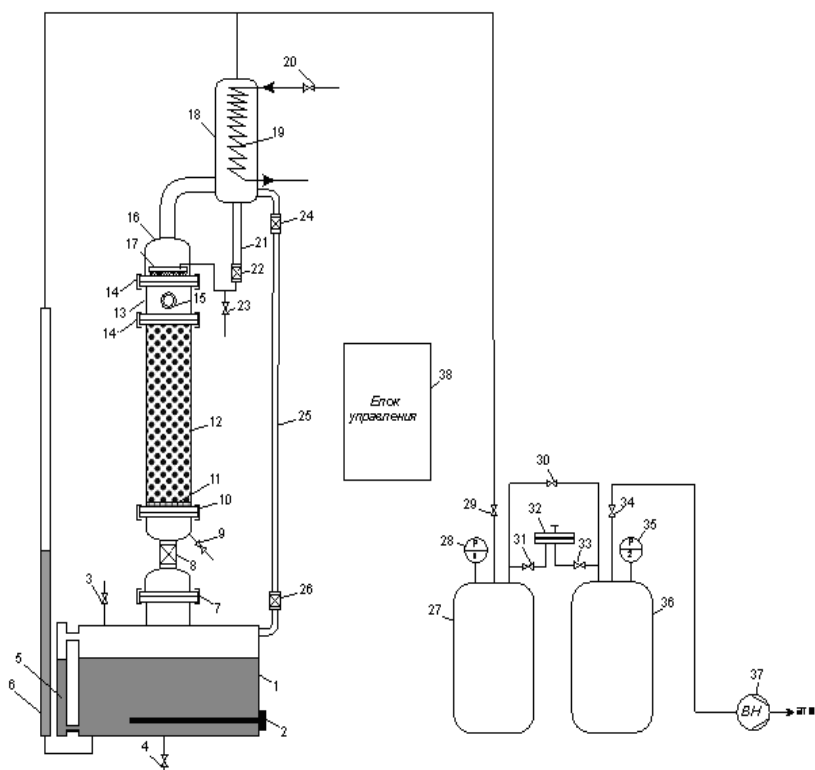


Рис. 5. Принципиальная схема лабораторной установки для испытания насадочных контактных устройств в процессе ректификации воды под вакуумом: 1 – куб; 2 – ТЭНы; 3, 4, 8, 9, 20, 22, 23, 24, 26, 29–31, 33, 34 – краны; 5, 6, 21 – мерные трубки; 7, 10, 14 – соединение типа CLAMP; 11 – опорная решетка; 12 – колонна; 13 – вставка; 15 – смотровое окно; 16 – крышка; 17 – распределитель орошения; 18 – конденсатор; 19 – змеевик; 25 – паропровод; 27 – буферная емкость рабочего давления; 28, 35 – вакуумметр; 32 – регулятор давления; 36 – буферная емкость нулевого давления; 37 – вакуумный насос; 38 – блок управления



Рис. 6. Изображение лабораторной установки и ее отдельных частей:
 а – внешний вид; б – опорная решетка царги колонны, в – верхняя часть колонны

Куб колонны (1) имеет объем 50 л и снабжен погружными нержавеющими ТЭНами (2) суммарной мощностью 36 кВт (9 ТЭНов по 4 кВт). Каждый ТЭН имеет возможность регулировки мощности от 0 до 4 кВт. Таким образом, имеется возможность плавно регулировать мощность нагрева от 0 до 36 кВт. Поток испаряемой воды при этом может достигать 54 кг/ч. Залив разделяемой смеси осуществляется через кран (3), а слив – через кран (4), из которого можно также отбирать пробу воды из куба. Для измерения уровня жидкости в кубе служит мерная трубка (5), а мерная трубка (6), соединенная с линией рабочего вакуума позволяет по разнице в уровнях в трубках (6) и (5) определять гидравлическое сопротивление колонны. Для присоединения к кубу колонны и других элементов служит CLAMP (7). Между кубом и колонной находится вставка из двух эллиптических днищ, соединенных шаровым краном (8) диаметром 2", которая служит для обеспечения возможности отсоединения колонны от куба для изучения способов запуска колонны. В верхнем эллиптичес-

