[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C22B 26/10 (2006.01)
C22B 9/05 (2006.01)

[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02119300.2

[45] 授权公告日 2006 年 2 月 1 日

[11] 授权公告号 CN 1239722C

[22] 申请日 2002.5.15 [21] 申请号 02119300.2

[30] 优先权

[32] 2001. 5.16 [33] FR [31] 0106458

[71] 专利权人 MSSA 公司

地址 法国圣马塞尔

[72] 发明人 P·夫拉啻尔

审查员 叶 楠

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所

代理人 王 杰

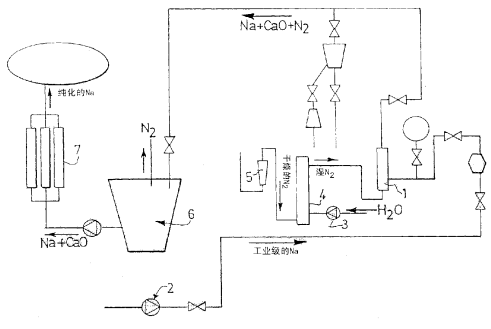
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

[54] 发明名称

钠纯化方法

[57] 摘要

本发明涉及一种工业的钠的纯化方法，其包括在高于或等于 150℃的温度下在静止的混合器中使液体钠与惰性气体流接触(就钠而言惰性气体流含有对钙进行氧化以使其含量降低到理想含量所需的化学计量数量的水蒸汽)，然后从惰性气体中分离出纯化的钠、氢气和由反应产生的石灰。



1、降低其中钙含量的钠的连续纯化方法，其包括：在高于或等于150℃的温度下在静止的混合器中使液体钠与惰性气体流接触，就钠而言惰性气体流含有对钙进行氧化以使其含量降低到理想含量所需的化学计量数量的水蒸汽，然后从惰性气体中分离出纯化的钠、氢气和由反应产生的石灰，反应中水流速度与钠流速度的比率K保持恒定。

2、根据权利要求1的方法其中惰性气体是氮气或氩气。

3、根据权利要求1或2的方法其中过滤钠以分离出石灰。

4、根据权利要求1或2的方法其中根据钠流速度调整水流速度以维持它们的比率恒定。

钠纯化方法

发明领域

本发明涉及一种工业级的钠的纯化方法以大大降低其中的钙含量。

相关技术

一般来说工业上由熔融的氯化钠电解产生的钠具有 400 至 500 ppm 的钙含量。此含量高于工业中标准的操作温度下钙在熔融钠中的溶度极限，使得承载液体钠的装置中有钙沉淀物的危险。另外，在一些应用如在核领域中，这种纯度是不够的，由于这种原因几十年来已提出并实施了不同的纯化方法。

Commissariat à l'Energie Atomique 于 1965 年注册的专利 FR 1484647 公开了应用过氧化钠除去钙。此方法包括在温度为 200 至 300℃ 的反应器中剧烈搅拌下混合钠和过氧化物，通过过滤除去固体石灰颗粒。这样，可能得到含有少于 10ppm 钙的钠。

此申请人在 1973 年注册的专利 FR 2251627 优化了上述方法以补偿一些缺点如方法的不连续性、反应器壁上的固体沉淀和非常高的过氧化物损耗。

然而，不受限于核工业的严格的标准，对于钙含量的变化地降低是理想的、更标准的应用来说，这一方法从经济上讲不适合钠的纯化。

1960 年公布的 du Pont de Nemours 的专利 FR 1214176 公开了一种钠的纯化方法，其包括在低于 300℃ 的温度下使熔融的钠与含有 0.1 至 2 %、优选 0.1 至 0.5 % 氧气的惰性气体特别是氮气混合，通过后使气体再循环。专利中指明将水蒸汽取代氧气加入惰性气体中不是高效的，因为它不助于通过过滤、倾析或离心使不溶的钙分离。

