

AÑO .....

Expediente núm. .....

236347



# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

**PATENTE DE** ..... **INVENCION.** .....

## MEMORIA DESCRIPTIVA

*que se acompaña a la solicitud de*

una **PATENTE DE** ..... **INVENCION** ..... por ..... 20 ..... años, en España

*a favor de*

UNITED KINGDOM ATOMIC ENERGY AUTHORITY, ....., de nacionalidad  
entidad inglesa, ..... domiciliado en Bedford Chambers, Covent-  
~~street~~ Garden, Londres, Inglaterra, ..... núm. ....

*por:*

« Procedimiento para la producción de agua pesada".....  
.....  
.....

236347  
PATENTE DE INVENCION  
=====

Ref. Pats. 24/299/22.  
=====

236347



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la producción de agua pesada"  
=====

SOLICITANTES: UNITED KINGDOM ATOMIC ENERGY AUTHORITY entidad  
inglesa, domiciliada en Bedford Chambers, Covent Garden,  
Londres, Inglaterra.  
  
=====

Este invento se refiere a un procedimiento de intercambio químico para la producción de agua pesada, o sea, agua que tiene una proporción superior de deuterio.

- Se refiere especialmente a un procedimiento perfeccionado para la concentración de deuterio por reacciones de cambio químico. El producto de este proceso de concentración, puede ser hidrógeno, agua, amoníaco u otro compuesto que contenga hidrógeno, que tiene una proporción superior de deuterio, con respecto a la concentración natural de este cuerpo (alrededor de 145 partes de deuterio por millón de
- 5.
- 10.



partes de hidrógeno). Cuando el producto del proceso es el agua, no se precisa ulterior procedimiento de conversión para la obtención de agua pesada, pero cuando el producto es cualquier otro compuesto que contenga hidrógeno, es necesaria la conversión en agua, por ejemplo, el hidrógeno puede combinarse con oxígeno para que se produzca el agua pesada pretendida.

5. Se han propuesto muchos procedimientos de cambio para la producción de agua pesada, y de ellos, las reacciones  $H_2 - H_2O$ ,  $H_2 - NH_3$  y  $H_2S - H_2O$  parecen ser las más favorables y tienen elevados factores de separación. Técnicamente, los procesos que utilizan el cambio químico pueden aplicarse de uno de dos modos, o sea por el procedimiento de torre sencilla, y por el procedimiento de dos torres y temperaturas dobles.

10. El procedimiento de torre sencilla es, en principio, el más sencillo y tiene gran parecido con la destilación ordinaria; adolece sin embargo del inconveniente de que la disposición del reflujo precisa la conversión química de cada una de las corrientes de salida de los terminales de la torre, en la otra corriente; así, en el caso del cambio  $H_2 - H_2O$  es necesario convertir el agua enriquecida, en hidrógeno, en un extremo de la cascada y si se precisa un grado elevado de extracción, el hidrógeno agotado, en agua, en el otro extremo. Los procedimientos convenientes para este objeto no son generalmente asequibles (especialmente en el caso del cambio  $H_2S - H_2O$ ) y, por esta razón, se ha propuesto el procedimiento de temperatura doble.

15. En un procedimiento de temperatura doble, se



- utilizan dos torres de cambio que funcionan a distintas temperaturas; en una de ellas el deuterio se enriquece en una de las corrientes, y en la otra el deuterio se retira parcialmente de esta corriente pasando a la otra a causa
5. de la disminución en el factor de separación para el proceso de cambio a esta temperatura. Estas torres están conectadas en serie, de modo que el deuterio se concentra en ellas, retirándose producto enriquecido en deuterio, de cualquiera de las corrientes, desde un punto situado
10. entre las dos torres. Por ejemplo, a 30° C., el cambio químico entre  $H_2O$  y  $H_2S$  conduce al enriquecimiento de deuterio en el  $H_2O$ , mientras que a 130° C., parte de este deuterio se dirige nuevamente a la corriente de  $H_2S$ . Conectando en serie dos torres que funcionen a estas dos
15. temperaturas, de tal modo que la fase enriquecida en deuterio de cada una de las torres circule hacia la otra torre, puede extraerse un producto enriquecido en deuterio, de la corriente de  $H_2O$  o de  $H_2S$ , desde un punto situado entre las torres y además se consigue un reflujo automático
20. de los materiales en el extremo enriquecido de cada torre. Para producir un enriquecimiento ulterior, pueden aplicarse también pares de torres de esta naturaleza.
- El cambio  $H_2S - H_2O$  tiene equilibrios algo
25. menos favorables que los procedimientos  $H_2 - H_2O$  ó  $H_2 - NH_3$  pero tiene la ventaja de que la reacción es iónica y se lleva a cabo en una columna de recipientes de barboteo, o atestada de tipo corriente. Este procedimiento requiere sin embargo, alrededor de 15.000 a 30.000 toneladas de vapor por tonelada de agua pesada producida, especialmente
30. para la humectación del gas en la torre caliente, y el