ском днище находится также кран (9) для отбора проб воды из нижней части колонны. Верхнее эллиптическое днище присоединяется к крану (8) при помощи трубной резьбы, уплотненной лентой ФУМ. Таким образом, изменяя диаметр верхнего днища, существует возможность устанавливать на куб (1) колонны различного диаметра до 150 мм. Колонны присоединяются при помощи соединения CLAMP (10). Для проведения испытаний насыпных насадок царга колонны (12) в нижней части имеет опорную решетку (11), внешний вид которой представлен на рис. 6,б. Над колонной установлена вставка (13), присоединяемая при помощи двух соединений CLAMP (14), и снабженная смотровым окном (15) для наблюдения за работой распределителя орошения (17) (см. рис. 6,в). Выходящий из колонны пар попадает в конденсатор (18), в котором на змеевиках (19), охлаждаемых проточной водой, подаваемой через кран (20), происходит конденсация и образование возвратного потока флегмы. Для измерения потока по колонне служит калиброванная мерная трубка (21), в нижней части которой установлен кран (22). Отбор проб из головы колонны осуществляется через кран (23). Для изучения различных вариантов запуска колонны предусмотрена возможность направлять пар из куба непосредственно в конденсатор через паропровод (25) и краны (26) и (24). Это позволяет при закрытом кране (8) заполнить колонну конденсатом для залива слоя насадки с целью смачивания. Для создания и поддержания рабочего давления (вакуума) в колонне стенд оснащен вакуумной системой, включающей буферную емкость рабочего давления (27) с вакуумметром (28), буферную емкость нулевого давления (36) с электроконтактным вакуумметром (35), механический регулятор давления (32), вакуумный насос (37) и систему кранов (29–31, 33–34). Управление стендом осуществляется с помощью единого блока управления (38).

Запуск колонны осуществлялся по методу «с заливом слоя насадки», при котором включали нагрев куба на максимальную мощность и перекрывали возврат воды из колонны в куб путем перекрывания крана (8). Проходя через колонну, пар конденсировался в конденсаторе и в виде флегмы стекал по насадке вниз колонны, которая постепенно заполнялась водой. После полного залива колонны начинали медленный слив жидкости в куб путем соединения кранов (9) и (3), при этом происходило непрерывное орошение слоя насадки конденсатом пара, попадающего в конденсатор по паропроводу (25). После слива жидкости из колонны открывали кран (8) и закрывали краны (24), (26) и выводили установку на рабочий режим.

Нерегулярная спирально-призматическая насадка Левина

Для испытаний использовались образцы СПН из нержавеющей стали с размерами элементов 1,5×1,5×0,2 мм, 2×2×0,2 мм, 3×3×0,2 мм № 3, 4×4×0,25 мм, 6×6×0,4 мм, 8×8×0,5 мм и 10×10×0,5 мм на колоннах диаметром 60 и 120 мм высотой 1 м. Перед началом испытаний насадку обрабатывали раствором «царской водки» по методике, разработанной в РХТУ им. Д. И. Менделеева.

На рис. 7 и 8 представлены результаты исследования пропускной способности насадок СПН в процессе ректификации воды.

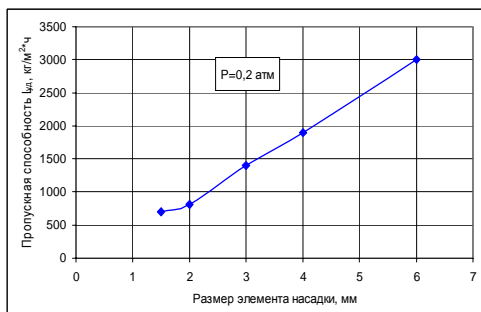


Рис. 7. Зависимость пропускной способности насадок СПН от размера элемента, диаметр колонны 60 мм, высота слоя насадки 1 м

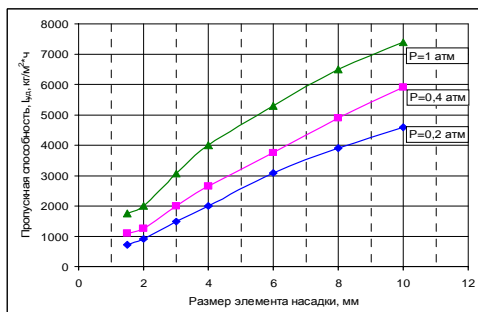


Рис. 8. Зависимость пропускной способности насадок СПН от размера элемента, диаметр колонны 120 мм, высота слоя насадки 1 м

Из представленных данных видно, что с увеличением размера элемента насадки предельная пропускная способность возрастает, причем зависимость близка к линейной. При этом следует отметить, что при увеличении диаметра колонны от 60 до 120 мм пропускная способность не изменилась для насадки одного и того же размера.

