

ОПУ №1

Химическая технология

3 • 1978

ТЕХНОЛОГИЯ
ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

ХИМИЯ-СЕЛЬСКОМУ ХОЗЯЙСТВУ

ПРОЦЕССЫ, АППАРАТЫ И МАШИНЫ

АВТОМАТИЗАЦИЯ
ХИМИЧЕСКИХ ПРОИЗВОДСТВ

Установка для изучения процесса выделения сверхчистого водорода из газовых смесей

В. И. Кошель, В. А. Гольцов, А. А. Добрадин, В. С. Товстуха, Б. Н. Шерстяк, А. Л. Звягинцев, Н. Л. Шамис

Современная техника нуждается в сверхчистом водороде, который получается в промышленности путем диффузии через непористые металлические мембраны из сплавов палладия [1—3]. Наиболее дешевым сырьем являются такие водородсодержащие газы, как например, продувочные газы синтеза аммиака, продукты конверсии газообразных или жидких углеводородов и т. д. В связи с этим возникла и развивается новая область науки, в задачу которой входит разработка вопросов металлофизики диффузионных фильтров, изучение физико-химии процесса выделения водорода и исследование его зависимости от внешних параметров, со-

става газовой фазы, скорости и условий сброса остаточного газа и, наконец, вопросы создания соответствующей аппаратуры [4].

Авторами создана и эксплуатируется экспериментальная диффузионная установка, обеспечивающая проведение в широком интервале параметров изучения процесса выделения водорода из газовых смесей заданного состава. На рис. 1 приведена схема установки, которая состоит из следующих основных блоков: узел получения и подачи к диффузионному фильтру водорода исходной газовой смеси (I); диффузионный блок с фильтром (II); вакуумная часть (III); блок контроля и

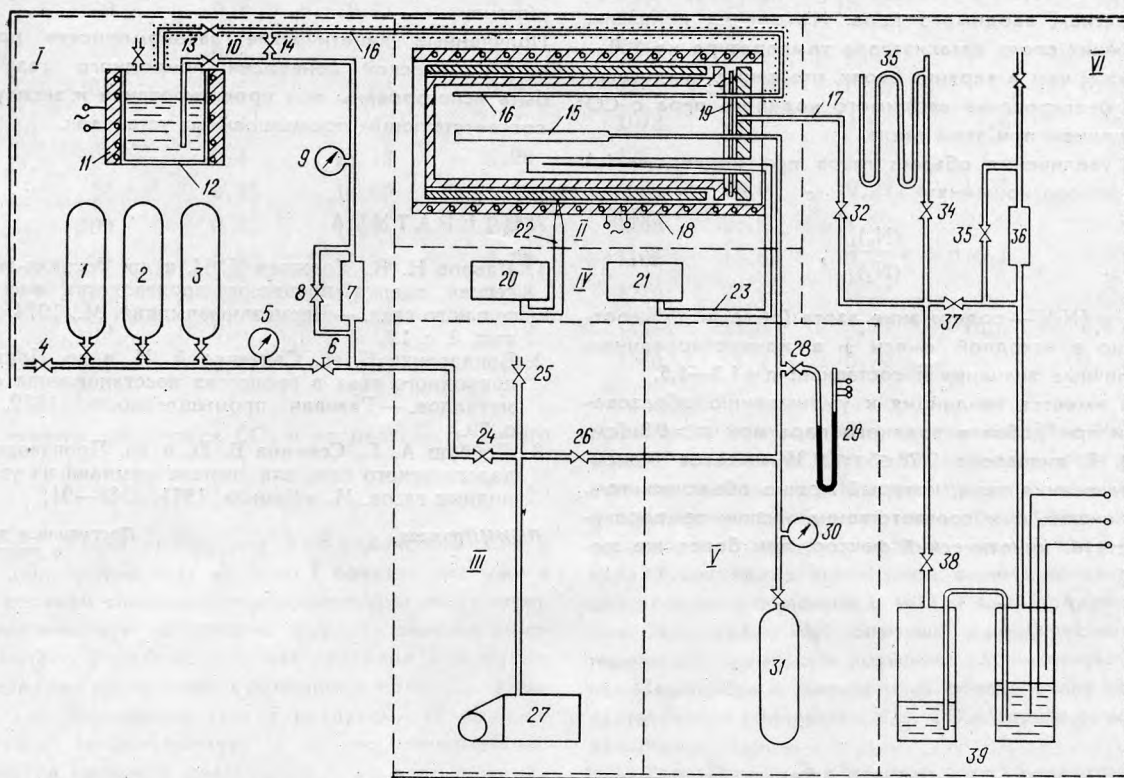


Рис. 1. Схема установки: 1 — баллон с примесью; 2 — баллон с техническим водородом; 3 — баллон для приготовления исходной смеси; 4 — вентиль для присоединения емкостей с газами; 5 — манометр высокого давления; 6 — редуктор; 7, 36 — ротаметры; 8, 35 — бойпасы; 9, 30 — контактные манометры; 10, 13, 14 — вентили сатуратора; 11 — термостат; 12 — сатуратор; 15 — фильтр; 16 — капилляр подвода исходной смеси газов; 17 — капилляр сброса остаточного газа; 18 — электропечь; 19 — медное уплотнение; 20 — потенциометр ЭПД-17; 21 — потенциометр ПП-63; 22, 23 — термопары; 24, 25, 26 — вентили вакуумной части; 27 — вакуумный насос; 28 — вентиль ртутного манометра; 29 — ртутный контактный манометр; 31 — баллон сверхчистого водорода; 32 — вентиль сброса; 33 — хроматограф; 34, 37, 38 — трехходовой кран сброса; 39 — жидкостной газометр.