236347



- 4 -

$H_2S$  es de naturaleza corrosiva. Como resultado, hay que emplear en alto grado los aceros aleados, de modo que el coste de la instalación es elevado.

- En 1.940 se descubrió que la potasamida podía usarse como catalizador homogéneo para la reacción de cambio amoniac-hidrógeno, permitiendo así el empleo de platos o recipientes de borboteo o de columnas atestadas corrientes. Trabajos ulteriores han evidenciado que la reacción se realiza a un ritmo apreciable al hacer
5. berbotar hidrógeno fácilmente a través de amoniac líquido, incluso a  $-60^{\circ} C.$ , de modo que el procedimiento de dos torres y temperatura doble es también aplicable para esta reacción. Sin embargo, se presenta una complicación, ya que la materia prima ha de suministrarse en forma de
10. amoniac, y para obtener una producción ilimitada, es necesario poner en contacto el amoniac agotado con
15. agua natural, en una torre separada de cambio. La constante de cambio, para esta reacción, está muy cerca de la unidad, de modo que el amoniac entra de nuevo en el procedimiento a la concentración natural aproximadamente. La reacción de
20. cambio amoniac-agua puede realizarse en una torre que comprende, esencialmente, una columna convencional de destilación amoniac-agua con una sección adicional, cerca de la alimentación de la cual se realiza la reacción de
25. cambio. Esta torre consume una elevada cantidad de vapor, y para la economía máxima es preferible emplear el calor desperdiciado de esta torre para otros fines, por ejemplo, para la saturación del gas en una torre caliente. Es también necesario recuperar el catalizador potasamida
30. por evaporación de la corriente de amoniac agotado (en la



- torre de cambio amoniaco-agua) de tal modo que el concentrado de potasamida puede mezclarse con la alimentación re-enriquecida y, en segundo lugar, deshidratar completamente la corriente de amoniaco re-enriquecido de la torre de
5. cambio amoniaco-agua, con objeto de evitar la hidrolisis del catalizador.

- El procedimiento de cambio amoniaco-hidrógeno puede llevarse a cabo tambien en una instalación de torre única, en cuyo caso el reflujo puede conseguirse por
10. "cracking" (destilación pirogenada) del amoniaco enriquecido, en la base de la torre. Trabajando a presión elevada, por ejemplo 200 a 500 atmósferas, el gas fraccionado ( $3H_2 + N_2$ ) que sale de la torre puede volverse a combinar en una instalación convencional de síntesis, y el amoniaco agotado
15. que así se forma, ponerse en contacto con el agua en una torre separada para proporcionar material de alimentación re-enriquecido.

- La reacción entre el agua y el hidrógeno proporciona factores de separación casi idénticos a los del
20. sistema de amoniaco, a temperaturas análogas, aunque se restringe a una zona de temperaturas superiores. Posée el inconveniente, sin embargo, de que no se ha encontrado todavía un catalizador homogéneo satisfactorio. Por esta razón, no es posible emplear columnas normales de contacto
25. y, para el objeto deseado se ha ideado un tipo de torre denominado torre "Trail" que comprende platos de borboteo alternados con lechos o capas de catalizador en fase de vapor y que se utilizó durante la guerra en una fábrica de Trail, B.C. Canadá. Sin embargo, no es posible emplear
30. estas torres solas en un proceso de temperatura doble, a



menos que la presión del gas se cambie entre las torres, ya que es preciso conservar la relación adecuada de vapor de agua a hidrógeno en la corriente de gas que penetra en los lechos o capas de catalizador a las dos temperaturas.

