

**О. В. ЦАБИЛЕВ
ГРЭГ ДЖОНСОН**

РЕЗУЛЬТАТЫ ПИЛОТНЫХ ИСПЫТАНИЙ ТЕХНОЛОГИИ VSEP НА ПРИМЕРЕ ОЧИСТКИ ЗАГРЯЗНЕННЫХ КИСЛЫХ ПРОМЫВОЧНЫХ ВОД НАНОФИЛЬТРАЦИЕЙ

RESULTS OF PILOT TESTS OF THE VSEP TECHNOLOGY ON THE EXAMPLE OF PURIFICATION OF CONTAMINATED ACID WASHING WATERS BY NANOFILTRATION

Показаны результаты серии пилотных испытаний очистки отработанной (загрязненной) кислой промывочной воды, образующейся при производстве графита методом выщелачивания. Испытания были проведены в лабораторном и пилотном режимах (на объекте) на установке серии «LP». Моделировалась очистка с применением нанофильтрационных мембран, работающих по технологии VSEP. Данная технология вибромембранного фильтрования позволяет производить очистку таких вод без предварительной очистки и применения реагентов (антискалянтов) с выходом фильтрата более 90 %. Показан механизм выбора оптимальной листовой полимерной мембраны и механизм определения наилучшего рабочего давления. Проведены серии концентрирования для определения стабильности процесса и длительности межпромывочного интервала. Результаты испытаний позволяют спроектировать промышленную систему очистки воды.

Ключевые слова: мембраны, нанофильтрация, VSEP, вибромембранное фильтрование, пилотные испытания

Shown are the results of a series of pilot tests for the purification of waste (contaminated) acidic wash water formed during the production of graphite by the leaching method. The tests were carried out in laboratory and pilot modes (on-site) on the "LP" series machine. Purification was simulated using nanofiltration membranes using VSEP technology. This technology of vibro-membrane filtration makes it possible to purify such waters without preliminary purification and the use of reagents (antiscalant) with a %Recovery more than 90 %. The mechanism for choosing the optimal sheet polymer membrane and the mechanism for determining the best working pressure are shown. Concentration series were carried out to determine the stability of the process and the duration of the flushing interval. The test results allow the design of an industrial water purification system.

Keywords: membranes, nanofiltration, VSEP, membrane filtration, pilot tests

С появлением новых технологических решений по организации мембранной фильтрации, с каждым годом технологии баромембранного разделения расширяют границы применения. Появление же технологии вибромембранного фильтрования VSEP (Vibratory Shear Enhanced Process – технология усовершенствованного процесса вибрационного сдвига) раздвинуло эти границы еще дальше. С использованием инновационной технологии VSEP стало возможным применение мембранных методов разделения там, где ещё вчера применение мембран было невозможным. Технология VSEP обеспечивает высокие показатели концентрирования, которые находятся за пределами растворимости минералов, и приводит к необходимости оптимизации инженерного подхода при проектировании систем

мембранного разделения и даже некоторых теоретических аспектов. С учетом того, что имеется возможность применения технологии для разделения сложных многокомпонентных растворов с высокими концентрациями, становится очень сложно рассчитать параметры процесса теоретически. В связи с этим особое значение приобретают лабораторные испытания и пилотные исследования, позволяющие моделировать и с высокой точностью определять параметры процесса.

Для этого в компании New Logic Research, разработчика запатентованной технологии VSEP [1], предусмотрен целый ряд установок и процедур, позволяющих оперативно и быстро проводить исследования. Например, оборудование настольного типа серии «Batch Titan» (рис. 1), предназначенное для оценки

низконапорных мембран в статических условиях (традиционное разделение). Оборудование для демонстрации работы технологии VSEP, которое также может использоваться для пилотирования низконапорных мембран, установка серии «В» (рис. 2). Но наиболее универсальным решением является установка серии «LP» (рис. 3) для исследования мембранных процессов (микрофильтрация, ультрафильтрация, нанофильтрация, обратный осмос, диафильтрация), с возможностью моделирования практически любых условий в лабораторном и в пилотном режимах, которая может работать как по технологии VSEP,

так и по традиционной технологии (статически расположенная мембрана). В лабораторном режиме используется один лист полимерной плоской мембраны с площадью поверхности 0,05 м². В пилотном режиме используется мембранный модуль с площадью поверхности мембран 1,5 м². Такие установки производятся и в виде промышленного оборудования для использования с небольшой производительностью. Иногда для пилотных испытаний требуется применять оборудование с более высокой производительностью. В этом случае целесообразно использовать установку серии «P50» (рис. 4).



