

ПРИБОРЫ, ИЗГОТОВЛЕННЫЕ В ЛАБОРАТОРИЯХ

УДК 542.07+53.06+53.07

СКФ-МИНИЛАБ – УСТАНОВКА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ В СРЕДЕ СВЕРХКРИТИЧЕСКИХ ФЛЮИДОВ

© 2019 г. Н. В. Минаев, С. А. Минаева, В. И. Юсупов

Поступила в редакцию 27.06.2018 г.

После доработки 27.06.2018 г.

Принята к публикации 28.06.2018 г.

DOI: 10.1134/S0032816219010208

Известно, что жидкости вблизи критической точки при высокой плотности имеют очень высокие значения сжимаемости и транспортных характеристик [1]. Такая необычная комбинация физических свойств около- и сверхкритических флюидов (СКФ) эффективно используется в экологически безопасных процессах экстракции различного сырья, синтеза новых перспективных материалов (в том числе нанокompозитов и биомедицинских материалов), микроструктуризации и обработки, модификации и импрегнации [1, 2]. Для широко используемого в СКФ-технологиях диоксида углерода сверхкритические параметры достигаются при температуре $\geq 32^\circ\text{C}$ и давлении ≥ 7.3 МПа, а типичными условиями проведения синтеза являются 50°C и 20 МПа. Физико-химические процессы в среде СКФ необходимо проводить на установке с реактором высокого давления, оснащенным базовым набором датчиков (давления и температуры). Установка должна быть снабжена системами поддержания температуры, регистрации необходимых контролируемых параметров и защиты от выхода за предельные параметры.

Готовых комплексов, содержащих в себе все необходимые элементы, в настоящее время не выпускается. Распространены только варианты типовых реакторов высокого давления, имеющие, как правило, стандартный набор разъемов, что затрудняет возможность их модификации. Такие реакторы необходимо дооборудовать набором необходимых датчиков, а также блоками управления и регистрации параметров, которые, как правило, имеют достаточно большую стоимость и закрытую конструкцию. Кроме этого, необходимо наличие специальных насосов высокого давления, которые обеспечивают перекачку среды (чаще всего диоксида углерода) из баллона в реактор высокого давления.

Нами предложена установка для проведения исследований с использованием сверхкритических флюидов “СКФ-минилаб”. Установка содержит модульный реактор высокого давления, конструкцию которого можно настраивать в зависимости от задач, возникающих при проведении физико-химических процессов в среде СКФ, в том числе с обеспечением оптической диагностики и лазерного воздействия. При создании использовался набор стандартных, надежных и коммерчески доступных элементов высокого давления и высокоточных приборов контроля давления и температуры, а также промышленные блоки системы управления и автоматизации. Это позволило сделать установку “СКФ-минилаб” универсальной и отвечающей современным запросам по надежности, точности и безопасности.

Все элементы установки [3] закреплены на несущей раме из алюминиевого профиля сечением 30×30 мм² (ООО “СЗ ПРОФИЛЬ”, Россия) с панелями из листового поликарбоната и листовой нержавеющей стали (рис. 1а). Конструкция спроектирована в САД-системе, что позволяет ее изготавливать в необходимой конфигурации с минимальными трудозатратами и в короткие сроки. Внизу рамы предусмотрен отсек для размещения трех баллонов с газом 1, насосов высокого давления и компьютера форм-фактора “неттоп”. В отдельных блоках размещены плунжерный охлаждаемый насос высокого давления 2, модуль с компонентами высокого давления 3, модуль с реакторами высокого давления 4, модуль с терморегуляторами и измерителями 5, сенсорный монитор для управления системой 6.

Модульный реактор высокого давления (7 на рис. 1б) с различными дополнительными модулями 8 позволяет настраивать конструкцию практически в произвольной конфигурации. Основной модуль реактора (рис. 1в) содержит четыре универсальных узла 9, которые могут содержать окна