5. Para vencer esta dificultad, se ha ideado un procedimiento en el que se emplea un solo lecho o capa de catalizador de cambio a elevada temperatura, con una columna de destilación, en combinación con una torre "Trail" para formar un conjunto de temperatura doble. El enriquecimiento obtenido
10. con un grupo de esta naturaleza, está estrictamente limitado y se ha propuesto, por tanto, que estos conjuntos se dispongan en forma de cascada para obtener el grado elevado de enriquecimiento que se precisa. Se ha comprobado que para el ulterior enriquecimiento del producto de fase única,
15. puede emplearse, con resultados ventajosos, un procedimiento de destilación por ejemplo hidrógeno, amoníaco o incluso agua, o un pequeño número de fases o etapas de cambio análogo, de temperatura doble, con preferencia al empleo de una cascada de gran número de fases o etapas de temperatura doble. Un problema de gran importancia, a este
20. respecto, es el de reducir al mínimo las pérdidas de la corriente de gas en circulación, que generalmente está sometido a presión. En la primera fase o etapa de una instalación de cambio en cascada, el gas se agota con
25. respecto a la concentración natural de deuterio, dado que el equilibrio favorece siempre la fase líquida, y las pérdidas son de poca importancia, pero en fases sucesivas el gas se enriquece y el efecto de las pérdidas es serio.

De acuerdo con este invento, un procedimiento

30. para la producción de agua pesada, comprende el aplicar un



proceso de cambio que funciona a temperatura doble, para obtener un producto enriquecido en deuterio, con respecto al material introducido en dicho proceso de cambio; el someter el producto citado a un enriquecimiento ulterior, mediante un proceso de destilación y el tratar de nuevo el desperdicio, agotado de deuterio, del proceso de destilación en el procedimiento de cambio de temperatura doble antes citado.

5.

10.

15.

20.

Más especialmente, un procedimiento para la obtención de agua pesada, comprende el aplicar un proceso de cambio agua-hidrógeno o amoniaco-hidrógeno, de doble temperatura, para producir hidrógeno enriquecido en deuterio, con respecto al producto introducido en dicho proceso de cambio; el someter el hidrógeno enriquecido en deuterio a un enriquecimiento ulterior, por un proceso de destilación, y el volver a introducir el hidrógeno agotado de deuterio del proceso de destilación, en el proceso de cambio de doble temperatura. El hidrógeno ulteriormente enriquecido, producto de la instalación de destilación, puede convertirse a continuación en agua pasada, por métodos conocidos.

25.

30.

Por el procedimiento a que este invento se refiere se proporciona un proceso de destilación en ciclo cerrado; el proceso de cambio de doble temperatura se utiliza para proporcionar, en efecto, un enriquecimiento adicional del material introducido en el proceso de destilación. Así, pues, la producción de una instalación dada de destilación, aumenta, y el coste de producción del procedimiento combinado puede ser apreciablemente inferior al de los procesos separados.



Para que la naturaleza de este invento pueda comprenderse con mayor facilidad, vá a describirse a continuación con referencia al dibujo adjunto, un tipo de este invento que comprende un proceso de destilación de hidrógeno que se alimenta por medio de una corriente de hidrógeno enriquecido, desde un proceso de cambio agua-hidrógeno de doble temperatura.

5.

Este invento, sin embargo, no se limita, en su alcance, a esta construcción. Aunque se prefiere

10.

la destilación de hidrógeno, puede emplearse también la destilación de amoníaco o agua, y aunque en el caso representado se emplea un cambio agua-hidrógeno en el proceso de doble temperatura para suministrar hidrógeno al proceso de destilación, puede emplearse el mismo proceso de cambio o el cambio agua-H<sub>2</sub> en un procedimiento de temperatura doble, para suministrar agua a un proceso de destilación de ésta, o puede emplearse un cambio amoníaco-hidrógeno para suministrar hidrógeno a un procedimiento de destilación de este gas, o para suministrar amoníaco a un proceso de destilación de este cuerpo. Todas estas combinaciones están comprendidas en el alcance de este invento.

15.

20.