Рис. 1. Настольная установка «Batch Titan» для тестирования листовых низконапорных мембран в статических условиях [1]



Рис. 2. Компактная пилотная установка серии «В» в низконапорном исполнении для демонстрации возможностей технологии VSEP [1]



Рис. 3. Универсальная пилотная установка серии «LP» для выполнения пилотных испытаний технологии VSEP любой сложности как в лабораторном режиме «L», так и в пилотном режиме «P», которая может использоваться и для небольших промышленных применений [1]



Рис. 4. Небольшая промышленная установка серии «P50», которая успешно может быть использована и для выполнения пилотных испытаний [1]

Методика проведения испытаний, как правило, включает две стадии. На первой стадии производится выбор оптимальной мембраны. Мембрана должна обладать необходимой химической стойкостью к разделяемым компонентам, обеспечивать заданную степень отделения (очистки) и обладать наиболее высокой и стабильной производительностью. Для этого выполняется цикл испытаний по последовательному опробованию нескольких марок мембран и оценка их характеристик, после чего выбор подтверждается проведением пробного концентрирования. Для этой стадии нет необходимости использовать оборудование с высокой производительностью и исследования проводились на установке серии «LP» в лабораторном режиме «L». Для этого требуется небольшое количество исходного образца (воды), количество которой должно составлять около 50 л.

На второй стадии, когда определена мембрана (или мембраны), проводятся пилотные испытания на установке серии «LP» в пилотном режиме «P», целью которых является уточнение параметров процесса и определение технико-экономических параметров. Эти испытания выполняются методом проведения нескольких циклов концентрирования с регистрацией параметров процесса и оценкой качества получаемых потоков. Кроме того, производится оценка длительности межпромывочных интервалов и наиболее эффективных реагентов для химической промывки мембран. Для этого потребуется уже большее количество образца (исходной воды) и испытания целесообразно проводить на объекте.

Основная цель внедрения нового оборудования – это возврат очищенной воды в производственный цикл с целью повторного использования. Сконцентрированные загрязнения (главным образом тяжелые металлы) будут подвергаться дальнейшей очистке с целью выделения тяжелых металлов.

Схема пилотного процесса VSEP показана на рис. 5.

В лабораторном режиме входной бак в составе установки может не использоваться, так как количество исходного образца может быть небольшим. Исходный образец помещается в бак CIP. После чего последовательно для каждой из выбранных мембран проводится цикл фильтрации в режиме циркуляции, когда пермеат и концентрат возвращаются обратно в бак к исходному образцу. Время тестирования каждой из мембран составляет 60 мин, при давлении 200 psi и температуре 60 °С. Производительность для каждой из трех предварительно выбранных нанофильтрационных мембран представлен на

графике (рис. 6), а падение расхода пермеата в ходе теста для каждой из мембран показано на диаграмме (рис. 7). Эффективность очистки для каждой из мембран по показателям «удельная электропроводность» и «общее содержание примесей» показана на диаграммах (рис. 8 и 9). Качество пермеата для каждой из мембран показано в табл. 1, а качество исходного образца – в табл. 1 и 2. Фотография отобранных проб образцов пермеата представлена на рис. 10.

На основании оценки полученных данных было принято решение выбрать для последующих испытаний мембрану под номером 1, так как был зафиксирован высокий и стабильный расход пермеата и наилучшее качество очистки.

