

جداسازی ایزوتوپ های پایدار هیدروژن با روش تقطیر در برج پر شده

علیرضا فضلعلی*، محسن روشنائی

گروه مهندسی شیمی، دانشگاه اراک، اراک، ایران

مشخصات مقاله

تاریخچه مقاله:

دریافت: ۷ خرداد ۱۴۰۰

دریافت پس از اصلاح: ۳۰ شهریور ۱۴۰۰

پذیرش نهایی: ۲۶ اذر ۱۴۰۰

کلمات کلیدی:

ایزوتوپ های پایدار

دوتریوم

تقطیر

ارتفاع معادل

چکیده

در عملیات جداسازی با استفاده از فرایند تقطیر، برج های پر شده بخاطر وجود محاسنی نظیر راندمان بالا مورد توجه می باشند. در این پژوهش جداسازی اکسید دوتریوم (D_2O) (آب سنگین) و اکسید هیدروژن (H_2O) (آب معمولی) با استفاده از یک برج پر شده در شرایط خلاء نسبی بصورت ناپیوسته بررسی شد. در انجام این آزمایش ها از آب سنگین با غنای ۱۰٪، ۵۰٪ و ۹۰٪ استفاده شده و جداسازی با استفاده از آکنه های شبه دیکسون از جنس فولاد زنگ نزن مورد بررسی قرار گرفت. برای این منظور طراحی آزمایش فاکتوریل انجام شد که در آن اثرات غلظت آب سنگین، فشار و میزان جریان برگشتی بر میزان ارتفاع معادل سینی تئوری (HETP) در برج بررسی شد. در این میان اثر غلظت بیشتر از دو متغیر دیگر بود و با بهینه سازی انجام گرفته این نتیجه حاصل شد که در حالتی که همه متغیرها در حالت کمینه خود باشند، کمترین (بهترین) ارتفاع معادل حاصل خواهد شد. همچنین آزمایش ها نشان داد که پارامتر فشار به تنهایی در محدوده مورد بررسی بر میزان جداسازی بی اثر است، گرچه بر همکنش آن با فاکتورهای دیگر معنی دار ارزیابی شد.

۱- مقدمه

ایزوتوپ‌های پایدار کاربردهای ویژه و منحصر به فردی دارند که از جمله می‌توان به کاربردهای آن‌ها در علوم زمین‌شناسی، هیدرولوژی، محیط زیست، پزشکی، دارویی، صنایع غذایی، کشاورزی، علوم دامی و ... اشاره کرد که با توجه به گستره کاربرد آن‌ها، اهمیت آن‌ها بیشتر روشن می‌شود.

ایزوتوپ پایدار به عنوان ایزوتوپی تعریف می‌شود که تاکنون هیچ شکلی از واپاشی آن مشاهده نشده است. اگر نسبت نوترون به پروتون عنصری کمتر از یک و نیم باشد عنصر بدون واپاشی و پرتوایی است. ایزوتوپ پرتوزا، گونه‌ای از ایزوتوپ ناپایدار است که نیم‌عمر پایینی دارد. اگر نسبت نوترون به پروتون در عنصری بیش از یک و نیم باشد پرتوزا است.

آب‌سنگین عمدتاً به عنوان یک کاندید در راکتورهای هسته‌ای بکار می‌رود. ارزش آب‌سنگین به عنوان کاندید کننده، توانایی بالای اتم‌های دوتریوم در جذب انرژی نوترون‌هایی است که با آن‌ها برخورد می‌کند، بدون اینکه به طور همزمان با تعداد زیادی از این نوترون‌ها برخورد کرده و یا آن‌ها را جذب نماید.

در میان روش‌های مختلف برای جداسازی ایزوتوپ‌های هیدروژن، روش تقطیر آب، علی‌رغم پایین بودن فاکتور جداسازی، دارای مزیت‌هایی مانند آسانی عملیات، وجود نداشتن جزء سمی و خورنده H_2S (که در فرایند تبادل دو دمایی آب - سولفید هیدروژن برای تولید آب‌سنگین استفاده می‌شود)، عدم وجود تبدیل گاز هیدروژن آب به وسیله الکترولیز (در فرایند تبدیل ایزوتوپ هیدروژن آب) و عدم وجود کاتالیست برای تبادل ایزوتوپ را دارد [۱].

در این تحقیق از برج‌های پر شده برای تقطیر آب استفاده شده است. برج‌های پر شده، زمانی در تقطیر استفاده می‌شود که عمل جداسازی آسان باشد و قطر ستون مورد نیاز خیلی بزرگ نباشد [۲] البته در مورد این پژوهش جداسازی چندان هم آسان نیست ولی قطر ستون کم است. ستون‌های آکنده قیمت کمتری دارند. مشکل عمده این ستون‌ها عدم توزیع مناسب مایع است، خصوصاً زمانی که ستون قطر بزرگی دارد و یا بسیار بلند است.

۱-۲- مرور تحقیقات قبلی

یاماموتو^۱ و همکاران در تحقیق بر روی جداسازی ایزوتوپ $H_2O - HTO$ با استفاده از تقطیر آب، دینامیک HETP آکنه دیکسون SUS را در یک برج پر شده کوچک بررسی کردند [۳]. احمد شریعت^۲ و جان ج کانش^۳ راندمان آکنه‌ها را در مقیاس تجاری با استفاده از توزیع کننده لوله‌ای^۴ و توزیع کننده با شیار V شکل^۵ مورد بررسی قرار دادند [۴]. برج مورد استفاده در این کار قطری معادل ۱/۲۲m داشته و دو ارتفاع بستر ۳/۶۶m و ۵/۴۹m مورد بررسی قرار گرفت. در این تحقیق چهار اندازه از آکنه با دو نوع توزیع کننده مورد آزمایش قرار گرفت. علاوه بر اینکه ارتفاع معادل آکنه‌های ذکر شده در شرایط آزمایش بدست آمد مشاهده شد که در همه آزمایش‌ها توزیع کننده‌های لوله‌ای نتایج بهتری داشتند. زاکرزسکا-ترزنادل^۶ و همکاران مطالعاتی بر روی جداسازی پروتیوم / دوتریوم و اکسیژن - ۱۶ / اکسیژن - ۱۸ با استفاده از تقطیر غشائی داشتند [۵]. آن‌ها تلاش کردند تا ایزوتوپ‌های دوتریوم و اکسیژن سنگین (اکسیژن-۱۸) مشاهده شده در فرایند تقطیر غشائی^۷ (MD) را توجیه کنند. کانا اوکی^۸ و همکاران بر روی قابلیت کاربرد غشائی پالادیوم برای جداسازی پروتیوم و دوتریوم تحقیقاتی انجام دادند [۶]. در این تحقیقات جداسازی پروتیوم و دوتریوم با استفاده از غشای پالادیوم در شرایط دما و فشار مورد بررسی قرار گرفت. اوها^۹ و همکاران تحقیقاتی راجع به تقطیر ایزوتوپ‌های هیدروژن برای مقاصد هیدروژن-دوتراید (HD) قطبی شده داشتند [۷]. آنها یک سیستم تقطیر برودتی جدید را ارتقاء دادند تا گاز هیدروژن-دوتراید (HD) را برای مقاصد HD قطبی شده خالص‌سازی کنند. دولان^{۱۰} و همکاران بر روی تغلیظ دوتریوم با استفاده از غشاهای وانادیوم کار کردند [۸]. ایشان طبق آزمایش‌هایی که با هدف محاسبه تراوش پذیری هیدروژن و دوتریوم در غشای پالادیوم با پوشش وانادیوم در دمای $300^\circ C$ انجام شد به این نتیجه رسیدند که هیدروژن با سرعت ۱/۵ برابر سریع‌تر از دوتریوم تراوش می‌کند. یونته^{۱۱} و همکاران دفع پروتیوم و دوتریوم از بسترهای تیتانیوم متفاوت را مورد بررسی قرار دادند [۹]. در این کار تحقیقی راجع به بازیابی ایزوتوپ‌های مختلف هیدروژن از دو نوع بستر تیتانیوم (Ti) با نام‌های بسترهای پودری تیتانیوم و بسترهای اسفنجی تیتانیوم انجام

7 Membrane Distillation
8 Kanna Aoki
9 T. Ohta
10 Michael D. Dolan
11 Eusebiu Ilarian Ionete

1 Ichiro Yamamoto
2 Ahmad Shariat
3 John G. Kunesh
4 Tubed Drip Pan Distributor
5 V-notched trough distributor
6 G. Zakrzewska-Trznadel

بیشتر است که در عمل این کار هر چند استحکام آن را بهبود می‌بخشد اما با وجود کشش سطحی آب، اجازه نفوذ آب به ساختار درونی آکنه را نمی‌دهد.

