

Письма В РЕДАКЦИЮ

Установка для тонкой очистки инертных газов от кислорода и паров воды

Н. С. Грачев, П. Л. Кириллов

Присутствие окислов в установках, использующих натрий и сплавы натрия с калием, сильно увеличивает коррозию контура, а в отдельных случаях может вызвать закупорку трактов. В таких установках над поверхностью металла для предохранения его от окисления необходимо создавать инертную атмосферу из газов, содержащих минимальное количество кислорода и паров воды. Инертный газ используется так же, как разделяющая среда между металлом и чувствительным элементом прибора при измерении давления.

В качестве защитных газов могут применяться аргон, азот и гелий. Из них для экспериментальных установок наиболее предпочтителен аргон ввиду большого удельного веса по сравнению с воздухом. Это обстоятельство позволяет открывать отдельные части установки на короткое время (окисления металла при этом не происходит). Для промышленных установок целесообразнее использовать азот. Гелий из-за текучести, малого удельного веса и высокой стоимости использовать, по-видимому, нецелесообразно. Эти инертные газы содержат определенное количество кислорода и паров воды и могут сами являться источником загрязнения металла окислами. Так, «чистый» аргон содержит по паспортным данным кислорода 0,05—0,1 об.%, «технический» азот—0,5—1 об.%. Для очистки указанных газов от кислорода и паров воды была сооружена специальная установка.

Принцип действия установки. Тонкая очистка от кислорода основана на химическом взаимодействии кислорода, находящегося в инертном газе, сначала с медью, а затем с расплавленными щелочными металлами (натрий, сплавы натрия с калием). Медь была осаждена на силикагеле [1]. Этот поглотитель представляет собой мелкопористые шарики диаметром ~10 мм, поверхность которых покрыта тонким слоем меди. Омедненный силикагель имеет ряд важных преимуществ по сравнению с другими твердыми и жидкими поглотителями кислорода и воды. Во-первых, этот препарат при работе не расходуется, так как окись меди легко восстанавливается водородом. Во-вторых, он является одновременно

поглотителем и паров воды, что позволяет сократить количество очистительных емкостей. В-третьих, не требуется высокотемпературных печей, и для препарата не опасно превышение рабочей температуры. В-четвертых, препарат дешев и может быть легко приготовлен. Омедненный силикагель используется для предварительной очистки газа. Дальнейшая очистка заключается в барботировании инертного газа через жидкий натрий или сплав натрия с калием при температурах 200—250° С. Метод очистки газа сплавом натрия—калий в небольших количествах описан в работе [2].

Конструкция установки. Установка (рис. 1) состоит из двух емкостей, заполненных поглотителями и установленных в печи, и одной необогреваемой емкости. Емкость I представляет собой цилиндр из стали марки 1Х18Н9Т диаметром 105 мм и длиной 2,5 м. В нее загружают 10 кг омедненного силикагеля. Емкость III по размерам и устройству аналогична емкости I с той лишь разницей, что в ней впускная трубка опущена на дно. В емкость III заливают 5—7 л натрия или сплава натрия—калий. Для повышения эффективности поглотителя эта емкость заполняется кольцами Рашига или пучками стружки нержавеющей стали. Буферная емкость II предохраняет омедненный силикагель от попадания в него металла при случайном падении давления со стороны входа газа. На выходе из емкости III расположен фильтр 14, улавливающий пары натрия. Очищенный инертный газ собирается в приемнике, рассчитанном на давление 10 атм. Емкость приемника 0,6 м³. Водяной затвор 18 используется при восстановлении омедненного силикагеля. Вакуумирование установки производится форвакуумным насосом [17].

Эксплуатация установки. Перед началом работы все полости установки, заполненные воздухом, откачиваются форвакуумным насосом, затем заполняются инертным газом и снова откачиваются. Поглотительные емкости разогреваются до 200—250° С. При открытых вентилях 4, 5, 6 газ из баллона проходит через редуктор и поступает в очистительные емкости. Расход газа контролируется ротаметром Р₁.