Определение массообменных характеристик процесса ректификации воды под вакуумом проводилось для всех образцов СПН при рабочем давлении 0,2 атм и величине потока, равного 80 % от предельной нагрузки, с использованием дистиллированной воды природного изотопного состава. Для определения изотопного состава использовали прибор LGR-500 производства Los-Gatos Research Inc. (США), обеспечивающий измерение концентрации дейтерия от 1 до 4000 ppm. На рис. 9 и 10 представлены зависимости ВЭТС от размера элемента, полученные в колоннах диаметром 60 и 120 мм соответственно.

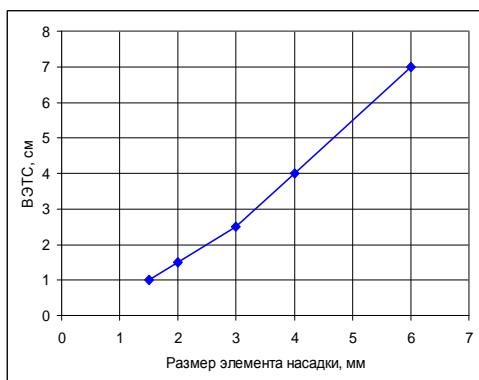


Рис. 9. Зависимость ВЭТС от размера элемента для СПН диаметр колонны 60 мм, высота слоя насадки 1 м

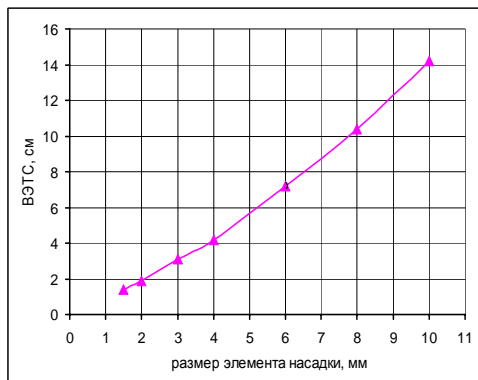


Рис. 10. Зависимость ВЭТС от размера элемента для СПН диаметр колонны 120 мм, высота слоя насадки 1 м

Из представленных данных видно, что с увеличением размера элемента насадки резко возрастает высота эквивалентная теоретической ступени разделения. Как было показано выше, одновременно с этим возрастает и пропускная способность насадки, однако зависимость роста ВЭТС является более резкой, чем $L_{уд}$. Следует также отметить, что при увеличении диаметра колонны наблюдается незначительный рост ВЭТС для насадок одного и того же размера. Таким образом, коэффициент масштабного перехода при данном способе обработки насадки и методике пуска колонны оказался близок к единице.

Регулярные насадки

Исследование характеристик регулярных насадок проводилось с использованием следующих образцов, типичный вид которых представлен на рис. 11:

- насадка Sulzer Mellapak 750.CY из нержавеющей стали с высотой гофра 5 мм, высота 1 блока 160 мм;
- насадка Sulzer Mellapak 750.CY из черненой меди с высотой гофра 5 мм;
- рулонная насадка из нержавеющей стали с высотой гофра 2,5 мм;
- рулонная ленточно-винтовая насадка (РЛВН), разрабатываемая в РХТУ им. Д.И. Менделеева:

- образец 1: РЛВН из гофрированных лент с противоположным направлением навивки, высота гофра 2,5 мм, угол наклона гофра 60° ;

- образец 2: РЛВН из гофрированных лент с противоположным направлением навивки стык-встык, высота гофра 5 мм, угол наклона гофра 90° ;

- образец 3: РЛВН из гофрированных лент с противоположным направлением навивки с зазором между витками 3 мм, высота гофра 5 мм, угол наклона гофра 90° ;

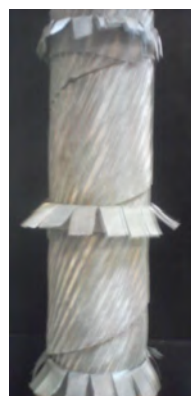
- образец 4: РЛВН из чередующихся гофрированной и плоской лент с противоположным направлением навивки с зазором между витками 3 мм, высота гофра 5 мм, угол наклона гофра 90° .



а



б



в

Рис. 11. Типовые изображения исследованных регулярных насадок: а – насадка Sulzer Mellapak 750.CY; б – рулонная насадка; в – РЛВН

Перед началом экспериментов образцы регулярной насадки из нержавеющей стали были подвергнуты предварительной обработке раствором «царской водки» по методике, разработанной в РХТУ им. Д. И. Менделеева. Следует также отметить, что поскольку насадка Sulzer Mellapak и рулонная изготавливаются в виде блоков (в нашем случае высота блока составляла 160 мм), то для проведения экспериментов в колонну загружали по 6 блоков методом стык-встык. Образцы рулонной ленточно-винтовой насадки изготавливались по размеру колонны, а именно высотой 1 м и диаметром 60 мм.