دستگاه مورد استفاده در این آزمایش‌ها یک برج تقطیر پرشده است که در حالت جریان برگشتی کامل و به صورت ناپیوسته کار می‌کند و مانند همه برج‌های تقطیر دیگر از بدنه برج، بستر پرشده، جوش آور^۲ و چگالنده^۳ تشکیل شده است. قطر برج ۶ in و ارتفاع بستر ۲m است. بدنه اصلی برج از دو لوله ۶ اینچی تشکیل شده است که به صورت عمود بر سطح زمین و روی یکدیگر قرار گرفته‌اند و در واقع بستر پرشده در لوله بالایی قرار دارد. در پایین بستر پرشده یک نگهدارنده توری شکل تعبیه شده که آکنه‌ها روی آن ریخته شده است. کار نگهداری و جلوگیری از ریزش آن‌ها به عهده این نگهدارنده است. جوش آور مورد استفاده در این برج از نوع ترموسیفون می‌باشد، لذا یک مرحله تعادلی به حساب نمی‌آید [۱۱] این جوش آور در واقع یک مبدل پوسته - لوله‌ای^۴ است که بخار در قسمت پوسته جریان دارد. یک خط لوله از قسمت‌های بالاتر از مبدل، جریان آب را وارد مبدل می‌کند و با استفاده از انرژی بخار که در پوسته جریان دارد، آب به صورت بخار در می‌آید. بخار تولیدی از بستر عبور می‌کند و در آنجا با مایعی که از بالا به پایین جریان دارد در تماس است و انتقال جرم انجام می‌گیرد. بخار پس از عبور از بستر وارد چگالنده می‌شود. چگالنده هم یک مبدل پوسته - لوله‌ای است که آب خنک کننده در پوسته آن جریان دارد. در چگالنده همگی بخار ورودی به صورت مایع در می‌آید و در یک ظرف که زیر آن قرار دارد جمع‌آوری می‌شود و از آنجا وارد توزیع کننده می‌شود، سپس از توزیع کننده روی آکنه‌ها می‌ریزد.

در واقع در این برج از هیچ پمپی استفاده نشده است و مایع با استفاده از نیروی جاذبه به پایین می‌ریزد و بخار رو به بالا حرکت می‌کند. از قسمت بالای برج بعد از چگالنده یک خط به منبع خلأ وصل شده که خلأ برج از آنجا تأمین می‌شود. همچنین یک ونت^۵ روی این مسیر تعبیه شده که برای تغییر فشار از آن استفاده می‌شود. تجهیزات ابزار دقیق^۶ که روی این برج وجود دارد و مورد استفاده قرار می‌گیرد یک حسگر فشار^۶ است که در پایین بستر قرار گرفته و علاوه بر آن یک حسگر سطح^۷ نیز در محدوده مایع تعبیه شده که سطح داخل برج را نشان می‌دهد. دو نقطه نمونه‌گیری در پایین و بالای برج وجود

شد. کریستنسون^۱ و همکاران با یک برج تقطیر، جابجایی ایزوتوپ هیدروژن از مایع لیتینیوم را آزمایش کردند [۱۰]. آنها یک روش عملیات حرارتی را در قالب برج تقطیر برای استخراج ایزوتوپ‌های هیدروژن از مایع لیتینیوم طراحی کردند و این سیستم را ارتقاء داده و ساختند.

آکنه‌های دیکسون ارتفاع معادل کمی (بازده خوبی) دارند و استفاده از آنها در جداسازی‌های سخت از جمله جداسازی ایزوتوپ‌های پایدار هیدروژن می‌تواند بسیار مفید واقع شود. این آکنه می‌تواند بازده جداسازی را به طور خوبی افزایش دهد و از ارتفاع برج‌های مورد استفاده به میزان قابل توجهی بکاهد. از طرفی اطلاعات منتشر شده درباره جداسازی آب سنگین با تقطیر به ویژه تقطیر با آکنه از نوع دیکسون زنگ نزن موجود نیست و از آنجا که با شرایط موجود در کشور و محدودیت‌های خرید آکنه‌های دیکسون از شرکت سازنده، امکان تهیه آنها وجود نداشت. با تهیه این آکنه‌ها از سازنده‌های دیگر عملکرد آنها بررسی شد تا مشخص شود راندمان این آکنه‌ها چگونه است. تا در صورت مطلوب بودن عملکرد آنها، بتوان در این زمینه از آنها استفاده نمود. لازم به توضیح است که نام گذاری این آکنه‌ها به شبه دیکسون بخاطر این است که از غیر از شرکت سازنده دیکسون تهیه شده است.

۲- مواد و روش انجام آزمایش

۲-۱- مواد و دستگاه مورد استفاده در آزمایش

برای جداسازی ایزوتوپ‌های پایدار هیدروژن، روش‌های متفاوتی وجود دارد. با توجه به مزایای فرایند تقطیر، روش تقطیر آب انتخاب شد و لذا ماده‌ی مورد استفاده در این آزمایش‌ها آب است که در واقع مخلوطی از آب معمولی (H_2O) و آب سنگین (D_2O) می‌باشد. با توجه به روش آزمایش و اهداف مورد نظر، آزمایش‌ها در غلظت‌های اولیه ۱۰٪، ۵۰٪ و ۹۰٪ آب سنگین انجام شد.

آکنه مورد استفاده در این پژوهش آکنه شبه دیکسون است که شباهت بسیار زیادی به آکنه دیکسون دارد. این آکنه ساختاری شبیه حلقه لسینگ دارد و از یک ساختار شبکه‌ای (توری) ساخته شده است و از زاویه دید قاعده آن، حرف e را تداعی می‌کند. از نظر ظاهری تفاوت این آکنه با آکنه دیکسون اصلی این است که تعداد دورهای پیچیده شدن آن در اکثر موارد

5 Vent
6 Pressure Transmitter
7 Level Transmitter

1 M. Christenson
2 Reboiler
3 Condenser
4 Shell & Tube

۱۵/۵	۱۳/۹۵	۱۱/۱۲
۱۸	۱۶/۳۱	۱۱/۰۶
۲۰	۱۸/۰۱	۱۱/۰۲
۲۶	۲۳/۴۶	۱۰/۸۱
۳۰	۲۷/۱۱	۱۰/۶۷
۳۰/۴	۲۷/۴۹	۱۰/۵۶
۳۳/۷	۳۰/۵۱	۱۰/۴۵

$$\dot{m}l_f = ml_f + Q \quad (1)$$

که m مقدار جریان عبوری از جوش آور، l_f گرمای نهان آب در فشار جوش آور، \dot{m} مقدار بخار تولیدی در پایین برج، Q اختلاف گرمای بخار فوق نهان آب در فشار برج (پایین برج) و Q اختلاف گرمای بخار فوق داغ تا بخار اشباع ($mc\Delta T$) است.

۲-۲- روش انجام آزمایش

پس از اطمینان از تمیز بودن آکنه‌ها و قسمت‌هایی از برج که با آب در تماس است، جریان آب خنک کننده به چگالنده بالای برج برقرار و سپس فشار برج با اتصال به منبع خلأ کاهش داده شد و پس از آن خوراک از نقطه نمونه گیری بالا یا پایین (با شلنگی که به آن نقطه وصل شد) به برج تزریق شد. با توجه به تحت خلأ بودن برج این کار به آسانی و با مکش خوراک به داخل برج انجام شد. پس از تزریق ۲۰ کیلوگرم خوراک، جریان بخار به جوش آور برقرار و برج در سرویس قرار گرفت و در ابتدای هر روز از بالا و پایین برج نمونه گیری شده و با دستگاه طیف سنج مادون قرمز تبدیل فوریه (FTIR) آنالیز به عمل آمد. پس از اطمینان از رسیدن برج به حالت پایا، از داده‌های آن روز برای محاسبه ارتفاع معادل استفاده شد.

