

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

68017

Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

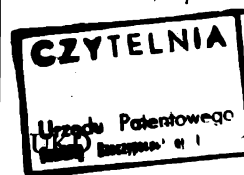
Zgłoszono: 25.II.1969 (P 131 960)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Opublikowano: 20.XII.1973

Kl. 12i,7/14

MKP C01b 7/14



Współtwórcy wynalazku: Aleksander Szczodry, Leon Rzepka, Leon Szałaciński

Właściciel patentu: Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”, Gliwice (Polska)

## Sposób oczyszczania jodu przez sublimację

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania jodu przez jego sublimację w strumieniu gazu nośnego.

Znane sposoby sublimacji ciał stałych w strumieniu gazu nośnego polegają na użyciu do tego celu gazu o temperaturze niższej od temperatury topnienia sublimowanego ciała stałego. Zastosowanie tych sposobów do sublimacji jodu wymaga zatem utrzymywania temperatury gazu nośnego poniżej temperatury topnienia jodu, a więc poniżej 113,6°C. W przypadku stopienia jodu proces technologiczny posiada cechy destylacji w strumieniu gazu, przez co zatracone zostają istotne zalety tego sposobu, mianowicie korzystne warunki dla oczyszczania jodu.

Sposób sublimacji jodu w strumieniu gazu nośnego o temperaturze niższej od temperatury topnienia substancji sublimowanej nie znalazł praktycznego zastosowania, ponieważ prędkość nasycania gazu o tej temperaturze, parami jodu jest stosunkowo niewielka. Dlatego czas kontaktu gazu z stałym jodem musi być odpowiednio długi, względnie należałoby wykorzystać zmniejszoną prężność par jodu w odbieralniku, co z kolei prowadzi do pogorszenia wydajności procesu.

Istota wynalazku polega na przedmuchiowaniu przez oczyszczany jod, znajdujący się w odparowniku, gazu nośnego ogrzanego do temperatury 114—400°C w takiej ilości i z taką prędkością aby temperatura opuszczającego odparownik gazu, nasyczonego parami jodu, utrzymywała się w granicach 90—110°C. Jako gaz nośny stosuje się korzystnie powietrze.

2

Z mieszaniny powietrza i jodu opuszczającej odparownik w wyniku zetknięcia się i zmieszania z dużą objętością chłodnego powietrza w komorze krystalizacyjnej wykrystalizowuje czysty jod.

5 W celu szybkiego nasycenia gazu nośnego parami jodu z równoczesnym szybkim jego ochłodzeniem do temperatury poniżej temperatury topnienia jodu, korzystnie do zakresu 90—110°C przepuszcza się go przez warstwę jodu wysokości co najmniej 0,2 m i powierzchni poprzecznego przekroju 0,3—1,5 m<sup>2</sup>, z prędkością 50—200 l/minutę, zachowując przy tym odpowiedni stosunek ilościowy oczyszczanego jodu do ilości wprowadzonego gazu nośnego. Uzyskuje się przez to szybkie pobieranie ciepła od doprowadzonego nośnika przez intensywnie odparowujący jod. Gaz nośny po wykrystalizowaniu z niego jodu zawraca się do procesu lub usuwa z instalacji po usunięciu z niego w absorberze resztek jodu.

15 Sposób według wynalazku pozwala na wielokrotne przyspieszenie procesu sublimacji, przy zachowaniu wszystkich istotnych zalet tego procesu. Uzyskiwany efekt oczyszczania można spotęgować przez połączenie procesu według wynalazku z innymi znanymi sposobami oczyszczania jodu stosując czynniki osuszające na przykład: tlenek wapnia, żel krzemionkowy, sita molekularne; czynniki wiążące, adsorbujące lub rozkładające zawarte w jodzie zanieczyszczenia na przykład jodek potasowy, grafit; czy też frakcjonowaną krystalizację par jodu. Szczegółowo sposób według wynalazku wyjaśniony jest w przykładzie wykonanym w aparaturze jak na rysunku.

30

Przykład: Do odparownika 7 o pojemności 250 l, średnicy 0,8 m, zaopatrzonego w przegrodę perforowaną 6, wykonanego z materiału odpornego na działanie jodu, zabezpieczonego przed stratami ciepła na zewnątrz wysypuje się przez otwór 8 500 kg jodu technicznego zmieszanego z 15 kg sproszkowanego grafitu i 5 kg jodku potasowego. Następnie po zamknięciu otworu 8, przedmuchiwa się przez odparownik z szybkością 80 l/minutę powietrze, osuszone sorbentem kapilarnym A3, wprowadzając je pod przegrodę 6 za pomocą dmuchawy 1 poprzez regulujący przepływ zawór 2 przewodem 3 ogrzewanym grzejnikiem 4.

Powietrze wraz z odparowanym jodem odprowadza się wyposażonym w termometr kontaktowy 9 przewodem 10, podgrzewanym do 100°C grzejnikiem 11, do krystalizatora 12. Termometr kontaktowy 9, steruje działanie grzejnika 4, tak aby temperatura opuszczającej odparownik mieszanki powietrza i par jodu, mierzona termometrem 9 wynosiła 100°C. Temperatura wdmuchiwanego do odparownika powietrza, mierzona termometrem 5 utrzymuje się na poziomie 350°C. W krystalizatorze 12 następuje wskutek ochłodzenia wykrystalizowanie jodu i jego grawitacyjne oddzielenie od powietrza.

Pierwsze 20 kg przesublimowanego jodu traktuje się, ze względu na zawartą w nim wilgoć, jako przedgon i zużywa do produkcji związków jodu, a następne ilości zbiera w połączonym z dolną częścią krystalizatora wymiennalnym odbieralniku 13. Ochłodzone powietrze po

oddzieleniu od kryształów jodu przeprowadza się z górnej części krystalizatora do wieży absorpcyjnej 14 w celu wymycia z niego pozostałych, niewielkich ilości jodu roztworem jodku potasowego, utrzymywanym w przeciwprądowym obiegu za pomocą pompy 17, a następnie odprowadza do atmosfery przez przewód 18. Doprowadzenia jak też i okresowej wymiany cyrkulującego roztworu jodku potasowego dokonuje się przez przewód 15 i trójdrożny zawór 16.

Sublimację przerywa się z chwilą gdy wysokość warstwy jodu technicznego w odparowniku zmaleje do wielkości 0,2 m. Po przesublimowaniu 500 kg surowca, co trwa 50 godzin, otrzymuje się 470 kg jodu o czystości odczynnikowej.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania jodu przez sublimację w strumieniu gazu nośnego, znamienny tym, że przez znajdujący się w odparowniku jod przedmuchiwa się gaz nośny, korzystnie powietrze, o temperaturze 114—400°C, korzystnie 300—350°C, przy czym ilość gazu nośnego i jego prędkość przepływu dobiera się tak, aby nasycony parami jodu gaz nośny opuszczający odparownik wykazywał temperaturę poniżej temperatury topnienia jodu, korzystnie 90—110°C.

2. Sposób według zastrz. 1 znamienny tym, że przez jod przedmuchiwa się ogrzane powietrze z prędkością 50—200 l/minutę.