Определение предельной пропускной способности регулярной насадки проводилось в диапазоне от 0,1 до 1,0 атм. Сводные результаты представлены на рис. 12. Из представленных данных видно, что при одинаковой высоте гофра (2,5 мм) образец рулонной ленточно-винтовой насадки имеет существенно большую (примерно в 2 раза) пропускную способность, чем рулонная насадка. Следует также отметить, что образцы РЛВН под номерами 2–4 с высотой гофра 5 мм показали пропускную способность не ниже, чем образцы промышленной насадки Sulzer Mellapak 750.CY из нержавеющей стали. На наш взгляд, это может объясняться тем, что рулонная насадка и насадка фирмы Зульцер загружалась блоками, вследствие чего на местах стыковки блоков происходило нарушение сплошности потока жидкости, а для образцов РЛВН за счет отсутствия стыков этого не происходило.

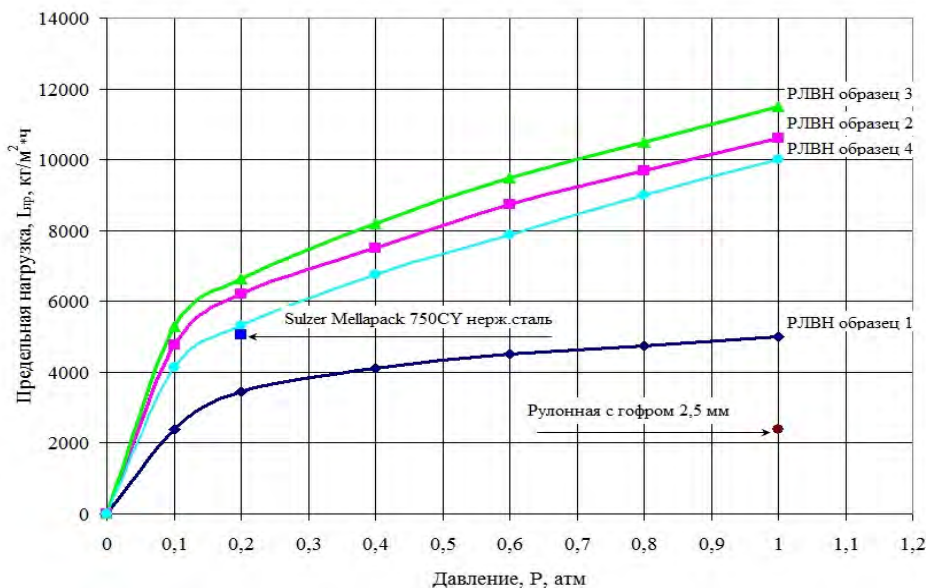


Рис. 12. Зависимость пропускной способности регулярных насадок из нержавеющей стали от давления

Исследование разделительной способности образцов регулярной насадки в зависимости от нагрузки по жидкости проводилось при давлении 0,2 атм с использованием дистиллированной воды природного изотопного состава. Анализ изотопного состава проводили на приборе LGR-500 производства Los-Gatos Research Inc. (США). Результаты испытаний представлены на рис. 13. Из представленных данных видно, что для насадки Зульцер характерно достаточно резкое увеличение значения ВЭТС с ростом нагрузки. В то время как для образцов 2–4 РЛВН и рулонной насадки зависимости ВЭТС от нагрузки в пределах точности определения практически не наблюдается. При этом следует отметить, что значения ВЭТС для всех исследованных образцов РЛВН оказались не выше, чем у промышленной насадки фирмы Зульцер.