发明目的

本发明的目的是提供一种利用氧化钙的钠的纯化方法，它与现有技术的方法相比是更简单的、更不昂贵的、且至少是同样高效的。

本发明涉及一种工业的钠的纯化方法，其包括在高于或等于 150℃的温度下在静止的混合器中使液体钠与惰性气体流接触（就钠而言惰性气体流含有对钙进行氧化以使其含量降低到理想含量所需的化学计量数量的水蒸汽），然后从惰性气体中分离出纯化的钠、氢气和由反应产生的石灰。

本发明的描述

本发明是基于本申请人的观察：在特定的实施条件下，与专利 FR 1214176 中公开的相反，水蒸汽作为钙的氧化剂的应用能导致简单的和高效的钠的纯化。

根据本发明，提供了一种降低其中钙含量的钠的连续纯化方法，其包括：在高于或等于 150℃的温度下在静止的混合器中使液体钠与惰性气体流接触，就钠而言惰性气体流含有对钙进行氧化以使其含量降低到理想含量所需的化学计量数量的水蒸汽，然后从惰性气体中分离出纯化的钠、氢气和由反应产生的石灰，反应中水流速度与钠流速度的比率 K 保持恒定。

此方法基于氧化反应：$Ca + H_2O \rightarrow CaO + H_2$ 。事实上，此反应可能经氧化钠两步发生，即 $Na + H_2O \rightarrow NaO + H_2$ 和 $NaO + Ca \rightarrow Na + CaO$。给定量的钠所需的水量是与被除去的钙、即初始钙含量与目标钙含量之差一致的化学计量的数量。因为此方法是连续的，这意味着将水流速度与钠流速度的比率 K 或多或少地保持为恒定。在静止的混合器中执行此操作以便于液体钠与气体之间进行令人满意的交换。优选为氮气的惰性气体的作用，但也可以使用氩气，首先是稀释水蒸汽并使它与钠接触，然后是抽空由反应形成的氢气。每克水所需的氮气的量优选在 30 至 40 dm^3/g 之间。此数量远远低于专利 FR 1214176 中提到的，该专利中建议了分散气体体积与钠体积的比率在 20 至 200 之间，然而对实际上完全的钙的纯化来说，上述数量导致了数量级为 6 的比率。这使得避免气体再循环成为可能，大大简化了装置。

混合器中液体钠的温度必须高于或等于 150℃以防止混合器中有任何结垢的危险。优选避免过高的温度，例如高于 250℃，既是安全起见也为阻止装置的腐蚀。

在混合器的出口，纯化过的钠首先经由脱气装置与气体分离，然后通过过滤与石灰分离。

附图说明

单张的附图是根据本发明的方法的原理图.

实施方案的实例

使用根据本发明的方法，实施例涉及一中试装置。利用泵 2 将工业的钠传送到静止的混合器 1。使用泵 3 将水传送至温度调整至 130℃的蒸发器 4. 根据由流量计测定的钠流速度的控制系统与泵 3 相连，以维持比率 K 常数。经流量计 5 干燥的氮气送至蒸发器 4. 然后将湿氮气在设计的和绝热的管道中传送至静止的混合器 1 中以阻止水冷凝。另外，在所述管道上的一单向阀阻止钠流入蒸发器 4。含有沉淀的石灰和具有反应产生的氢气的氮气的、纯化过的钠通过脱气装置 6，其中它释放氮气和氢气，然后通过滤器 7 以分离石灰。

一旦达到正常的钠流速度，只引入水和干燥的氮气就能启动装置。为停止装置，首先关闭水泵 3，然后钠泵 2，最后为氮气流速度。

正常操作下，钠流速度为 700Kg/h，水流速度为 122 g/h，氮气流速度为 4000 l/h。混合器中的温度为 150℃。初始钠中的钙含量为 410ppm，纯化过的钠中的钙含量为 27ppm。