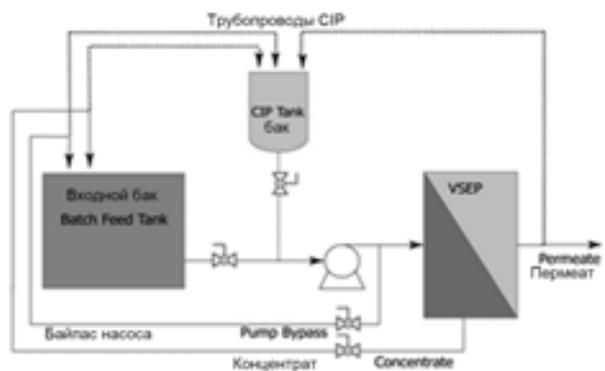


Рис. 5. Схема процесса VSEP пилотной установки серии «LP» [1]

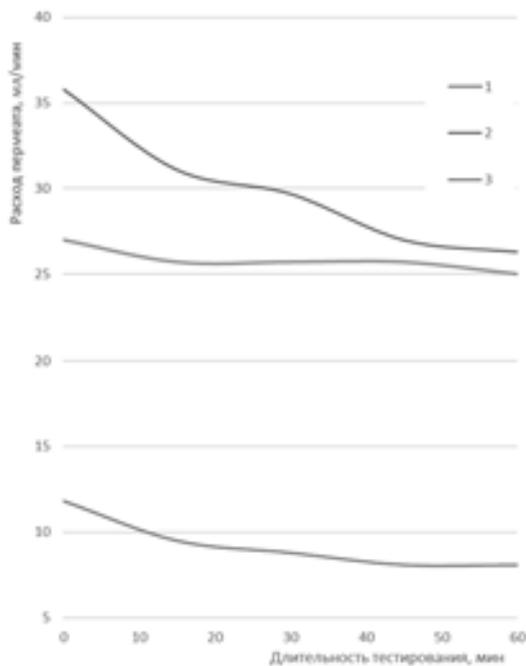


Рис. 6. График сравнения расхода пермеата для тестируемых мембран (значение расхода пермеата приведено к температуре 25 °С)



Рис. 7. Диаграмма сравнения значений падения расхода пермеата в ходе испытаний для тестируемых мембран

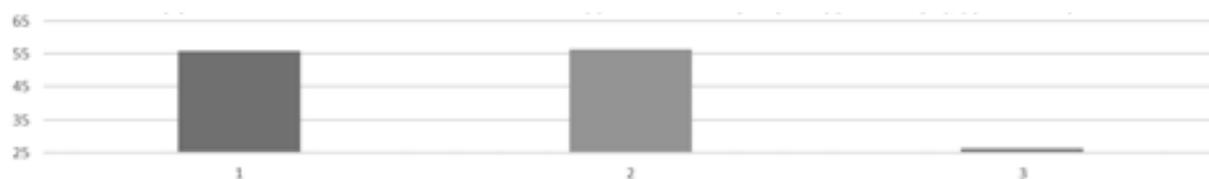


Рис. 8. Диаграмма сравнения эффективности очистки по показателю «Удельная электропроводность» для тестируемых мембран



Рис. 9. Диаграмма сравнения эффективности очистки по показателю «Общее содержание примесей» для тестируемых мембран



Рис. 10. Фотография отобранных проб пермеата и исходного образца

Для выбранной мембраны было проведено исследование с целью выбора оптимального рабочего давления. Схема работы установки была аналогичной описанной выше, но проводилась фиксация расхода пермеата при различном рабочем давлении. Результаты представлены на графике (рис. 11).

Анализ графика показал, что расход пермеата практически линейно зависит от давления. Тем

не менее наблюдается некоторый рост расхода до значения давления 500 psi (psi – фунтов на квадратный дюйм, 1 bar = 14,5 psi) [2]. В связи с этим было выбрано рабочее значение давления 500 psi.

