



Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12q,27

Zgłoszono: 06.XII.1967 (P 123 947)

Pierwszeństwo: 10.XII.1966 Niemiecka
Republika
Federalna

MKP C07d 77/00

Opublikowano: 15.VII.1972

UKD

Współtwórcy wynalazku: Hans-Dieter Rupp, Erhard Siggel, Gerhard Meyer

Właściciel patentu: Glanzstoff AG, Wuppertal (Niemiecka Republika Federalna)

Sposób oczyszczania tritianu

1
Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania tritianu.

Tritian znanymi obecnie sposobami otrzymuje się przez wysycanie około 40% roztworu formaldehydu siarkowodorem w obecności stężonego roztworu soli. Tritian przeznaczony do przeróbki, zwłaszcza na politioformaldehyd, musi być bardzo dokładnie oczyszczony.

Destylacja tritianów nie jest możliwa, ponieważ produkt rozkłada się już poniżej temperatury destylacji przy (około 220°C). Z tego samego powodu nie jest możliwe oczyszczanie strefowe stopionej substancji. Sublimacja również nie daje pożądanego wyniku, ponieważ zanieczyszczenia tritianu (związki merkaptanowe, siarczki itp.) związane z jego wytwarzaniem sublimują razem z tritianem.

Przekrystalizowanie tritianu jest również trudne, gdyż jego rozpuszczalność w nielicznych zwykłe stosowanych rozpuszczalnikach jest nieznaczna. Na przykład rozpuszczalność tritianu we wrzącym chloroformie wynosi zaledwie 1,5%, a we wrzącym benzenie 2,0%. Oczywistym jest, że przekrystalizowywanie tritianu z tych rozpuszczalników, ze względu na konieczność stosowania znacznych ich ilości, jest bardzo niekorzystne.

Stwierdzono, że można oczyszczać tritian z dobrym wynikiem w prosty sposób, jeżeli rozpuścić go w wodzie pod ciśnieniem w temperaturze 170°—210°C, najkorzystniej w temperaturze 190°—210°C, i wykrystalizować przez ochłodzenie.

2
Nieoczekiwanie stwierdzono, że woda pod ciśnieniem nadaje się znakomicie jako środowisko do przekrystalizowania, ponieważ tritian nie tylko w zimnej, ale także w gorącej wodzie (100°C) praktycznie jest nierozpuszczalny. Na załączonym wykresie przedstawiono zależność rozpuszczalności tritianu od temperatury wody przy odpowiednim nadciśnieniu. Można stwierdzić, że jego rozpuszczalność w zakresie temperatur między 170°—190°C wzrasta w sposób ciągły i między 190°—210°C przyjmuje nagle nawet bardzo wysoką wartość. Tym samym przebieg krzywej rozpuszczalności dla przekrystalizowania tritianu można określić jako idealny, to znaczy, że rozpuszczalność tritianu w wodzie przy nadciśnieniu w temperaturze 170°—210°C jest duża, natomiast w temperaturze niskiej pod ciśnieniem normalnym jest znikoma, tak że straty tritianu przy przekrystalizowywaniu praktycznie nie występują.

Rozpuszczalność tritianu wzrasta nadal i powyżej temperatury 210°C, jednakże przy oczyszczaniu tritianu nie zaleca się przekraczania tej temperatury ze względu na znaczny rozkład tritianu.

Jak wynika z wykresu, zakres temperatur 190°—210°C jest szczególnie korzystny do oczyszczania tritianu, lecz również w zakresie temperatur 170°—190°C operacja oczyszczania sposobem według wynalazku jest znacznie korzystniejsza, niż przy stosowaniu rozpuszczalników organicznych w znanych sposobach.

Sposób według wynalazku umożliwia względnie szybką operację oczyszczania przy minimalnych stratach. Już po jednorazowym oczyszczeniu otrzymuje się tritian o wysokim stopniu czystości.

W niektórych przypadkach okazało się korzystne, aby gorący roztwór tritianu o temperaturze 170°—210°C przed krystalizacją przesączyć w celu oddzielenia nierozpuszczalnych w wodzie zanieczyszczeń.

Sposób według wynalazku wyjaśniono szczegółowo w niżej podanych przykładach.

Przykład I. 13 g tritianu zawierającego rozpuszczalne w wodzie zanieczyszczenia umieszcza się razem z 500 ml wody w autoklawie o pojemności 1 litra i ogrzewa do temperatury 170°C. W tej temperaturze prężność pary nasyconej wody wynosi około 8 atmosfer. W warunkach tych rozpuszczalność tritianu wynosi 2,6%. Po ochłodzeniu otrzymuje się bardzo czysty tritian wykrystalizowany w postaci długich igieł o temperaturze topnienia wynoszącej 215°C. Temperatura topnienia tritianu przed oczyszczeniem wynosiła 202°C.

Przykład II. 50 g tritianu zawierającego rozpuszczalne i nierozpuszczalne w wodzie zanieczyszczenia, umieszcza się wraz z 500 ml wody

w autoklawie o pojemności 1 litra i ogrzewa do temperatury 201°C. Ciśnienie w autoklawie wynosi około 15 atmosfer. Rura wznosna z urządzeniem filtrującym sięgającym w głąb roztworu umożliwia oddzielenie nierozpuszczalnych w wodzie zanieczyszczeń, przy czym przesączony roztwór dzięki obniżeniu ciśnienia dokonanego za pomocą zaworu, zostaje przez rurę wznosną wprowadzony do drugiego autoklawu, w którym czysty tritian wytrąca się ilościowo pod ciśnieniem atmosferycznym. Temperatura topnienia tak oczyszczonego tritianu wynosi 215°C, natomiast przed oczyszczeniem wynosiła 200°C.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania tritianu, **znamienny tym**, że tritian rozpuszcza się w wodzie w zamkniętym naczyniu w temperaturze 170°—210°C, po czym wykrystalizowuje się go przez ochłodzenie.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że tritian rozpuszcza się pod ciśnieniem w wodzie w temperaturze 190°—210°C.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że z wodnego roztworu tritianu przed krystalizacją odsącza się nierozpuszczalne w wodzie zanieczyszczenia.