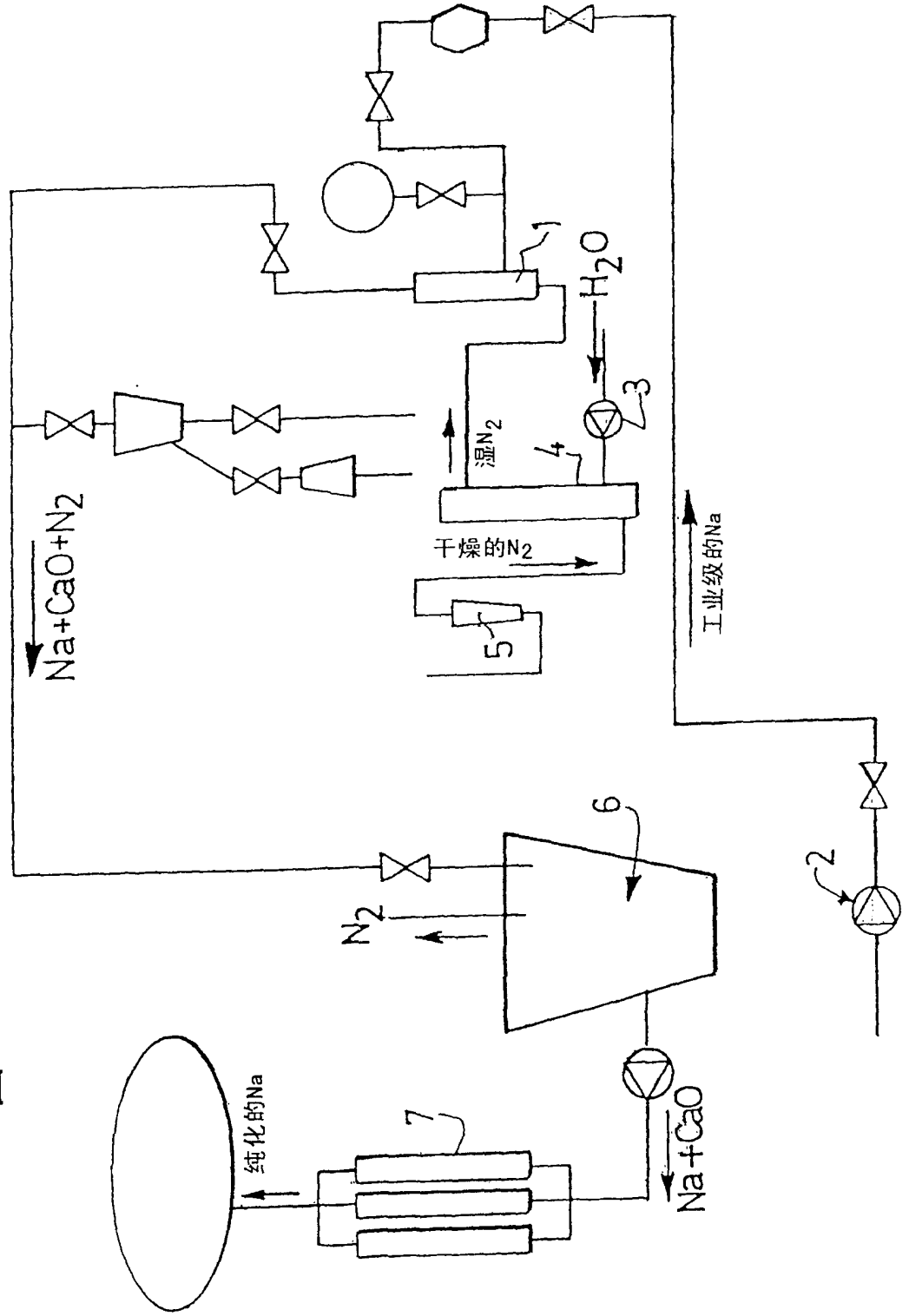


图1