قبل از اینکه معیاری از زمان کافی برای آزمایش‌ها بدست آید یا به عبارتی از کارکردن برج در حالت پایا اطمینان حاصل شود، باید این نکته یادآوری شود که برج از نظر هیدرودینامیکی و غلظتی به دو زمان متفاوت برای پایا شدن نیاز دارد. با توجه به وجود حسگر فشار و سطح برج بعد از چند ساعت از لحاظ هیدرودینامیکی به حالت پایا می‌رسد اما برای مشخص شدن حالت پایا با معیار غلظتی ابتدا و قبل از انجام آزمایش‌های طراحی شده برج با خوراک ۱۰٪ و به مدت پنج شبانه روز در سرویس قرار گرفت و هر روز صبح از برج نمونه گیری شد و نمونه مورد آنالیز قرار گرفت و مشاهده شد که از روز سوم به بعد غلظت نمونه‌های بالا و پایین برج ثابت می‌شود. به این معنا که غلظت‌های پایین و بالای برج به ترتیب زیاد و کم نمی‌شود (معمولاً روز دوم به بعد هم نتایج یکسان بود) لذا معیار زمانی

دارد که برای نمونه‌گیری از آن‌ها استفاده می‌شود و با توجه به تحت خلأ بودن برج دارای دو شیر هستند که برای نمونه‌گیری ابتدا شیر نزدیک به برج باز شده تا مقداری مایع داخل خط لوله شود سپس این شیر بسته می‌شود و شیر دوم باز می‌شود و نمونه گیری انجام می‌شود.

در جوش آور، بخار با حالت فوق اشباع وارد شده و پس از تبادل حرارت با مایع ته برج و دادن حرارت محسوس و نهان خود به آن، به حالت مایع اشباع از جوش آور خارج می‌شود. به منظور اطمینان از خارج نشدن بخار از خروجی جوش آور یک تله بخار در خروجی آن تعبیه شده است. لذا با اطمینان می‌توان گفت که از خروجی فقط مایع اشباع خارج می‌شود. البته به صورت چشمی نیز این موضوع قابل مشاهده است و در عمل فقط مایع از جوش آور خارج می‌شود.

لازم به ذکر است که سرتاسر برج به خوبی عایق شده است تا از اتلاف حرارتی در برج جلوگیری شود.

میزان جریان بخار مورد استفاده در جوش آور برج، معیاری از جریان برگشتی است. همان‌طور که قبلاً ذکر شد برج به طور بسیار خوبی عایق شده است و اتلاف حرارتی از برج کم است و از آنجا که مقدار گرمای نهان تبخیر آب با فشار تغییرات کمی دارد، لذا میزان جریان برگشتی قابل محاسبه است. بخار تولیدی در پایین برج (جوش آور) به سمت بالا می‌رود و در نهایت در چگالنده همه بخار تولیدی به مایع تبدیل شده و به پایین برمی‌گردد. پس می‌توان گفت که با اختلاف کمی، مقدار بخار مصرفی معادل جریان برگشتی در برج است و با اندازه‌گیری مقدار کندانس بخار می‌توان مقدار جریان برگشتی را به دست آورد. مقدار کندانس خروجی از جوش آور با میزان بخار تولیدی در پایین برج ۱۰٪ تا ۱۱٪ اختلاف دارد. در جدول (۱) میزان کندانس خروجی از جوش آور و جریان برگشتی محاسبه و میزان اختلاف آن‌ها برحسب درصد آمده است. از رابطه (۱) برای محاسبه میزان جریان برگشتی استفاده می‌شود. برای محاسبه میزان جریان برگشتی باید توجه داشت که بخار مقداری بالاتر از حالت اشباع (فوق داغ) است و مقدار تفاوت انرژی آن با حالت اشباع باید مد نظر قرار گیرد.

جدول (۱) میزان جریان جوش آور و برگشتی

٪ اختلاف	جریان برگشتی (Lit/hr)	جریان جوش آور (Lit/hr)
۱۱/۶۱	۴/۹۳	۵/۵
۱۱/۳۷	۸/۰۸	۹
۱۱/۱۴	۱۱/۷۰	۱۳
۱۱/۲۶	۱۲/۵۸	۱۴

محدوده پایین جریان جوش‌آور انتخاب شد. با توجه به آزمایش‌های سنتی انجام شده (یک متغیر در زمان)، در نرخ جریان برگشتی ۴۰ Lit/hr، فرآیند همچنان در محدوده خطی قرار دارد. لذا این مقدار نیز به عنوان حد بالا در نظر گرفته شد. لازم به ذکر است که جریان‌های بالاتر از ۴۰ Lit/hr در محدوده کاهش شدید ارتفاع معادل (محدوده غیر خطی) قرار دارد.

غلظت ۹۰٪-۱۰٪:

در این پژوهش از غلظت‌های ۱۰٪، ۵۰٪ و ۹۰٪ استفاده شد.

فشار ۲۰-۴۰kpa:

با توجه به این که شاخص فشار (تغییرات فشار)، حسگر فشاری است که زیر بستر قرار گرفته است و در نرخ جریان برگشتی بالا، فشار پایین برج (حسگر فشار مذکور) بالا می‌رود و با در نظر گرفتن مقداری احتیاط، حد پایین ۲۰kpa در نظر گرفته شد. از طرفی این سؤال مطرح بود که تغییرات فشار تا چه اندازه روی راندمان برج اثر گذار است و با توجه به شرایط برج‌های صنعتی مقدار ۴۰kpa برای حد بالا انتخاب شد.

با توجه به خصوصیات ذکر شده در این پژوهش از طراحی باکس - بنکن برای تعیین آزمایش‌ها استفاده شد. در این طراحی متغیرها باید در سه سطح (+۱، ۰، -۱) کد گذاری شوند. جدول (۲) مقادیر واقعی و کدگذاری شده‌ی متغیرها را در این کار نشان می‌دهد.

پس از تعیین متغیرها و سطوح مختلف آن‌ها، طراحی آزمایش به روش باکس - بنکن و با سه نقطه مرکزی انجام شد و جدول (۳) بدست آمد که شامل ۱۵ آزمایش می‌باشد.

جدول (۲) مقادیر واقعی و کدگذاری شده سطح متغیرهای فرایند

مقادیر کد گذاری شده	غلظت	فشار	جریان برگشتی
-۱	۱۰	۲۰	۱۰
۰	۵۰	۳۰	۲۵
+۱	۹۰	۴۰	۴۰

در این مرحله با استفاده از نرم افزار و استفاده از ارتفاع‌های معادل سینی تئوری به عنوان پاسخ یک مدل ریاضی بر روی

برای انجام آزمایش‌ها سه شبانه روز به طور پیوسته در نظر گرفته شد. البته در مواردی که آنالیز نمونه‌ها با خطا مواجه می‌شد آزمایش یک شبانه روز دیگر یا بیشتر ادامه می‌یافت تا از ثابت بودن غلظت‌ها اطمینان حاصل شود.

بر مبنای آزمایش‌های طراحی شده هر آزمایش انجام و برای تنظیم جریان برگشتی از شیر تنظیم بخار جوش‌آور و برای تنظیم فشار از شیر ونت بالای برج استفاده و متغیرها در مقادیر طراحی شده تنظیم شد.

به منظور تهیه خوراک با غلظت‌های یاد شده با توجه به در دسترس نبودن این غلظت‌ها، اقدام به محلول سازی شد که برای این منظور ابتدا آزمایش‌هایی به منظور تعیین تجمع استاتیک^۱ آکنه‌ها انجام شد. سپس با توجه به غلظت‌های در دسترس و مقدار تجمع استاتیک محلول سازی و تهیه غلظت های ۱۰٪، ۵۰٪ و ۹۰٪ انجام شد.

برای تعیین مقدار جریان جوش‌آور مایع اشباع خروجی از آن با استفاده از استوانه مدرج در زمان های مختلف اندازه گیری شد و این اندازه گیری آنقدر ادامه پیدا کرد تا از صحت اندازه گیری اطمینان حاصل شد.