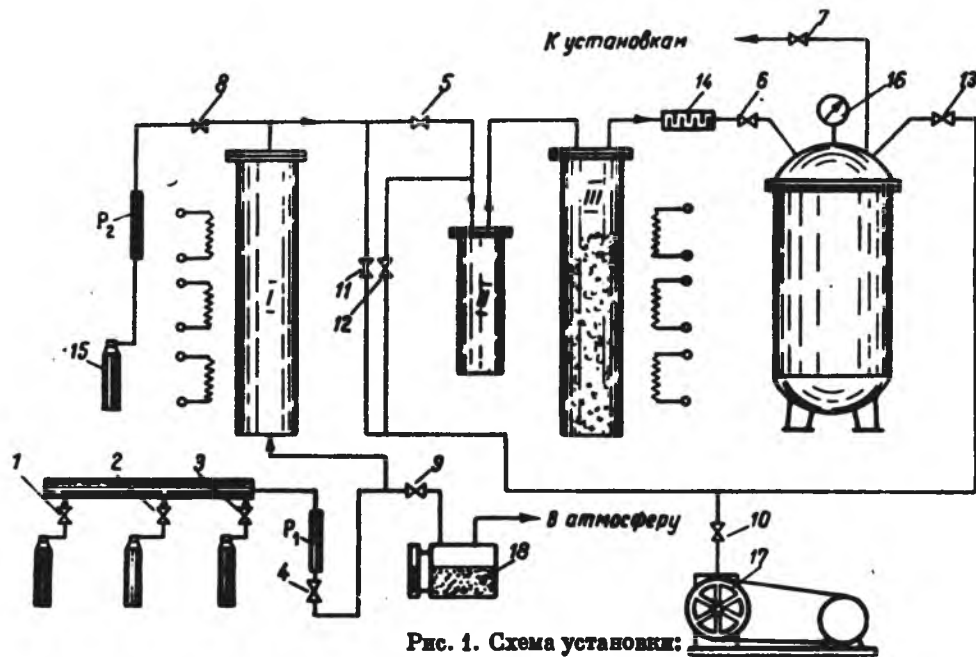


Рис. 1. Схема установки:

I—емкость с омедненным силикагелем; II—буферная емкость; III—емкость со сплавом натрия; P₁, P₂—ротаметры; 1—13—вентили; 14—ловушка паров натрия; 15—баллон с водородом; 16—манометр; 17—форвакуумный насос; 18—водяной затвор.

Очищенный газ собирается в приемнике, откуда расходуется по мере надобности.

Для восстановления отработанного (окисленного) омедненного силикагеля водород из баллона 15 через редуктор и ротаметр P₂ подается в емкость I. При этом открыты вентили 8, 9. Расход водорода — 40 л/час. После продувки емкости I водородом в течение 10 мин включается нагреватель этой емкости. При температурах 250—300° С начинается интенсивное восстановление окиси меди. Трубка, соединяющая емкость I с водяным затвором, сильно разогревается за счет конденсации в ней паров воды. Вода собирается в водяном затворе, а непрореагировавший водород удаляется в атмосферу. Процесс восстановления производится после очистки 200 м³ газа и длится около 8 час. При восстановлении окиси меди примерно через каждый час емкость I освобождается от паров воды путем энергичного продувания током водорода. Окончание восстановления легко определяется по понижению температуры трубки, отводящей водород.

Анализ на кислород. Для определения малых количеств кислорода в газе был применен известный колориметрический метод, основанный на изменении окраски аммиачного раствора полухлористой меди при соприкосновении этого раствора с кислородом. Колба 2 (рис. 2) с заранее определенным объемом заполнялась газом. Затем из колбы 1 в сосуд 4 заливается определенное количество аммиачного раствора полухлористой меди. После этого краны 6 и 8 закрываются и раствор из сосуда 4 передвигался в колбу 2. Раствор энергично взбалтывался в течение нескольких минут, а затем сливался в сосуд 4 для сравнения со стандартными эталонами.

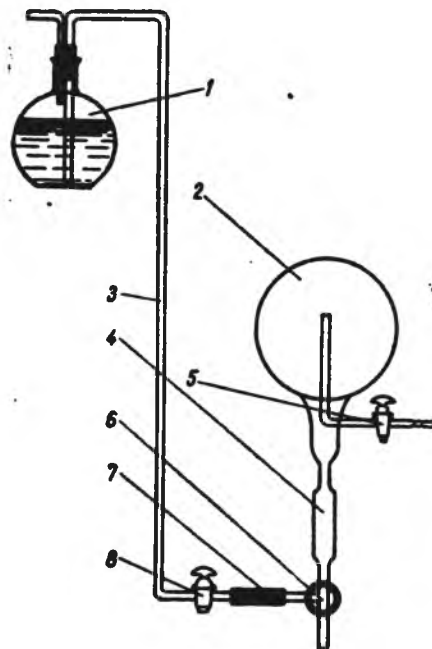


Рис. 2. Прибор для определения содержания кислорода:

1—колба с аммиачным раствором полухлористой меди; 2—реакционная колба (Мугдана); 3—соединительная трубка; 4—сосуд для сравнения с эталоном; 5, 6, 8—краны; 7—соединения.

Процентное содержание кислорода в анализируемом газе рассчитывается по формуле

$$\% O_2 = \frac{ak \cdot 100}{V \cdot f},$$

где a — количество кислорода, соответствующее окраске стандартного раствора; k — поправочный коэффициент для приведения раствора к 0,5 N; V — объем колбы в мл; f — коэффициент приведения объема газа к нормальным условиям.