Con referencia al dibujo adjunto, que es un esquema de circulación de un aparato de acuerdo con este invento, la corriente de hidrógeno enriquecido que se introduce en la instalación de destilación, se alimenta desde una instalación de enriquecimiento preliminar de la corriente de agua, que comprende una cascada de elementos convencionales decrecientes de cambio de separación agua-hidrógeno a doble temperatura, alimentada a su vez con

25.

30.



- hidrógeno procedente de una instalación de tipo conocido de transferencia de deuterio a una corriente de agua de elevada temperatura, que contiene grupos catalizadores de alta temperatura dispuestos alternativamente y en serie con columnas para el cambio agua-vapor; cada elemento de separación de la mencionada cascada, comprende una sección de enriquecimiento, a través de la cual asciende por la cascada una fracción enriquecida de mezcla vapor-hidrógeno y una sección de agotamiento a través de la cual desciende por la cascada una fracción agotada de mezcla vapor-hidrógeno. Cada una de las secciones de enriquecimiento, comprende una torre 13 de cambio vapor-agua y un elemento 14 de catalizador caliente. Cada sección de agotamiento comprende una torre 11 de cambio vapor-agua y un elemento 12 de catalizador frío. En los lechos o capas 14 de catalizador caliente, que funcionan a 600° C., por ejemplo, el deuterio pasa del vapor al hidrógeno, y en las torres de cambio 13, el deuterio pasa a su vez desde el agua al vapor. El agua agotada resultante de las torres de cambio 13 circula en bucles cerrados entre las torres de cambio 13 y 11, y se carga de deuterio en las torres de cambio 11, en las que el deuterio pasa del vapor al agua después de haber pasado del hidrógeno al vapor en los elementos 12 del catalizador frío.

El agua introducida en la instalación de transferencia de deuterio a temperatura elevada, entra por 3 y sale por 4 mientras que el agua introducida en la instalación de cambio de doble temperatura, penetra por 16 y sale por 17.



El hidrógeno agotado, de la instalación de destilación de hidrógeno, atraviesa la instalación de paso o transferencia de deuterio a temperatura elevada, y desde ella se dirige a la instalación de cambio de temperatura doble, que enriquece el hidrógeno hasta el grado deseado. Este hidrógeno enriquecido se introduce a continuación en la instalación de destilación de hidrógeno a través de un condensador 18.

- 5.
10. Si los elementos de catalizador y las columnas de cambio de la instalación de transferencia a temperatura elevada funcionan a  $600^{\circ}$  C. y  $136^{\circ}$  C. respectivamente, el hidrógeno agotado de la instalación de destilación del mismo vuelve a enriquecerse hasta el 0,7 del contenido natural de deuterio, para su introducción en la instalación preliminar de enriquecimiento, de cambio de temperatura doble. Si los elementos de catalizador calientes y fríos de esta última instalación funcionan a  $600^{\circ}$  C. y  $140^{\circ}$  C. respectivamente, el hidrógeno procedente de la instalación de transferencia puede enriquecerse, por ejemplo,
- 15.
20. hasta el 1,4 del contenido natural de deuterio, en un pequeño número de etapas, antes de introducirlo en la instalación de destilación. Así, la alimentación de deuterio a la instalación de destilación queda duplicada, y el consumo de energía de la instalación destilatoria, para producir la misma cantidad de deuterio, se reduce a la
25. mitad.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica,
30. debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente



- indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con fecha 4 de julio de 1956, nº 20.678 acogiéndose, por lo tanto, a los
5. beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "Procedimiento para la producción de
10. agua pesada"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1º.- Procedimiento para la producción de agua pesada, caracterizado por comprender el aplicar un proceso de cambio, de temperatura doble, para obtener un producto enriquecido en deuterio con respecto a la alimentación
15. del proceso de cambio; el someter dicho producto a un ulterior enriquecimiento por un proceso de destilación y el volver a tratar en el proceso de cambio de temperatura doble, el desecho agotado en deuterio del proceso de destilación.
20. 2º.- Procedimiento según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el proceso de cambio, de temperatura doble, está constituido por un proceso de cambio amoniaco-hidrógeno.
25. 3º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el proceso de cambio, de temperatura doble, está constituido por un proceso de cambio agua-hidrógeno.
30. 4º.- Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones 1ª, 2ª o 3ª, caracterizado porque el producto enriquecido en deuterio es hidrógeno; dicho



hidrógeno se somete luego a un ulterior enriquecimiento, por destilación; el hidrógeno agotado en deuterio, de la destilación citada, vuelve a introducirse en el mencionado proceso de cambio de temperatura doble, y el hidrógeno producido, 5. ulteriormente enriquecido, de la mencionada destilación, se convierte en agua pesada.