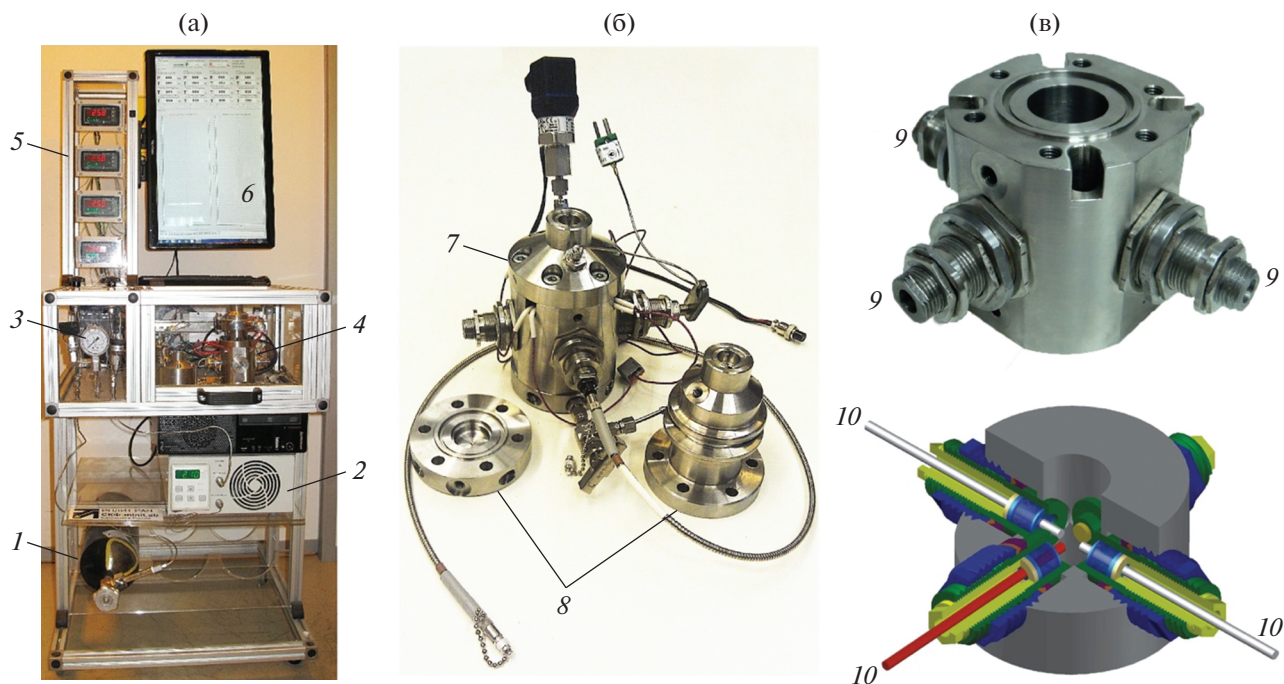


Рис. 1. а — фотография установки (1 — баллон с диоксидом углерода, 2 — плунжерный охлаждаемый насос высокого давления, 3 — модуль с компонентами высокого давления, 4 — модуль с реакторами высокого давления, 5 — модуль с терморегуляторами и измерителями; 6 — сенсорный монитор); б — фотография основной конфигурации модульного реактора высокого давления (7) с дополнительными модулями (8); в — фотография основного модуля реактора с универсальными узлами (9) и трехмерная модель в разрезе, показывающая оптические порты с оптическими лучами (10), вводимыми в объем реактора высокого давления.

для ввода/вывода оптического излучения 10, подвижные держатели, обеспечивающие перемещение внутри реактора образцов, или оптические волоконные зонды для измерения плотности [4], сбора спектроскопической информации (сигналов люминесценции, комбинационного или упругого рассеяния света). В оптические узлы могут устанавливаться коллиматоры для подключения оптического волокна со стандартными оптическими волоконными разъемами, что позволяет подключить реактор высокого давления к любому спектроскопическому оборудованию и волоконным лазерам. В основной части реактора находятся разъемы для установки четырех нагревателей патронного типа, которые могут обеспечивать равномерный нагрев камеры с помощью пропорционально-интегрально-дифференцирующего регулятора. На дне камеры могут быть расположены якорь от магнитной мешалки для равномерного перемешивания свободного объема камеры или ультразвуковой пьезокерамический преобразователь для акустических воздействий.

В качестве основного уплотнительного элемента для модулей используются кольцевые уплотнения (англ. O-ring), серийно выпускаемые из раз-

личных материалов. При необходимости работы с большими давлением и температурой конструкция камеры допускает использование материала “Графлекс®” (материал на основе интеркалированного графита) в качестве уплотнения. Уплотнительные соединения модулей с такой конфигурацией успешно используются нами в течение более чем 10 лет в различных реакторах и доказали свою надежность, удобство и простоту [5].

Система адаптирована для работы со сверхкритическим диоксидом углерода при давлениях до 40 МПа и температуре до 100°C. Система также была опробована при проведении экспериментов в среде сверхкритического ксенона. Возможно использование и других сверхкритических сред, которые допускают контакт с материалом уплотнений и с нержавеющей сталью, а также имеют критические значения температуры и давления, не превышающие указанные выше рабочие параметры.

Работа выполнена при поддержке ФАНО (соглашение № 007-ГЗ/Ч3363/26) в части разработки модуля реактора с универсальными узлами, Российского научного фонда (проект № 14-33-00017-П) в части изучения СКФ в пространствен-

но-ограниченных системах и РФФИ (18-29-06056) в части лазерного воздействия.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Eckert C.A., Knutson B.L., Debenedetti P.G.* // Nature. 1996. V. 383(6598). P. 313.
2. *Oag R.M., King P.J., Mellor C.J., George M.W., Ke J., Poliakoff M., Popov V., Bagratashvili V.N.* // The Journal of supercritical fluids. 2004. V. 30(3). P. 259.
3. *Минаев Н.В., Юсупов В.И., Баграташвили В.Н.* Патент № 147199 РФ // Бюл. № 30. Оpubл. 27.10.2014.
4. *Юсупов В.И., Саломатин А.С., Баграташвили В.Н., Коновалов А.Н.* Патент на полезную модель № 84118 РФ // Бюл. № 18. 27.06.2009.
5. *Тимашев П.С., Котова С.Л., Юсупов В.И., Аксенова Н.А., Кузнецов Е.В., Соловьева А.Б., Баграташвили В.Н.* Патент № 135544 РФ // Бюл. № 35. Оpubл. 20.12.2013.

Адрес для справок: Россия, 108840, Москва, Троицк, ул. Пионерская, 2, Институт фотонных технологий ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН. Тел.: +7-915-053-21-03; e-mail: minaevn@gmail.com (Минаев Никита Владимирович).