

AÑO 1957

Expediente núm.



237182

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** Invención por **VEINTE** años, en España

a favor de **FRIEDRICH UHDE G.m.b.H.**,

de nacionalidad
alemania domiciliado en **Alemania**
calle de núm.

por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA EL ENRIQUECIMIENTO O, RESPECTIVAMENTE LA OBTENCION DE AGUA PESADA".

Nº 3019

Agente Sr. **Elzaburu**

16 AGO. 1957



237162

237162

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de FRIEDRICH UHDE G.m.b.H., entidad alemana, establecida en 10-12, Deggingstrasse, Dortmund, Westfalia, Alemania, por:
"UN PROCEDIMIENTO PARA EL ENRIQUECIMIENTO O, RESPECTIVAMENTE LA OBTENCION DE AGUA PESADA".-

El invento se refiere a un procedimiento para el enriquecimiento o, respectivamente la obtención de agua pesada en el curso de la síntesis del amoníaco, empleando el intercambio de isótopos entre amoníaco e hidrógeno gaseoso. Para el enriquecimiento o la obtención de agua pesada en el curso de la síntesis del amoníaco se pone en contacto con agua en su camino hacia la síntesis, para el intercambio de isótopos, y de este modo enriquece continuamente al agua con deuterio.

En este procedimiento la constante de equilibrio en el permutador de isótopos es relativamente baja y el gas de síntesis producido en la instalación de síntesis arrastra todavía una parte considerable del deuterio.

Se sabe también que es posible una permutación de isótopos

237162



entre hidrógeno gaseoso y amoníaco gaseoso.

El invento hace uso de esta modalidad de la permutación de isótopos y propone poner en permutación isotópica el hidrógeno de partida con una parte del amoníaco producido a partir de él y convertir en agua el amoníaco enriquecido de tal modo en deuterio, por ejemplo, quemándolo catalíticamente para producir óxido de nitrógeno y agua.

También se puede enriquecer más con hidrógeno como participante el amoníaco enriquecido en deuterio en el camino a través de columnas de permutación calientes y frías y transformar y obtener de tal modo el deuterio en agua por combustión en óxido de nitrógeno y agua o por intercambio isotópico entre amoníaco y agua.

Por este procedimiento se utiliza en primer lugar la mayor diferencia de concentración entre las dos fases llevadas al intercambio isotópico y, con ello se consigue un rendimiento considerablemente mayor en agua enriquecida en deuterio que en los procedimientos conocidos.

Por otra parte, se evita el inconveniente resultante de la fuerte sensibilidad al nitrógeno de las instalaciones conocidas, en las cuales el amoníaco que se forma en presencia de nitrógeno deteriora y bloquea el catalizador, pues el procedimiento según el invento es en sí mismo insensible al nitrógeno por la peculiaridad de su desarrollo.

Por el hecho de que el amoníaco de la síntesis es generado desde el hidrógeno retirado en la cabeza de la columna de permutación de isótopos, la concentración en deuterio del amoníaco corresponde imperativamente a la concentración en deuterio de este hidrógeno, de modo que la síntesis del amoníaco ejerce en este caso una acción análoga a la del condensador de reflujo en



237162

las columnas de rectificación. Por consiguiente, puede conseguirse una eliminación de deuterio por lavado en la columna de intercambio de isótopos, de manera que el amoníaco producido en la instalación de síntesis está prácticamente exento de deuterio.

5 El agua enriquecida en deuterio, obtenida en la combustión catalítica del amoníaco enriquecido en deuterio para obtener óxido de nitrógeno y agua, se alimenta convenientemente a una etapa de alta concentración. El agua allí resultante, empobrecida en deuterio, caso de que todavía sea más rica en deuterio que el
10 agua natural, se devuelve a la instalación para generar el hidrógeno de partida. Empleando el intercambio isotópico entre amoníaco e hidrógeno de partida la constante de equilibrio en el permutador isotópico es esencialmente más alta que en las instalaciones conocidas hasta ahora que trabajan con la permutación
15 isotópica entre hidrógeno gaseoso y agua natural. Con ello resultan entre las dos fases mayores diferencias de concentración y las ventajas a ello inherentes.

Otra ventaja del procedimiento de acuerdo con el invento reside en el hecho de que el amoníaco en la columna de permutación isotópica ejerce una acción de-puradora sobre materias (venenos catalíticos, como, por ejemplo H_2O) eventualmente existentes en el gas de síntesis y dañinas para el catalizador de contacto de la síntesis, de modo que el gas de síntesis, al contrario de lo que ocurre con el actual tratamiento, puede ser entregado al ciclo de síntesis delante de los hornos de amoníaco.
20
25

En el procedimiento según el invento puede trabajarse con concentración reducida del gas de partida antes del permutador isotópico y se obtiene una concentración alta del concentrado alimentado al horno de combustión, pudiendo lograrse un rendimiento material de aproximadamente 100% en la práctica.
30

237162



El intercambio isotópico entre amoníaco e hidrógeno puede tener lugar en la fase gaseosa. Especialmente convenientes, sin embargo, el intercambio isotópico entre amoníaco líquido y gas hidrógeno en un lecho de contacto o con ayuda de una sustancia de contacto suspendida en el líquido, por ejemplo, amida potásica. Si al trabajar con suspensión de contacto se inserta un filtro o similar a la salida del amoníaco enriquecido en deuterio, es posible entonces hacer circular constantemente la sustancia de contacto prácticamente sin pérdidas en el permutador de isótopos.

El dibujo muestra un esquema de una instalación para la ejecución del procedimiento según el invento.

Con 1 se representa una instalación cualquiera para la generación de hidrógeno, a la que es alimentada agua a través de la tubería 2.