پس از نمونه گیری و آنالیز نمونه‌ها با استفاده از معادله فنسک^۲ (۲) و با داشتن ضریب فراریت نسبی، محاسبات HETP انجام شد و به عنوان پاسخ در نرم افزار طراحی آزمایش، مورد استفاده قرار گرفت.

$$N + 1 = \frac{\log \frac{X_D \frac{1-X_W}{1-X_D} \frac{X_W}{X_D}}{\log \alpha_{av}}}{\log \alpha_{av}} \quad (2)$$

با توجه به تجربیات به دست آمده در جداسازی ایزوتوپ‌های پایدار هیدروژن با استفاده از تقطیر خلأ مواردی که به نظر می‌آمد در تغییر ارتفاع معادل یا به عبارت دیگر در راندمان مؤثر هستند، شناسایی شد و در میان این عوامل، سه عامل غلظت، فشار و نرخ جریان برگشتی به عنوان فاکتورهای آزمایش در نظر گرفته و در بازه‌هایی این عوامل بررسی شد.

نرخ جریان برگشتی ۱۰-۴۰ Lit/hr:

با توجه به نمودار تغییرات ارتفاع معادل با جریان برگشتی [۱۲]، ناحیه خطی، مناسب برای طراحی برج پرشده است پس در محدوده خطی این تغییرات بررسی شد. از آنجایی که شروع تغییرات خطی از فلوی ۱۰ Lit/hr بود، این جریان به عنوان

۲	۹	۵۰	۲۰	۱۰	۶۰/۷۳
۳	۱۲	۵۰	۴۰	۴۰	۸۰/۸۸
۴	۳	۱۰	۴۰	۲۵	۶۰/۸
۵	۱۱	۵۰	۲۰	۴۰	۶۵/۸۵
۶	۱۳	۵۰	۳۰	۲۵	۷۴/۹
۷	۱	۱۰	۲۰	۲۵	۴۴/۶۶
۸	۱۰	۵۰	۴۰	۱۰	۴۹
۹	۱۴	۵۰	۳۰	۲۵	۷۴
۱۰	۸	۹۰	۳۰	۴۰	۶۸
۱۱	۵	۱۰	۳۰	۱۰	۳۳
۱۲	۷	۱۰	۳۰	۴۰	۶۰/۷
۱۳	۴	۹۰	۴۰	۲۵	۶۵/۰۸
۱۴	۶	۹۰	۳۰	۱۰	۶۱/۹
۱۵	۲	۹۰	۲۰	۲۵	۸۰/۱

داده‌ها برازش شد. در واقع داده‌های آزمایشگاهی کدگذاری شده با استفاده از روش حداقل مربعات، به مدل انتخاب شده برازش شد [۱۳].

۳- نتایج و بحث

نتایج آزمایش‌های طراحی شده در شرایط تعیین شده در جدول (۴) آمده است. پس از به دست آمدن ارتفاع معادل در آزمایش‌های طراحی شده، یک رابطه به داده‌های آزمایشگاهی برازش شد و همچنین تحلیل و ارزیابی با استفاده از نرم افزار Minitab انجام گرفت. از داده‌های جدول (۴) برای محاسبه ضرائب (چندجمله‌ای) رابطه (۳) از روی حداقل مربعات استفاده شد (که این رابطه برای حالت غیر کد شده است).

جدول (۵) آنالیز واریانس اولیه در حالت غیر کد شده.

Source	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	۲۴۷۴/۱۸	۲۷۴/۹۰۹	۲۰۳/۶۴	۰/۰۰۰۰۰۷۱۴
Linear	۱۳۷۳/۲۵	۴۵۷/۷۵۰	۳۳۹/۰۷	۰/۰۰۰۰۳۴۰
conc	۷۴۱/۱۳	۷۴۱/۱۲۵	۵۴۸/۹۸	۰/۰۰۰۰۲۶۴
pressure	۲/۰۰	۲/۰۰۰	۱/۴۸	۰/۲۷۷۸۵۱۶۵
reb.flow	۶۳۰/۱۳	۶۳۰/۱۲۵	۴۶۶/۷۶	۰/۰۰۰۰۳۹۴
Square	۵۵۷/۴۳	۱۸۵/۸۱۱	۱۳۷/۶۴	۰/۰۰۰۰۳۱۷۶
conc*conc	۳۳۳/۲۳	۳۳۳/۲۳۱	۲۴۶/۸۴	۰/۰۰۰۰۱۸۹۹
pressure*pressure	۵/۷۷	۵/۷۶۹	۴/۲۷	۰/۰۹۳۵۶۶۸۱
reb.flow*reb.flow	۲۶۶/۷۷	۲۶۶/۷۶۹	۱۹۷/۶۱	۰/۰۰۰۰۳۲۷۷
2-Way Interaction	۵۴۳/۵۰	۱۸۱/۱۶۷	۱۳۴/۲۰	۰/۰۰۰۰۳۳۸۰
conc*pressure	۲۴۰/۲۵	۲۴۰/۲۵۰	۱۷۷/۹۶	۰/۰۰۰۰۴۲۳۳
conc*reb.flow	۱۲۱/۰۰	۱۲۱/۰۰۰	۸۹/۶۳	۰/۰۰۰۰۲۲۲۱۳
pressure*reb.flow	۱۸۲/۲۵	۱۸۲/۲۵۰	۱۳۵/۰۰	۰/۰۰۰۰۸۲۹۱
Error	۶/۷۵	۱/۳۵۰		
Lack-of-Fit	۴/۷۵	۱/۵۸۳	۱/۵۸	۰/۴۰۹۶۸۳۷۳
Pure Error	۲/۰۰	۱/۰۰۰		
Total	۲۴۸۰/۹۳			

جدول (۳) آزمایش‌های طراحی شده به روش باکس - بنکن

RunOrder	StdOrder	Concentration (%mol/mol)	Pressure (KPa)	reb.flow (Lit/hr)
۱	۱۵	۵۰	۳۰	۲۵
۲	۹	۵۰	۲۰	۱۰
۳	۱۲	۵۰	۴۰	۴۰
۴	۳	۱۰	۴۰	۲۵
۵	۱۱	۵۰	۲۰	۴۰
۶	۱۳	۵۰	۳۰	۲۵
۷	۱	۱۰	۲۰	۲۵
۸	۱۰	۵۰	۴۰	۱۰
۹	۱۴	۵۰	۳۰	۲۵
۱۰	۸	۹۰	۳۰	۴۰
۱۱	۵	۱۰	۳۰	۱۰
۱۲	۷	۱۰	۳۰	۴۰
۱۳	۴	۹۰	۴۰	۲۵
۱۴	۶	۹۰	۳۰	۱۰
۱۵	۲	۹۰	۲۰	۲۵

ولی از آنجایی که فشار فاکتور اصلی در آزمایش است و بر طبق رعایت اصل سلسله مراتب در طراحی آزمایش و از آنجایی که برهم کنش فشار با سایر متغیرها معنادار است متغیر فشار حذف نشد.

آنالیز واریانس پس از حذف حاصلضرب pressure×pressure در جدول (۶) در آمده است، که آنالیز واریانس برای حالت غیر کد شده است.

با بکارگیری روش سطح - پاسخ، مدل چندجمله‌ای درجه دوم برای به دست آوردن ارتفاع معادل (HETP) به عنوان تابعی از متغیرهای مستقل فرایند به صورت رابطه (۳) بدست آمد. در جدول آنالیز واریانس برای این رابطه یا همان جدول (۵) که در واقع حالت غیر کد شده است، مقادیر P-value برای فشار (pressure) و حاصلضرب pressure×pressure بیش از ۰/۰۵ است لذا حاصلضرب pressure×pressure حذف شد.