автоматического регулирования температуры (IV), измерительный блок (V); система сброса и анализа остаточного газа (VI).

В узле (I) предусмотрено получение и хранение в баллоне водородосодержащей смеси заданной концентрации, ее дальнейшую подачу под заданным давлением в фильтр либо сухой, либо насыщенной парами воды (до заданного их парциального давления) в сатураторе, помещенном в термостат типа Е-149. Для предотвращения конденсации паров воды, капилляр подвода смеси к фильтру подогревается до 150°С путем электронного нагрева. По мере протекания смеси вблизи фильтра, например, в виде тонкостенной трубки из сплава В-1 [5] водород отделяется от газовой смеси диффузией через ее боковую поверхность, а остаточный газ сбрасывается по отводящему капилляру через узел (VI).

Фильтр нагревается электрической печью, температура контролируется ХА термопарой (горячий спай, которой введен внутрь диффузионного фильтра в герметическом чехле) и потенциометром ПП-63. Температура регулируется потенциометром ЭПД-17. Основным элементом системы сброса остаточного газа (VI) является жидкостный газометр с контактными датчиками уровней, установленными на фиксированный объем. Время сброса измеряется электронным секундомером. Химический состав остаточного газа определяется промышленным хроматографом ХПА-4.

Измерительная часть установки (V) состоит из баллона, заполняемого диффундирующим водородом, давление которого измеряется ртутным контактными манометром, а соответствующий отсчет времени осуществляется автоматически запускаемым электронным секундомером. Для проведения опыта баллон вакуумируется и по нарастанию давления продифундированного водорода рассчитывается средняя удельная производительность фильтра $\bar{P}_{\text{ссм}} \left[\frac{H_{\text{ссм}}^3 H_2}{\text{см}^2 \text{ час}} \right]$. Для контроля

входного и выходного давлений газовой смеси использованы манометры типа ЭКМВ-IV, дополненные световой и звуковой сигнализацией.

Результаты измерений анализируются в виде так называемых сбросовых характеристик, дающих зависимость средней удельной производительности фильтра ($\bar{P}_{\text{ссм}}$) от относительного сброса (δ) (отношение объемных скоростей остаточной и исходной смесей). Установка эксплуатируется в течение нескольких лет и хорошо себя зарекомендовала. За это время изучено влияние на процесс выделения водорода диффузией через фильтр из сплава В-1 следующих факторов: внешних параметров, состава бинарных и многокомпонентных газовых смесей [H_2 (50—100%); CO_2 (5—50%); CO (2—15%); CH_4 (20—30%); H_2O (10—20%); Ar (20—50%)]; скорости подачи и сброса газа; конструктивных особен-

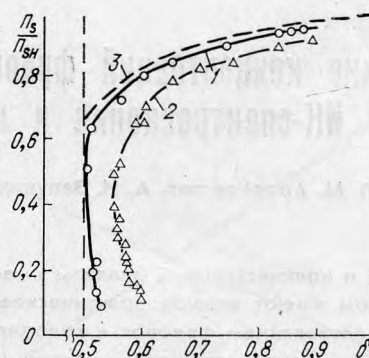


Рис. 2. Сбросовые характеристики фильтра из сплава В-1, полученные на газовых смесях: 1 — 50% H_2 +50% Ar ; 2 — 50% H_2 +50% CO_2 ; 3 — теоретическая кривая.

ностей фильтра. В качестве примера на рис. 2 приведены типичные сбросовые характеристики, полученные при 600°С на бинарных газовых смесях 50% H_2 +50% Ar (рис. 2, кривая 1) и 50% H_2 +50% CO_2 (кривая 2) на фильтре из сплава В-1 в виде трубки диаметром 2,45 мм, толщиной стенки 0,1 мм, длиной 115 мм и соотношении диаметра фильтрующей трубы и кожуха равным 3,18. Давление газовой смеси поддерживалось равным 6 атм, а сверхчистого водорода от 7 мм рт. ст. до 17 мм рт. ст.

На рис. 2 приведена теоретическая сбросовая характеристика (кривая 3). Сопоставляя с ней опытные данные, судят о величине внешнего диффузионного торможения процесса получения сверхчистого водорода и о влиянии соответствующих химических реакций. Созданная установка позволяет изучать процесс выделения водорода диффузионным методом, а также моделировать работу диффузионного отделителя водорода требуемой производительности.

ЛИТЕРАТУРА

- Lewis F. A. The palladium hydrogen system, Academic Press, London—New York, 1967, 215p.
- Гольцов В. А. В сб.: Мембранная технология — новое направление в науке и технике. — Тезисы докладов I Всесоюзной конференции по мембранным методам разделения смесей. М., Изд-во МХТИ им. Д. И. Менделеева, 1973, с. 185.
- Гольцов В. А. В сб.: Методы исследования и определения газов в металлах. Л., Изд-во ЛДНТП, 1973, с. 18.
- Гольцов В. А., Каган Г. Е., Гельд П. О. Заводская лаборатория 1971, 37, № 6, с. 740.
- Гольцов В. А., Гельд П. В. и др. Патент США № 3804616.

Донецкий
политехнический институт

Поступила в редакцию
в январе 1976 г.