

CO16 4/12



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43864

12.12.1/34
Kl. 12 i, 1/01

Victor Bayerl

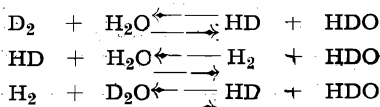
Lipsk, Niemiecka Republika Demokratyczna

Sposób otrzymywania ciężkiego wodoru

Patent trwa od dnia 17 grudnia 1958 r.

Pierwszeństwo: 21 grudnia 1957 r. (Niemiecka Republika Demokratyczna).

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania ciężkiego wodoru, zawartego w wodrze lub w mieszaninie gazów zawierających wodór, drogą wymiany na wodór w wodzie. Wymiana ta jak wiadomo, przebiega zgodnie z następującymi równaniami:



Jako katalizatory, przyspieszające osiągnięcie stanu równowagi, stosuje się przede wszystkim metale grupy platyny, przy czym dotychczas stosowano je w postaci czystych, koloidalnych zawiesin w wodzie mającej brać udział w reakcji, lub też w postaci stałej, na nośnikach. Te znane sposoby mają jednak szereg wad, a mianowicie, przy stosowaniu katalizatora w postaci wodnej zawiesiny, straty katalizatora są tak znaczne, że opłacalność procesu staje się wątpliwa, zaś katalizatory, w postaci stałej wyczerpują się tak szybko, że trzeba je bardzo często wycofywać i regenerować, a rozdział fazy gazowej od ciekłej jest w tym przypadku tak zły, iż konieczne jest dodatkowe rozdzielanie faz, co w sumie czyni proces również nieekonomicznym.

Wymienione wady można usunąć zgodnie z wynalazkiem przez osadzanie katalizatorów na nośnikach o tak dużym rozdrobnieniu, że umożliwia ono stosowanie metody ruchomego łóża. Metoda ta polega jak wiadomo na tym, że w ziarnistej warstwie, spoczywającej na dnie w postaci sita, za pomocą strumienia gazu wznoszącego się w górę zmniejsza się wzajemne tarcie ziaren tak, iż warstwa ta nabiera właściwości cieczy i spływa w dół pod działaniem własnego ciężaru. Jako nośnik katalizatora może być zgodnie z wynalazkiem sto-

lizatora są tak znaczne, że opłacalność procesu staje się wątpliwa, zaś katalizatory, w postaci stałej wyczerpują się tak szybko, że trzeba je bardzo często wycofywać i regenerować, a rozdział fazy gazowej od ciekłej jest w tym przypadku tak zły, iż konieczne jest dodatkowe rozdzielanie faz, co w sumie czyni proces również nieekonomicznym.

sowany na przykład żel krzemionkowy o wielkości ziaren 0,1 — 10 mm, gdyż przy takim rozdrobnieniu możliwe jest stosowanie metody ruchomego łoża. Nośniki katalizatora powinny jednak według wynalazku nie tylko umożliwiać stosowanie tej metody, ale również powinny mieć zdolność wchłaniania wody bez równoczesnej utraty stanu zewnętrznej suchości i bez sklejanía się. W przypadku żelu krzemionkowego ilości wody wchłanianej w tych warunkach wynosi 5 — 40%.

Zgodnie z wynalazkiem reakcję prowadzi się metodą ruchomego łoża w odpowiednim, znanym urządzeniu i w takich warunkach temperatury i ciśnienia, w których możliwa jest wymiana ciężkiego wodoru między wodorem i wodą. Wodór i obciążony wodą nośnik katalizatora przyspieszającego reakcję prowadzi się w przeciwpądzie. Podczas ruchu nośnika z góry ku dołowi po wielu, na przykład po 40 dniach, ustala się stan równowagi między dwoma składnikami reakcji odnośnie zawartości ciężkiego wodoru tak, że przy wylocie nośnika z urządzenia, zawartość ciężkiego wodoru w wodzie jest największa. Dla osiągnięcia tego stanu równowagi stosuje się temperaturę do 300°C i ciśnienie do 1000 atm., na przykład korzystnie prowadzi się proces w temperaturze 20°C i ciśnieniu 350 atm. Po wyjściu nośnika z wodą z urządzenia, wodę oddestylowuje się z nośnika, który następnie może być ponownie obciążony wodą i użyty do reakcji wymiany.

Sposób według wynalazku wyjaśniony jest bliżej w poniższych przykładach.