Для подтверждения выбранного давления в лабораторном режиме было проведено пробное концентрирование. Для этого пермеат, вырабатываемый мембраной, отводился в отдельную емкость, а концентрат возвращался обратно в бак с исходным образцом. Таким образом, в ходе концентрирования происходил рост концентрации загрязнений исходного образца по мере уменьшения его объема. Результат представлен на графике (рис. 12). Исследование показало, что возможно достичь концентрирования до значения выхода фильтрата (гидравлический КПД) более чем 90 %. Процесс был остановлен после фиксирования значительного падения расхода пермеата. Внешний вид образцов показан на фотографии (рис. 13). Параметры качества пермеата и концентрата представлены в табл. 1.

После первой стадии испытаний в лабораторном режиме была выполнена серия

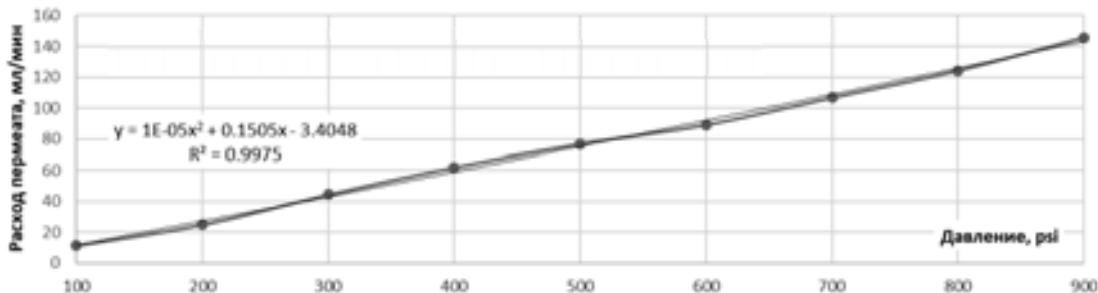


Рис. 11. График зависимости расхода пермеата от рабочего давления для выбранной мембраны № 1 (значение расхода пермеата приведено к температуре 25 °С)