جدول (۴) آزمایش‌های طراحی شده به همراه HETP بدست آمده

Run Order	Std Order	Concentration (%mol/mol)	Pressure (KPa)	reb.flow (Lit/hr)	HETP (cm)
۱	۱۵	۵۰	۳۰	۲۵	۷۲/۸

جداسازی ایزوتوپ‌های پایدار هیدروژن با تقطیر در برج پرشده

Linear	۱۳۷۳/۲۵	۴۵۷/۷۵۰	۲۱۹/۳۸	۰/۰۰۰۰۰۱۶۱
Conc	۷۴۱/۱۲	۱۲۵/۷۴۱	۳۵۵/۱۹	۰/۰۰۰۰۰۱۴۴
Pressure	۲/۰۰	۲/۰۰۰	۰/۹۶	۰/۳۶۵۳۶۸۶۳
reb.flow	۶۳۰/۱۲	۶۳۰/۱۲۵	۳۰۲/۰۰	۰/۰۰۰۰۰۲۳۳
Square	۵۵۱/۶۶	۲۷۵/۸۳۲	۱۳۲/۲۰	۰/۰۰۰۰۱۰۹۳
conc*conc	۳۲۸/۴۶	۳۲۸/۴۶۳	۱۵۷/۴۲	۰/۰۰۰۰۱۵۶۸
reb.flow*reb.flow	۲۶۲/۳۲	۲۶۲/۳۲۰	۱۲۵/۷۲	۰/۰۰۰۰۳۰۰۵
2-Way Interaction	۵۴۳/۵۰	۱۸۱/۱۶۷	۸۶/۸۳	۰/۰۰۰۰۲۴۷۶
conc*pressure	۲۴۰/۲۵	۲۴۰/۲۵۰	۱۱۵/۱۴	۰/۰۰۰۰۳۸۶۹
conc*reb.flow	۱۲۱/۰۰	۱۲۱/۰۰۰	۵۷/۹۹	۰/۰۰۰۰۲۶۷۲۱
pressure*reb.flow	۱۸۲/۲۵	۱۸۲/۲۵۰	۸۷/۳۵	۰/۰۰۰۰۸۵۰۷
Error	۱۲/۵۲	۲/۰۸۷		
Lack-of-Fit	۱۰/۵۲	۲/۶۳۰	۲/۶۳	۰/۲۹۳۹۸۷۰۴
Pure Error	۲/۰۰	۱/۰۰۰		
Total	۲۴۸۰/۹۳			

$$\text{HETP} = -10.80 + 1.6448 \text{ conc} + 0.644 \text{ pressure} + 1.589 \text{ reb.flow} - 0.005938 \text{ conc}^2 - 0.01250 \text{ pressure}^2 - 0.03778 \text{ reb.flow}^2 - 0.01937 \text{ conc} \cdot \text{pressure} - 0.009167 \text{ conc} \cdot \text{reb.flow} + 0.04500 \text{ pressure} \cdot \text{reb.flow} \quad (3)$$

با توجه به آنالیز واریانس ثانویه با حذف حاصلضرب $\text{pressure} \times \text{reb.flow}$ ضرائب جدیدی برای معادله بدست آمد. با این تغییر مدل چند جمله ای درجه دوم (رابطه (۳)) به صورت رابطه (۴) نوشته شد.

$$\text{HETP} = 0.10 + 1.6388 \text{ conc} - 0.106 \text{ pressure} + 1.568 \text{ reb.flow} - 0.005877 \text{ conc}^2 - 0.03735 \text{ reb.flow}^2 - 0.01937 \text{ conc} \cdot \text{pressure} - 0.00917 \text{ conc} \cdot \text{reb.flow} + 0.04500 \text{ pressure} \cdot \text{reb.flow} \quad (4)$$

با استفاده از تحلیل واریانس علاوه بر بررسی اعتبار مدل به دست آمده، اهمیت متغیرهای فرایند را نیز می‌توان بررسی کرد. یک راه بررسی اهمیت متغیرهای فرایند استفاده از مقادیر P می‌باشد که هرکدام از متغیرها که مقدار P کمتری داشته باشد در مدل مؤثرتر می‌باشند.

با توجه به ضرائب جدول (۶)، غلظت، بیشترین اثر را بر روی ارتفاع معادل داشت. پس از آن میزان جریان جوش‌آور (برگشتی) بیشترین اثر را داشت و همانطور که مشخص است اثر فشار بسیار کم بود. در بین جملات درجه دوم، مجذور غلظت بیشترین اثر و بعد از آن مجذور جریان جوش‌آور مؤثر بود و پس از آن در بین برهم‌کنش‌ها، برهم‌کنش غلظت و فشار، پس از آن فشار و جریان جوش‌آور و در نهایت برهم‌کنش غلظت و میزان جریان جوش‌آور در آخرین مرحله اثر در مدل بود. لازم به ذکر است مجذور فشار به علت بالا بودن مقدار P در مرحله تحلیل نتایج حذف شد، لذا در جدول (۶) مشاهده نمی‌شود.

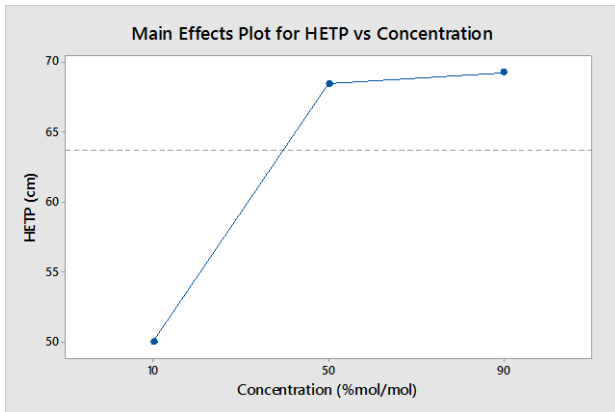
قبل از اینکه نمودارها و نتایج بررسی شود باید این نکته را مد نظر قرار داد که مولکول آب علی‌رغم اینکه در ظاهر بسیار ساده است، پیچیدگی‌های خاصی دارد. در مورد این آزمایش واکنش D_2O و H_2O و تبدیل شدن به HDO و برعکس، بسیار مهم است. به عنوان مثال در غلظت ۵٪ از آب سنگین، ۵۰٪ مولکول‌های آب به صورت HDO وجود دارد [۱۴] که منجر به رفتار متفاوت آن در این غلظت می‌شود. این

در مورد صحت نتایج و توانایی آن در پیش‌بینی پاسخ و همچنین اعتبارسنجی مدل و بررسی اهمیت متغیرهای فرایند و میزان تأثیر گذاری آن‌ها در ارتفاع معادل از تحلیل واریانس استفاده شد.

در جدول (۶) مقادیر f و مقادیر P^2 مربوط به هر فاکتور آمده است. با توجه به اینکه در این آنالیز، اطمینان ۹۵٪ در نظر گرفته شده است، مقدار معیار P برای معنی‌دار بودن پارامترهای مدل باید کمتر یا مساوی ۰/۰۵ باشد. مقدار پارامتر P در واقع معنادار و یا بی‌معنا بودن هر فاکتور را در مدل نشان می‌دهد. با توجه به تحلیل واریانس، همان‌طور که در جدول (۶) آمده است، مقدار P در مدل انتخاب شده برای به دست آوردن ارتفاع معادل (خیلی کم) کمتر از ۰/۰۵ است. این مقدار نشان می‌دهد که مدل به دست آمده از اهمیت آماری خوبی برخوردار است. از طرفی مقدار ضریب تعیین مدل (R^2) برای مدل برازش شده ۹۹/۵٪ می‌باشد و مقدار ضریب تعیین تنظیم شده (R^2_{adjusted}) ۹۸/۸۲٪ به دست آمده است که نشان دهنده این است که مدل به طور مناسبی داده‌های آزمایشگاهی را پوشش می‌دهد.

جدول (۶) آنالیز واریانس ثانویه در حالت غیر کد شده.