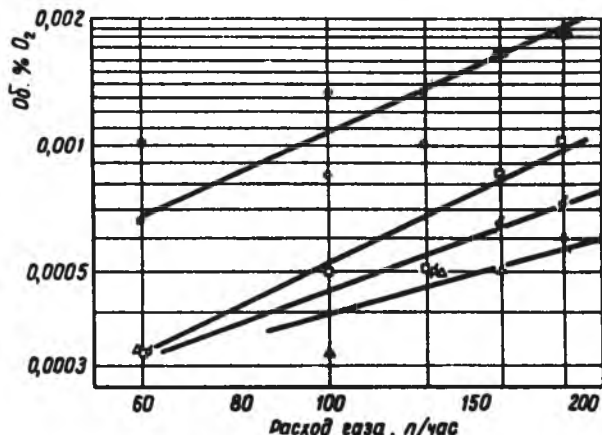


Рис. 3. Зависимость чистоты газа от скорости протекания его через установку в емкости с омедненным силикагелем при разных температурах (°C): ●—100; ○—150; □—200; ⋈—250; △—300.

Время, необходимое для проведения такого анализа, составляет 15—20 мин. Чувствительность

метода может быть доведена до $10^{-5} \%$, что вполне достаточно для аналитических целей. После анализа прибор промывается дистиллированной водой.

Исследование режимов работы установки. Для определения эффективности установки на разных режимах работы были сняты характеристики, т. е. зависимость чистоты газа от скорости протекания его через установку и от температуры в поглотительных емкостях. Данные анализов представлены на рис. 3, из которого видно, что при расходе 60 л/час аргона содержание кислорода в очищенном газе (аргоне) будет составлять 0,0003 об. %.

Температура в емкости с омедненным силикагелем была 250—300° C, в емкости со сплавом натрий—калий 150—200° C. Во время снятия характеристик температура в емкостях поддерживалась постоянной. На одном и том же режиме проводились три анализа и рассчитывалась средняя величина характеристики.

Описанная установка использовалась в течение трех лет. Она проста в эксплуатации, обеспечивает очистку аргона при расходе 60 л/час до содержания кислорода 0,0003 об. % и очистку азота при том же расходе до содержания кислорода 0,003 об. %.

Установка весьма экономична (замена сплава натрия с калием производится лишь через полгода работы) и может быть использована в промышленности, где требуются чистые инертные газы.

Поступило в Редакцию 21/VI 1958 г.

ЛИТЕРАТУРА

1. Л. М. Конторович и Ф. М. Рапопорт. Заводск. лаборатория, № 5, 632 (1951).
2. E. R. Harrison. J. Scient. Instrum., 29, 9, 295 (1952).

Получение тяжелых изотопов углерода, серы, криптона и неона методом диффузии в потоке пара

И. Г. Гвердцители, В. К. Цхакая

Исследования процесса разделения изотопов в потоке текущего пара [1] проводились на каскаде, состоящем из 80 разделительных стеклянных насосов. Диафрагма представляла собой стальной цилиндр высотой 50 мм и диаметром 16 мм, толщина диафрагмы 0,3 мм. Число отверстий диаметром 0,4 мм — 500. Общая длина каскада ~6 м. В качестве рабочей жидкости служила ртуть. Величина мощности электрического подогревателя, расходуемая на разделение, составляла в среднем 140 ст.

Разделительные насосы были соединены в каскад по классической схеме. Газообмен между насосами осуществлялся без дополнительных циркуляционных насосов за счет наличия гидродинамического перепада давления на разделительной диафрагме. Разделение изотопов проводилось при давлении 7—25 мм рт. ст.

Для заполнения каскада при давлении 10 мм рт. ст. необходимо ~90 н.см³/газа. Время установления стационарного режима, как это следует из теории каскадных установок, определяется конкретными условиями ведения процесса разделения.

В данной работе разделение изотопов серы (с использованием SO₂), углерода (с использованием CH₄) и криптона производилось при давлении 12 мм рт. ст. Время установления равновесия не превышало 15 час.

В связи с тем, что не ставилась задача получения большого количества высокообогащенных изотопов и исходные газы имелись в достаточных количествах, отпала необходимость в секции исчерпывания и практически весь каскад использовался в качестве секции обогащения. Объем с обогащаемой смесью подключался к концу каскада, где концентрируется легкая фракция (так называемый легкий конек).

Разделяемая изотопная смесь при помощи специальной испарительно-конденсационной системы, которая позволяла регулировать величину потоков и давление газа в каскаде, циркулировала через линию тяжелой фракции первого насоса каскада. Через определенные промежутки времени после уменьшения концентрации обогащенного изотопа ниже заранее рассчитанного значения происходила