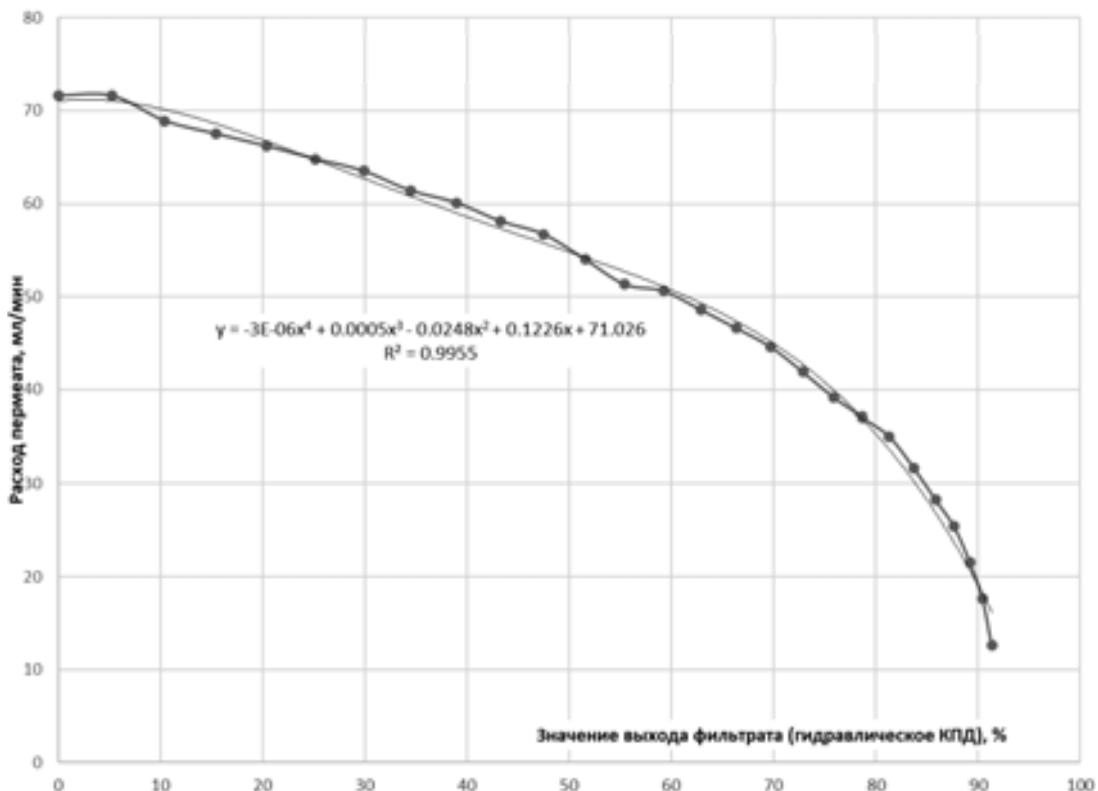


Рис. 12. График зависимости расхода пермеата от значения выхода фильтрата (гидравлическое КПД) для выбранной мембраны № 1 и давления 500 psi (значение расхода пермеата приведено к температуре 25 °С)



Рис. 13. Фотография проб образцов пермеата, концентрата и исходной воды

пилотных испытаний, проведенных на объекте. Схема процесса осталась прежней, но площадь мембран, как и объем образцов, была увеличена. Объем образца обеспечивал время цикла концентрации не менее 60 мин. Было выполнено несколько циклов концентрирования (последовательно, друг за другом). Между циклами концентрирования проводилась только промывка мембран горячей водой без использования реагентов. Результаты представлены на графике (рис. 14). Средние значения параметров качества потоков (пермеат, концентрат и исходная вода) приведены в табл. 2.

Таблица 1

Параметры качества образцов, полученных
в ходе испытаний в лабораторном режиме

№ п/п	Образец	Параметр качества		
		pH	Удельная электропроводность, мкСм/см	Общее содержание примесей*, %
1	2	3	4	5
1	Исходная	1,76	40000	1,68
Выбор мембран				
2	Пермеат 1	1,35	17690	0,58
3	Пермеат 2	1,44	17510	0,63
4	Пермеат 3	1,57	29400	1,20
Пробное концентрирование со значением выхода фильтрата 91,4 %				
5	Композитный пермеат	1,81	17130	0,65
6	Финальный концентрат	1,32	100200	7,97

* – [3]

Таблица 2

Параметры качества образцов, полученных
в ходе пилотных испытаний на объекте

Параметр (ион)	Усредненные значения параметров качества, мг/л, для воды		
	исходная	пермеат	концентрат
1. Калий (K)	32	18,5	71,3
2. Натрий (Na)	5802,5	2700	12960
3. Кальций (Ca)	120	7,7	355
4. Магний (Mg)	71,5	2,8	231,5
5. Алюминий (Al)	103,5	2	352,3
6. Кремний (Si)	166,5	101	258,5
7. Железо (Fe)	739,8	30	2558,3
8. Марганец (Mn)	26,4	1,2	93,7
9. Никель (Ni)	21,2	2	79,4
10. Медь (Cu)	7,7	0,8	24,5
11. Цинк (Zn)	6,4	1,1	19,9
12. Хром (Cr)	41	3,2	153,7