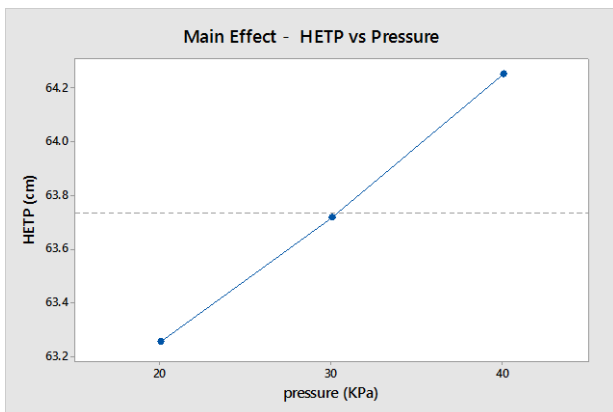
Source	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Model	۲۴۶۸/۴۱	۳۰۸/۵۵۲	۱۴۷/۸۸	۰/۰۰۰۰۰۲۵۴



شکل (۱) اثر غلظت بر ارتفاع معادل

۳-۲- اثر فشار بر ارتفاع معادل

ارتفاع معادل در فشارهای ۲۰، ۳۰، ۴۰ KPa و در غلظت ۵۰٪ و میزان جریان جوش آور ۲۵lit/hr مورد بررسی قرار گرفت. همان‌طور که قبلاً ذکر شد فاکتور فشار به تنهایی در آزمایش بی اثر است هر چند که مربع فشار و یا برهم‌کنش آن با فاکتورهای دیگر مؤثر است. در شکل (۲) مشاهده می‌شود که با افزایش فشار راندمان کاهش می‌یابد. علت آن را می‌توان کاهش ضریب فراریت نسبی (α) با افزایش فشار (افزایش دما) ذکر نمود.



شکل (۲) اثر فشار بر ارتفاع معادل

به هر حال این کاهش راندمان آنقدر کم است که می‌توان آن را نادیده گرفت (با توجه به نمودار ۱cm در ۶۳cm عدد بزرگی نیست). همان‌طور که گفته شد مقدار P برای فشار در تحلیل آنالیز واریانس بزرگ‌تر از ۰/۰۵ است که نشان از بی اثر بودن آن در آزمایش دارد.

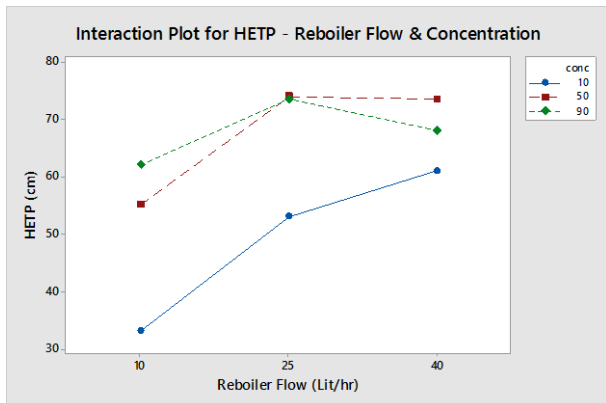
یکی از عواملی است که می‌تواند برخی رفتارهای متفاوت آب در غلظت ۵۰٪ را توجیه کند که در بعضی نمودارهای ارائه شده اثرگذار است و اطلاعات دقیقی از این صورت ایزوتوپی وجود ندارد.

۳-۱- اثر غلظت بر ارتفاع معادل

همان‌طور که در قسمت قبل به آن اشاره شد ارتفاع معادل سینی تئوری در غلظت D₂O ۱۰٪ و ۵۰٪ و ۹۰٪ مورد بررسی قرار گرفت. شکل (۱) اثر افزایش غلظت دوتریوم بر روی ارتفاع معادل را در فشار ثابت ۳۰kp و جریان جوش آور ۲۵lit/hr نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، ارتفاع معادل با افزایش غلظت افزایش می‌یابد و یا راندمان برج با افزایش غلظت کاهش می‌یابد که علت آن را می‌شود چنین ذکر کرد که در غلظت‌های بالا نمودار تعادلی به نیمساز نزدیک می‌شود. البته این مطلب در غلظت‌های پایین‌تر از ۱۰٪ هم صادق است، به خصوص اینکه هرچقدر که به سمت غلظت‌های پایین‌تر از ۱۰٪ می‌رویم جداسازی با تقطیر بسیار سخت و با تعداد مراحل کم غیر ممکن می‌شود. اگر از دید میکروسکوپی به عمل تقطیر در برج و یا به‌طور کلی به تقطیر نگاه کنیم، ماده مطلوب یا محصول در اینجا D₂O است و نیاز است تا H₂O تبخیر شود تا D₂O تغلیظ شود. در این صورت در غلظت‌های بالاتر H₂O و یا غلظت‌های کمتر D₂O این عمل راحت‌تر صورت می‌گیرد و بدین معناست که در غلظت‌های کمتر H₂O، احتمال اینکه H₂O تبخیر شود، کمتر می‌شود. چون D₂O بیشتر است و احتمال تبخیر شدن D₂O زیاد است. پس به تعداد مراحل بیشتری نیاز است و یا جداسازی سخت‌تر است. لذا راندمان برج کمتر یا ارتفاع معادل بیشتر می‌شود.

کشش سطحی با افزایش غلظت کاهش می‌یابد، در مورد افزایش کم‌تر ارتفاع معادل در تغییر غلظت از ۵۰٪ به ۹۰٪ می‌توان گفت که در این تغییر، اثر کشش سطحی بیشتر از تغییر غلظت از ۱۰٪ به ۵۰٪ است لذا مقداری افزایش ارتفاع معادل را تعدیل می‌کند.

در غلظت پایین (۱۰٪) ارتفاع معادل از افزایش جریان برگشتی بیشتر تأثیر می‌پذیرد. این تأثیر پذیری در غلظت ۵۰٪، همان طور که از شیب نمودار معلوم می‌شود کمتر می‌شود و در غلظت ۹۰٪ این تأثیر پذیری به کمترین مقدار می‌رسد.



شکل (۴) برهم‌کنش بین غلظت و جریان جوش‌آور (برگشتی)

در مورد علت رفتار این نمودارها باید گفت که همان‌طور که در قسمت ۳-۳ گفته شد، افزایش جریان برگشتی تا جایی باعث افزایش تجمع در آکنه‌ها می‌شود. همچنین فولاد زنگ نزن آب دوست نیست و ترشوندگی خوبی ندارد. لذا با افزایش جریان برگشتی، با توجه به کشش سطحی، تمایل آب به پیوستن به مولکول‌های خود است تا سطوح آکنه‌ها. پس با افزایش جریان برگشتی تجمع در سطح آکنه‌ها صورت نگرفته و با کانالیزه شدن جریان بخار، ارتفاع معادل افزایش یافته است. این امر در مورد غلظت ۱۰٪ صدق می‌کند. البته این افزایش ارتفاع معادل تا جایی ادامه پیدا می‌کند و نهایتاً با افزایش تجمع، بالاخره ذرات آب به ناچار بر سطوح آکنه هم می‌نشینند و تا حدودی افزایش ارتفاع معادل را تعدیل می‌کند. در مورد غلظت‌های ۵۰٪ و ۹۰٪ بخاطر کاهش کشش سطحی با افزایش غلظت، اثر افزایش ارتفاع معادل تعدیل شده است که همان‌طور که مشاهده می‌شود، روند افزایش ارتفاع معادل در غلظت ۵۰٪ بعد از جریان ۲۵ lit/hr متوقف شده و در غلظت ۹۰٪، این تعدیل با کاهش ارتفاع معادل، خود را نشان داده است. در مجموع در غلظت‌های بالا اثر جریان برگشتی بر ارتفاع معادل کمتر است.

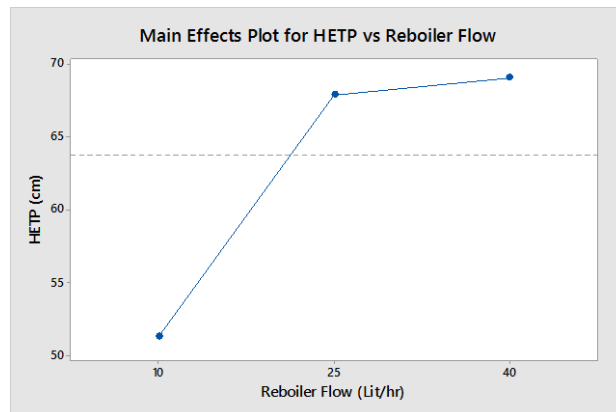
۳-۵- اثر برهم‌کنش بین فشار و جریان برگشتی

در مورد برهم‌کنش بین فشار و جریان جوش‌آور که به صورت شکل (۵) است می‌توان گفت با افزایش فشار در جریان جوش‌آور، ۱۰ lit/hr، راندمان افزایش می‌یابد یا عبارتی ارتفاع معادل کاهش می‌یابد. در جریان جوش‌آور ۲۵ lit/hr، روند کاهش

۳-۳- اثر جریان برگشتی بر ارتفاع معادل

در فشار ۳۰ kpa و غلظت ۵۰٪ در جریان‌های جوش‌آور ۱۰، ۲۵، ۴۰ lit/hr رفتار ارتفاع معادل مورد بررسی قرار گرفت و نمودار آن به صورت شکل (۳) بدست آمد.