5<sup>a</sup>.- Procedimiento para la producción de agua pesada; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

10. Esta memoria consta de doce hojas, escritas a máquina por una sola cara.

- 3 JUL. 1957

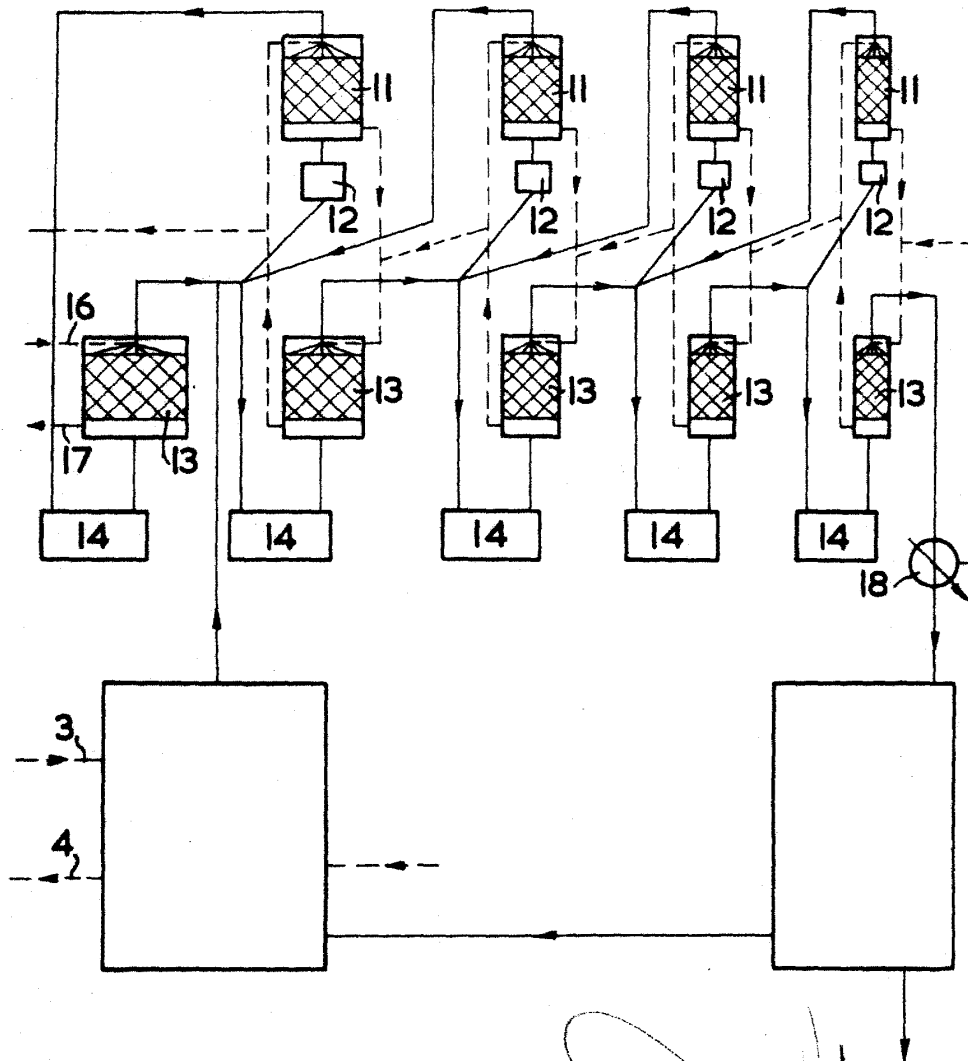
Madrid,

UNITED KINGDOM ATOMIC ENERGY AUTHORITY.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET  
P. P.

ESCALA VARIABLE.

3 JUL



Madrid, - 3 JUL 1957

J. GOMEZ ABERU  
P.P.