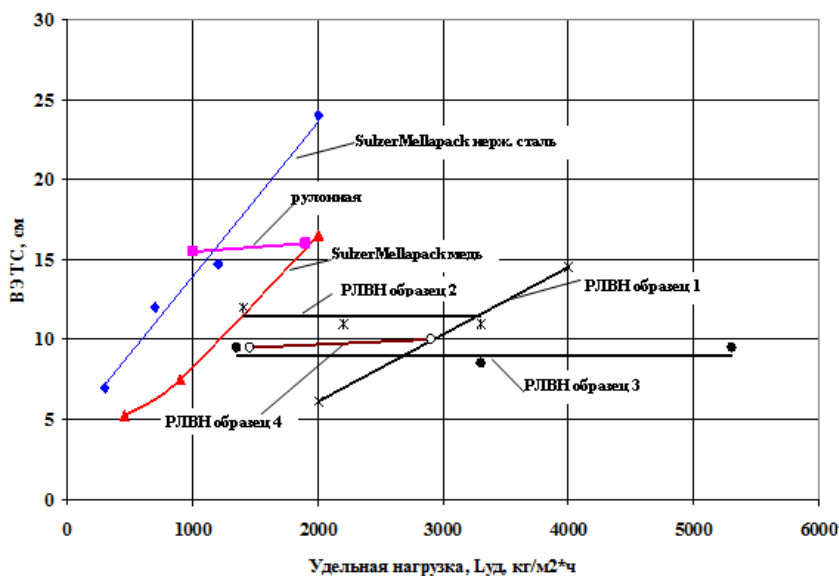


Рис. 13. Зависимость ВЭТС от нагрузки для регулярных насадок при ректификации воды под вакуумом ($P = 0,2$ атм)

Таким образом, проведенные исследования показывают, что разрабатываемая в РХТУ им. Д. И. Менделеева регулярная рулонная ленточно-винтовая насадка по ряду показателей не уступает промышленной насадке фирмы Зульцер, что свидетельствует о правильном направлении проводимых исследований в области создания конкурентоспособной импортозамещающей регулярной насадки для разделения изотопов водорода методом ректификации воды под вакуумом. Полученные данные по эффективности насадочных контактных устройств могут быть использованы при проектировании установок для разделения изотопов водорода методом ректификации воды под вакуумом.

Работа выполнена в рамках Соглашения с Минобрнауки России о предоставлении субсидии № 14.580.21.0001 от 01.12.2014 г. «Разработка и создание эффективных аппаратов-разделителей для получения кондиционной (с концентрацией 99,8 %) тяжелой воды на ФГУП «ПО "Маяк"».

Список литературы

1. Андреев Б. М., Магомедбеков Э. П., Розенкевич М. Б., Райтман А. А., Сахаровский Ю. А., Хорошилов А. В. Разделение изотопов биогенных элементов в двухфазных системах. М.: ИздАТ, 2003.
2. Магомедбеков Э. П., Баранов С. В., Белкин Д. Ю., Розенкевич М. Б., Растунова И. Л. Тяжелая вода – свойства, получение и применение в ядерной отрасли // Взаимодействие изотопов водорода с конструкционными материалами. IHISM'14: Сб. докл. Пятой Международной конференции и Девятой Международной школы молодых ученых и специалистов им. А. А. Курдюмова / Под ред. А. А. Юхимчука. Саров: ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ». 2015. С. 39–56.
3. Изотопы: свойства, получение, применение. В 2 т. / Под ред. В. Ю. Баранова. М.: ФИЗМАТЛИТ. Т. 1. 2005. 600 с., Т. 2. 2006. 728 с.
4. Андреев Б. М. Химический изотопный обмен – современный способ производства тяжелой воды // Химическая промышленность. 1999. № 4, С. 219–224.
5. Андреев Б. М., Зельвенский Я. Д., Катальников С. Г. Тяжелые изотопы водорода в ядерной технике. М.: ИздАТ.2000.
6. Магомедбеков Э. П., Растунова И. Л., Розенкевич М. Б. Современные технологии разделения изотопов водорода. // Взаимодействие изотопов водорода с конструкционными материалами. IHISM'11 JUNIOR: сб. докл. Седьмой международной школы молодых ученых и специалистов / Под ред. А. А. Юхимчука. Саров: ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ». 2012. С. 218 – 231.
7. Розенкевич М. Б., Растунова И. Л. Теоретические основы процессов разделения изотопов // Взаимодействие изотопов водорода с конструкционными материалами. IHISM'14: Сб. докл. Пятой Международной конференции и Девятой Международной школы молодых ученых и специалистов им. А. А. Курдюмова / Под ред. А.А. Юхимчука. Саров: ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ». 2015. С. 57 – 76.
8. Сахаровский Ю. А. Массопередача и гидродинамика в колоннах с высокоэффективной насадкой: учеб. пособие. М.: РХТУ им. Д. И. Менделеева. 2010.
9. Проволочная спиральная насадка для ректификационных колонн: а.с. СССР № 375479; заявл.: 8.03.1948; опубл.: 30.09.1949, Бюл. № 75115.
10. Официальный сайт компании «Sulzer» [электронный ресурс]. URL: <https://www.sulzer.com/ru> (дата обращения 20.11.2014).