با توجه به نمودار، با افزایش میزان جریان برگشتی ارتفاع معادل افزایش می‌یابد. این کاهش راندمان یا افزایش ارتفاع معادل را می‌توان اینگونه توجیه نمود که افزایش جریان برگشتی باعث افزایش تجمع مایع در بستر می‌شود و از آنجا که زاویه تماس (ترشوندگی) آب و فولاد زنگ نزن کم است و یا به عبارت دیگر فولاد زنگ نزن آب دوست نیست و بخاطر نیروی پیوستگی بین مولکول‌های آب این تجمع بر روی سطوح آکنه‌ها کمتر صورت می‌گیرد و تمایل آب به پیوستن با مولکول‌های خود است تا سطح آکنه. لذا این سطح، مفید واقع نمی‌شود و باعث کانالیزه شدن جریان بخار می‌شود و راندمان را کاهش می‌دهد. البته با افزایش جریان برگشتی (جریان جوش‌آور ۴۰ lit/hr) این اثر مقداری تعدیل می‌شود و آب به ناچار در سطح آکنه‌ها هم جای می‌گیرد و سبب کاهش کمتر راندمان (افزایش کمتر ارتفاع معادل) می‌شود. همچنین افزایش جریان برگشتی زمان ماند آب بر روی آکنه‌ها را کاهش می‌دهد که این خود اثر منفی بر بازده آکنه‌ها دارد.



شکل (۳) اثر جریان جوش‌آور (برگشتی) بر ارتفاع معادل

پس از بررسی اثرهای هر فاکتور به تنهایی، در ادامه اثر برهم‌کنش بین دو فاکتور مورد بررسی قرار می‌گیرد.

۳-۴- اثر برهم‌کنش بین غلظت و جریان برگشتی

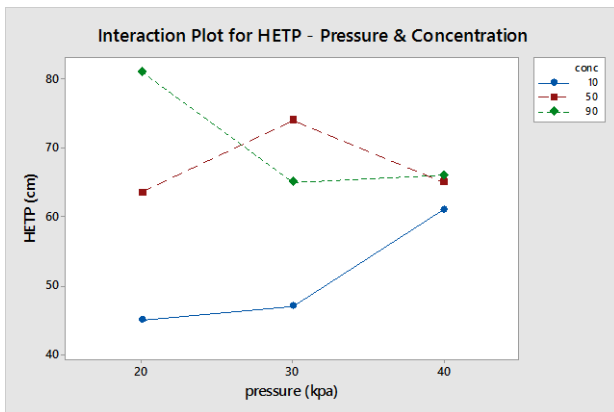
در شکل (۴) در فشار ثابت، اثر برهم‌کنش بین غلظت و جریان برگشتی نشان داده شده است.

خطی با شیب مثبت در نظر گرفته شود، می‌توان گفت در جریان جوش‌آور کمینه، کاهش کشش سطحی اثری بیشتر از دو عامل دیگر داشته و در حالت دوم این عوامل تقریباً در تعادل و در حالت بیشینه جریان جوش‌آور کاهش ضریب فراریت و زمان ماند اثر بیشتری دارند.

۳-۶- اثر برهم‌کنش بین غلظت و فشار

شکل (۶) اثر این برهم‌کنش را نشان می‌دهد. در غلظت ۱۰٪، با افزایش فشار، ارتفاع معادل افزایش می‌یابد. در غلظت ۵۰٪ اثر افزایش فشار خیلی کم می‌شود و در غلظت ۹۰٪ افزایش فشار، نه تنها ارتفاع معادل را افزایش نمی‌دهد، بلکه آن را کاهش نیز می‌دهد. با توجه به قسمت‌های قبل در مورد این نمودار باید گفت، در غلظت ۱۰٪ با افزایش فشار، کشش سطحی کاهش می‌یابد، اما کاهش ضریب فراریت نسبی اثر بیشتری دارد.

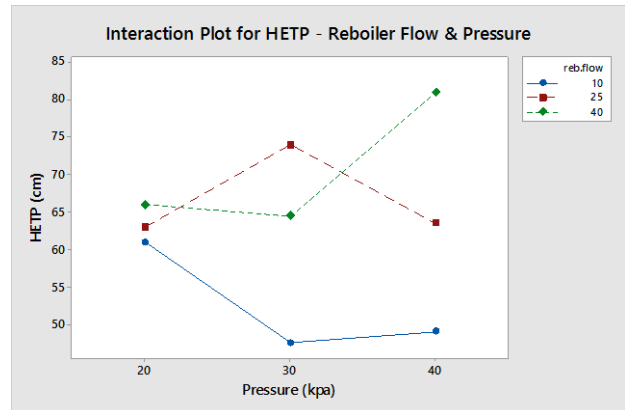
شکل (۶) برهم‌کنش بین غلظت و فشار



در غلظت ۵۰٪ هر چند در بازه فشار ۲۰-۳۰ kpa کاهش ضریب فراریت و در بازه ۳۰-۴۰ kpa اثر کاهش کشش سطحی غالب است. اما می‌توان گفت در کل بازه، این دو عامل در تعادل نسبی می‌باشند. در غلظت ۹۰٪ اثر کاهش کشش سطحی به مراتب بیشتر از کاهش ضریب فراریت نسبی است که منجر به رفتار نزولی در این نمودار شده است. اگر روند نمودارها را در نظر بگیریم، اثر فشار در غلظت پایین بیشتر و اثر آن منفی است، این اثر در غلظت میانگین کمتر و در غلظت بیشینه کاهش ارتفاع معادل است.

۳-۷ شرایط بهینه

ارتفاع معادل کمتر شده و در جریان ۴۰ lit/hr با افزایش فشار ارتفاع معادل افزایش می‌یابد.



شکل (۵) برهم‌کنش بین فشار و جریان جوش‌آور

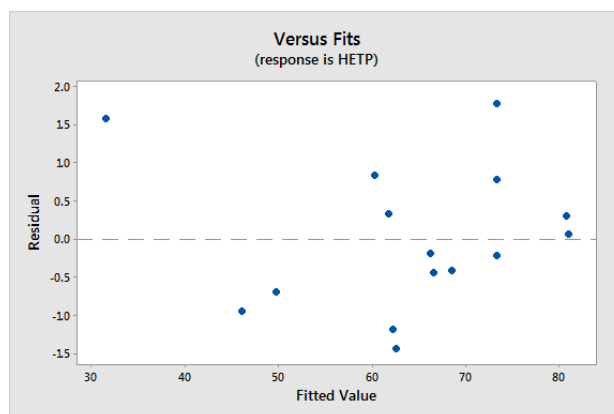
در اینجا چند عامل وجود دارد که نمودارها را تحت تاثیر قرار می‌دهد. کشش سطحی و ضریب فراریت نسبی که با افزایش دما (فشار) کاهش می‌یابد. همچنین افزایش جریان برگشتی، زمان ماند آب بر روی آکنه‌ها را کاهش می‌دهد که این هم عاملی در جهت کاهش غنی‌سازی است. در نهایت باید گفت کاهش کشش سطحی و در مقابل آن کاهش ضریب فراریت نسبی و زمان ماند منجر به رفتار نمودار فوق می‌شود. در جریان ۱۰ lit/hr هر چند با افزایش فشار، ضریب فراریت نسبی کم می‌شود اما کاهش کشش سطحی منجر به کاهش ارتفاع معادل شده است. این که در این جریان ارتفاع معادل کمتر از جریان‌های دیگر است به زمان ماند بیشتر آن برمی‌گردد. در زمان ماند مربوط به جریان ۲۵ lit/hr و در فشار ۲۰ تا ۳۰ kpa اثر کاهش ضریب فراریت بیشتر از کاهش کشش سطحی است. اما در فشار ۳۰ تا ۴۰ kpa اثر کشش سطحی غالب است که منجر به کاهش ارتفاع معادل در این بازه شده است. در حالت بیشینه جریان برگشتی و با توجه به زمان ماند این جریان که در حالت کمینه قرار دارد، اثر سه عامل زمان ماند، ضریب فراریت و کشش سطحی به صورت هم‌زمان منجر به افزایش ارتفاع معادل در بازه مورد نظر می‌باشد. لازم به ذکر است که در نمودارهای برهم‌کنش، باید سه متغیر را هم‌زمان در نظر گرفت تا بتوان تفسیر صحیحی از آن ارائه نمود.