Przykład I. Przez znane urządzenie do prowadzenia reakcji katalitycznych metodą ruchomego łoża przepuszcza się w ciągu 1 godziny 500 kg nośnika katalizatora przyspieszającego typu żelu krzemionkowego, o wielkości ziaren 3 mm. Na nośniku osadzono w znany sposób sól platyny w ilości 2% i następnie obciążono nośnik 20%-ami wody. W przeciwpądzie do nośnika prowadzi się przez urządzenie wodór pod ciśnieniem 350 atm w ilości 20 kg na godzinę, utrzymując temperaturę 20°C. Proces prowadzi się stosując 40 den teoretycznych. Podczas reakcji ustala się równowaga między zawartością ciężkiego wodoru w wodrze i w wodzie, przy czym u wylotu nośnika z wodą i katalizatorem z aparatury zawartość ciężkiego wodoru w wodzie osiąga maksimum. Z nośnika, który przeszedł przez reakcję, oddestylowuje się wodę wzbogaconą

w ciężki wodór, a nośnik ponownie obciąża się wodą i zawraca do procesu.

Sposób według wynalazku można również wykonywać przy zastosowaniu znanej metody, zwanej metodą gorąco-zimną. Polega ona na prowadzeniu reakcji na przemian w kolumnie zimnej i następnie w kolumnie gorącej. Zamiast wodoru można tu także stosować mieszaninę wodoru z azotem, na przykład mieszaninę używaną do syntezy amoniaku, to znaczy zawierającą 3 części objętościowe wodoru na 1 część objętościową azotu. Uzyskuje się przy tym tę korzyść, że w kolumnie zimnej, na przykład o temperaturze 10°C, wzbogaca się wodę w ciężki wodór, który następnie w kolumnie gorącej oddawany jest do gazu. Pomiedzy tymi dwiema fazami procesu można wtedy odprowadzać mieszaninę azotu z wodorem, wzbogaconą w ciężki wodór.

Przykład II. Przez znane urządzenie do prowadzenia reakcji katalitycznych metodą ruchomego łoża przepuszcza się w ciągu 1 godziny 500 kg nośnika katalizatora przyspieszającego, typu żelu krzemionkowego, o wielkości ziaren 3 mm. Na nośniku osadzono w znany sposób sól platyny w ilości 2%, a następnie obciążono 20%-ami wody. W przeciwpądzie do nośnika prowadzi się przez urządzenie mieszaninę wodoru z azotem, zawierającą 3 części objętościowe wodoru na 1 część objętościową azotu, w ilości 20 kg na godzinę. Reakcję prowadzi się metodą gorąco-zimną, przy czym temperatura stopnia zimnego wynosi 10°C, a stopnia gorącego 300°C. Ciśnienie w obu stopniach wynosi 350 atm. Reakcję w stopniu zimnym prowadzi się na 40, a w stopniu gorącym na 55 dnach teoretycznych. Nośnik z wodą i katalizatorem przechodzi przez oba stopnie w przeciwpądzie z mieszaniną wodoru z azotem. W tym przypadku nośnik ma za zadanie tylko przenoszenie wody i katalizatora. W stopniu gorącym ciężki wodór oddawany jest przy udziale katalizatora z wody do gazu, podczas gdy w stopniu zimnym odwrotnie — ciężki wodór oddawany jest z gazu do wody. Między stopniami odprowadza się gaz zawierający do 3% ciężkiego wodoru, podczas gdy nośnik z wodą i katalizatorem doprowadza się do drugiego stopnia w obiegu. Przy tym sposobie pracy nie oddestylowuje się wody z nośnika, gdyż gaz zabiera ciężki wodór z wodą, a więc zbędne jest odnawianie obciążenia nośnika wodą.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania ciężkiego wodoru, zawartego w wodorze, drogą wymiany na wodór w wodzie i przy użyciu metody ruchomego łoża przy kierowaniu wody i wodoru do reakcji w przeciwnym kierunku i z zastosowaniem katalizatora przyspieszającego, znamienny tym, że ziarnisty materiał, na przykład żel krzemionkowy, będący nośnikiem katalizatora, obciąża się przez absorpcję taką ilością wody, iż ziarnka nośnika nie skleją się i możliwe jest stosowanie metody ruchomego łoża, przy czym wodór i woda stykają się w temperaturze 10—200°C i pod ciśnieniem 10—1000 atm.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że wymianę ciężkiego wodoru między wo-

dorem i wodą prowadzi się na przemian w niskiej i wysokiej temperaturze, korzystnie w temperaturze 10—20°C oraz 130—200°C, przy jednakowym ciśnieniu.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że wymianę ciężkiego wodoru między wodorem i wodą prowadzi się w temperaturze do 280°C i pod ciśnieniem do 1000 atm.
4. Sposób według zastrz. 1—3, znamienny tym, że zamiast wodoru stosuje się mieszaninę wodoru z azotem o składzie takim, jaki używany jest do syntezy amoniaku.

Victor Bayerl

Zastępca: mgr inż. Jerzy Hanke

rzecznik patentowy