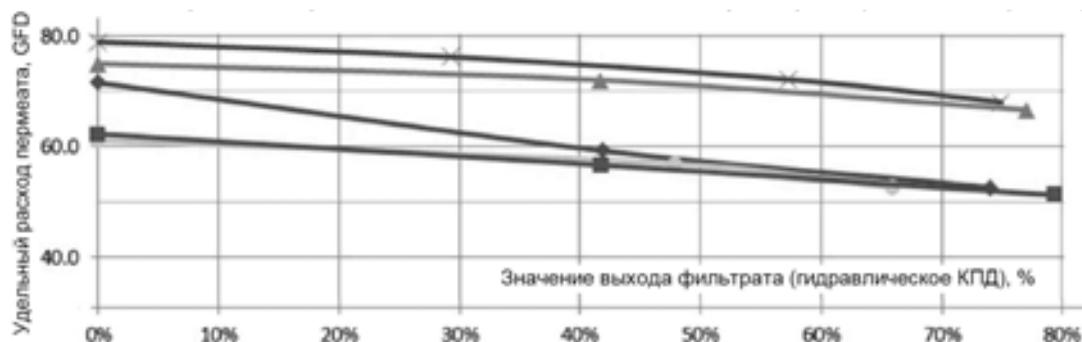


Рис. 14. График зависимости удельного расхода пермеата (GFD – галлонов в сутки на квадратный фут площади мембраны, 1 GFD = 1,7 lnh – л/ч·м² площади мембраны [2]) от значения выхода фильтрата (гидравлического КПД) для выбранной мембраны № 1, давления 500 psi и температуры 60 °C



Рис. 15. Фотография пилотной установки серии «LP» в пилотном режиме «Р» (на объекте)

Испытания показали высокую стойкость мембран к загрязнениям и стабильное обеспечение заданного заказчиком качества пермеата. Полученный в ходе пилотных испытаний материал позволяет выполнить проектные работы для обеспечения строительства станции очистки загрязненных кислых промывных вод методом нанофильтрации по технологии вибромембранного фильтрования VSEP.

Об авторах:

ЦАБИЛЕВ Олег Викторович

кандидат технических наук
VSEP Инженер
New Logic Research
2527 Aviation Way, Minden, NV 89423, USA
E-mail: tsabilev@gmail.com

ДЖОНСОН Грэг

инженер-химик
генеральный директор
New Logic Research
2527 Aviation Way, Minden, NV 89423, USA
E-mail: info@vsep.com

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. New Logic Research. URL: <https://www.vsep.com> (reference date: 28.08.2020).
2. Цабилев О.В., Степанов С.В., Степанов А.С. Баромембранные технологии деминерализации в процессах водоснабжения и водоотведения. Самара: Самар. гос. техн. ун-т, 2020. 144 с.
3. РД 52.24.468-2005. Взвешенные вещества и общее содержание примесей в водах: Методика выполнения измерений массовой концентрации гравиметрическим методом. М., 2005. 31 с.

REFERENCES

1. New Logic Research. Available at: <https://www.vsep.com> (accessed 28 August 2020).
2. Tsabilev O.V., Stepanov S.V., Stepanov A.S. *Baromembrannye tekhnologii demineralizacii v processah vodosnabzheniya i vodootvedeniya* [Baromembrane demineralization technologies in water supply and wastewater disposal]. Samara, Samara State Technical University, 2020. 144 p.
3. RD 52.24.468-2005 *Vzveshennyye veshchestva i obshchee sodержание primesej v vodah. Metodika vypolneniya izmerenij massovoj koncentracii gravimetricheskim metodom* [Suspended solids and total impurities in waters. Method for performing measurements of mass concentration by the gravimetric method]. M., 2005. 31 p.

TSABILEVT Oleg V.

PhD in Technical Sciences
VSEP Engineer
New Logic Research
2527 Aviation Way, Minden, NV 89423, USA
E-mail: tsabilev@gmail.com

JOHNSON G.

Chemical Engineer
CEO
New Logic Research
2527 Aviation Way, Minden, NV 89423, USA
E-mail: info@vsep.com

Для цитирования: Цабилев О.В., Джонсон Грэг. Результаты пилотных испытаний технологии VSEP на примере очистки загрязненных кислых промывочных вод нанофильтрацией // Градостроительство и архитектура. 2021. Т.11, № 1. С. 72–78. DOI: 10.17673/Vestnik.2021.01.9.

For citation: Tsabilev O.V., Johnson G. Results of Pilot Tests of the Vsep Technology on the Example of Purification of Contaminated Acid Washing Waters by nanofiltration. *Gradostroitel'stvo i arhitektura* [Urban Construction and Architecture], 2021, vol. 11, no. 1, Pp. 72–78. (in Russian) DOI: 10.17673/Vestnik.2021.01.9.