چون به صورت کمی اظهار نظر در مورد این عوامل دشوار است. اگر روند کلی نمودارها را در نظر بگیریم به این صورت که در جریان جوش‌آور ۱۰ lit/hr خطی با شیب منفی، در جریان ۲۵ lit/hr خطی با شیب تقریباً ثابت و در جریان ۴۰ lit/hr

جداسازی ایزوتوپ‌های پایدار هیدروژن با تقطیر در برج پرشده

اثر خیلی کم بود و در غلظت ۹۰٪ منجر به کاهش ارتفاع معادل شد. همچنین اثر جریان برگشتی در غلظت ثابت با افزایش فشار افزایش یافت که منظور از افزایش اثر، افزایش ارتفاع معادل است.

در نهایت با استفاده از نرم افزار، شرایط بهینه برای کمینه شدن ارتفاع معادل تعیین شد، که نشان دهنده این بود که، هنگامی که مقادیر فاکتورها در کمترین حالت خود باشند، شرایط آزمایش‌ها بهینه خواهد بود. یعنی غلظت ۱۰٪/mol/mol، فشار ۲۰ kpa و جریان جوش‌آور ۱۰ lit/hr، که در این حالت، مقدار ارتفاع معادل کمترین خواهد شد. از آنجا که در تست‌های سنتی، شرایطی نزدیک به این شرایط را داشتیم (در جریان جوش‌آور پایین) دیگر این تست تکرار نشد. شکل (۷) پراکندگی داده‌های آزمایش را نشان می‌دهد.



شکل (۷) پراکندگی داده‌های آزمایش

۴- نتیجه گیری

ارتفاع معادل آکنه طرح دیکسون با توجه به شرایط غلظت، فشار و جریان برگشتی تغییر می‌کند، که با استناد به نتایج به دست آمده از طراحی آزمایش، در شرایط غلظتی هر برج (واقعی) می‌توان فشار و جریان برگشتی را انتخاب نمود. در شرایطی که تنها متغیر غلظت باشد و فشار و جریان برگشتی ثابت باشد، افزایش غلظت، افزایش ارتفاع معادل را در پی خواهد داشت. پارامتر فشار اثر کمتری روی ارتفاع معادل داشت یا می‌توان گفت به تنهایی بی اثر بود. گرچه توان دوم فشار و برهم‌کنش آن با دو فاکتور دیگر مؤثر واقع شد. همچنین در شرایط غلظت و فشار ثابت، افزایش جریان برگشتی منجر به افزایش ارتفاع معادل شد. در غلظت‌های بالاتر (با افزایش غلظت) اثر جریان برگشتی روی ارتفاع معادل کم شد. اثر افزایش فشار در غلظت پایین، افزایش ارتفاع معادل بود که در غلظت ۵۰٪ این

مراجع

- [9] E.I. Ionete and et al (2017) "Desorption of protium and deuterium from different types of titanium beds" *Fusion Engineering and Design*, 116, 61-65.
- [10] M. Christenson, C. Moynihan, D. N. Ruzic (2018) "A distillation column for hydrogen isotope removal from liquid lithium", *Fusion Engineering and Design*, 135, 81-87.
- [11] رابرت تریبال ترجمه مرتضی سهرابی و طاهره کاغذچی (۱۳۸۷) "انتقال جرم"، تهران، دانشگاه صنعتی امیرکبیر (پلی تکنیک تهران) مرکز نشر، ویرایش سوم، چاپ یازدهم، ۵۷۲-۵۷۴.
- [12] هنری کیستر ترجمه حمید رضا مهدی پور و سهیلا شکیبا (۱۳۹۱) "طراحی تقطیر"، تهران، انتشارات اندیشه سرا، چاپ اول، ۳۸۵-۳۸۱.
- [13] پیمان فروزان (دی ۱۳۹۴) "جداسازی یون های فلزی با روش استخراج مایع - مایع به کمک تکنیک میکروفلوئیدیک" پایان نامه کارشناسی ارشد، تهران، دانشگاه صنعتی شریف، ۷۹-۷۳، ۱۲۴-۱۲۴.
- [14] Bebbington, W.P., V. Thayer, and J. Proctor (1959) "PRODUCTION OF HEAVY WATER SAVANNAH RIVER AND DANA PLANTS". Technical Manual, *Du Pont de Nemours (EI) & Co. Savannah River Lab, Aiken SC*, 128.
- [1] A. Kaba, et al(1988) "Measurement of HETP of SUS dixon ring and porcelain packing in small-scale water distillation column for H₂O-HTO isotope separation", *Journal of Nuclear Science and Technology*, 25(10), 825-830.
- [2] وارن مک کیب، جولین اسمیت و پیتر هریت، ترجمه عطا اله امینی و بهرام صالحی (۱۳۷۶) " عملیات واحد در مهندسی شیمی " تهران، نشر کتاب دانشگاهی، ویرایش پنجم، چاپ اول، ۱۶۷.
- [3] I. Yamamoto and et al (1989) "H₂O-HTO isotope separation by distillation of water a dynamics of HETP of SUS Dixon ring in a small packed column", *Fusion Engineering and Design*, 10, 315-138.
- [4] A. Shariat and J.G. Kunesh (1995) "Packing efficiency testing on a commercial scale with good (and not so good) reflux distribution", *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 34(4), 1273-1279.
- [5] G. Zakrzewska-Trznadel, A. G. Chmielewski and N.R. Miljević (1996) "Separation of protium/deuterium and oxygen-16/oxygen-18 by membrane distillation", *Journal of Membrane science*, 113, 337-342.
- [6] K. Aoki, Y. Ogata, K. Kusakabe and S. Morooka (1998) "Applicability of palladium membrane for the separation of protium and deuterium" *International Journal of Hydrogen Energy*, 23(5), 325-332.
- [7] T. Ohta and et al (2012) "Distillation of hydrogen isotopes for polarized HD targets" *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 664(1), 347-352.
- [8] M.D. Dolan, K. E. Lamb, J. B. Evtimova and D. M. Viano (2017) "Deuterium enrichment using vanadium membranes", *International Journal of Hydrogen Energy*, 42(38) 24183-24188.

Separation of stable hydrogen isotopes by packed tower distillation

Alireza Fazlali *, Mohsen Roshanaei

Department of Chemical Engineering, Arak University, Arak, Iran

ABSTRACT

In separation operations using the distillation process, the packed towers are preferred for their advantages such as high efficiency. In this study, the separation of deuterium oxide (D₂O) (heavy water) and hydrogen oxide (H₂O) (ordinary water) was investigated using a packed tower under relative vacuum conditions. In these experiments, heavy water with 10%, 50% and 90% concentrations was used and the separation was examined using Dixon-like packing made of stainless steel. For this purpose, a factorial experiment was designed in which the effects of heavy water concentration, pressure and recycle flow on the equivalent height of the theoretical tray (HETP) in the tower were investigated. According to the results, the effect of concentration was more than the other two variables and with the optimization, it was concluded that if all variables are at their minimum, the lowest (best) equivalent height will be obtained. The experiments also showed that the pressure parameter in the studied range had no effect on the rate of separation, although its interaction with other factors was evaluated as significant.

ARTICLE INFO

Article history:

Received: May 28, 2021

Received in revised form: September 21, 2021

Accepted: December 17, 2021

Key words:

Stable isotopes

Deuterium

Distillation

HETP

All right reserved.

* Corresponding author
a-fazlali@araku.ac.ir