En la instalación 1 existen, por ejemplo, electrolizadores, instalaciones generadoras de gas de agua y/o instalaciones de conversión de CO, instalaciones de separación de hidrocarburos, pudiendo también contener el producto inicial hidrógeno libre.

El hidrógeno gaseoso procedente de la instalación 1, llega a través de la tubería 3 al permutador isotópico 4 y desde allí, completamente empobrecido en deuterio, a la síntesis 6 por la tubería 5. Del amoníaco generado en la síntesis una parte es devuelta por la tubería 7 al permutador isotópico y allí se enriquece en deuterio. El amoníaco así enriquecido llega a través de la tubería 9 a una cámara de combustión 10, donde es quemado para generar óxido de nitrógeno y agua enriquecida en deuterio.

El agua enriquecida llega por la tubería 11 por ejemplo a una instalación de alta concentración 12, devolviéndose adecuadamente el agua empobrecida a través de la tubería 13 a la tubería 2,

37162



caso de que sea aún más rica en deuterio que el agua natural.

Evidentemente que es posible omitir la instalación de alta concentración y retirar directamente de la tubería 11 el agua enriquecida en deuterio. En ciertos casos puede sobrar también la devolución del agua empobrecida por la tubería 13 a la tubería 2.

Empleando una sustancia de contacto que circula con el amoníaco líquido, puede preverse a la salida del amoníaco de la columna de permutación de isótopos un dispositivo 14 separador para la sustancia de contacto, la cual es devuelta por la tubería 15 a la cabeza de la columna permutadora isotópica en la tubería 7.

EJEMPLO

Según el procedimiento del invento, debe obtenerse agua pesada en una fábrica de nitrógeno proyectada para 48.000 tdas/ anuales de nitrógeno.

De la síntesis de amoníaco se retira 25% del amoníaco y se conduce a la columna permutadora isotópica, la cual trabaja a 252. Previamente y por vía destilativa, el amoníaco puede liberarse del agua que contenga, aprovechándose el calor de vaporización del amoníaco para la generación de frío, por ejemplo, para enfriar ácido nítrico o para el enfriamiento en la separación del amoníaco procedente de la síntesis del amoníaco. El amoníaco así depurado recibe la adición de la sustancia de contacto, por ejemplo, amida potásica, y esta mezcla se lleva a la columna de permutación isotópica. El amoníaco extrae en ella el deuterio del hidrógeno del gas de síntesis y se enriquece entonces en deuterio hasta el fondo del permutador isotópico, en unas 9,6 veces, referido a la concentración natural en deuterio del hidrógeno de 0,0143. Después de abandonar el permutador isotópi-

237162

168



co, el amoníaco es separado por vía destilativa de la amida potásica y la misma es añadida de nuevo al amoníaco que entra en la columna. Por el hecho de que la sustancia de contacto contiene aún 100% de humedad, la concentración en deuterio de la mezcla es elevada del múltiplo 0,36 al múltiplo 0,801 de la concentración natural en la cabeza del permutador isotópico.

El amoníaco libertado de catalizador es quemado catalíticamente en la forma usual para dar monóxido de nitrógeno. El agua de reacción es separada en un condensador y conducida a la alta concentración, configuradas como sistema calor-frío. Se obtiene entonces, en el caso presente, 20% de la cantidad de deuterio contenido en el agua de reacción. El agua empobrecida de nuevo en deuterio procedente de la instalación de alta concentración es añadida al agua nueva de la instalación de generación de hidrógeno. El rendimiento total de la instalación es del 64%.

La cantidad de agua nueva añadida a la instalación de generación de hidrógeno asciende a 7940 Kg/h y la cantidad de agua pesada producida a 7 toneladas, al año.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Alemania, con fecha 17 de Agosto de 1956, bajo el número U 4070 IVa/121, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

NOTA

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

12. - Un procedimiento para el enriquecimiento o, respectivamente la obtención de agua pesada en el curso de la síntesis

237162



de amoníaco empleando permutación isotópica entre amoníaco y gas hidrógeno, caracterizado porque el hidrógeno de partida se pone en permutación isotópica con una parte del amoníaco producido y el amoníaco enriquecido así en deuterio se trabaja para obtener agua.

22. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 1, caracterizado porque el amoníaco enriquecido en deuterio se quema catalíticamente para obtener óxido de nitrógeno y agua.

32.- Un procedimiento según se reivindica en los puntos 1 ó 2, caracterizado porque el agua enriquecida en deuterio obtenida por la combustión se alimenta a una fase de alta concentración.

42. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 3, caracterizado porque el agua empobrecida en deuterio, que resulta en la fase de alta concentración, es devuelta a la instalación para la generación del hidrógeno de partida.

52. - Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque el intercambio isotópico entre amoníaco e hidrógeno se realiza en la fase gaseosa.

62. - Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 4, caracterizado porque el intercambio isotópico se realiza entre amoníaco líquido y gas hidrógeno en presencia de una sustancia de contacto.

72. - Un procedimiento según se reivindica en los puntos 5 ó 6, caracterizado porque el intercambio isotópico se realiza en un lecho de contacto.

82. - Un procedimiento según se reivindica en los puntos 7, caracterizado porque el intercambio isotópico entre amoníaco e hidrógeno se realiza por medio de una suspensión de una sustancia de contacto con el líquido.

237162



99. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 8, caracterizado porque en la salida del amoniaco del permutador isotópico se separa por filtración la sustancia catalítica y se devuelve, preferentemente, al permutador isotópico.

5 100. - Un procedimiento para el enriquecimiento, o respectivamente, la obtención de agua pesada.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

10 Esta Memoria consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

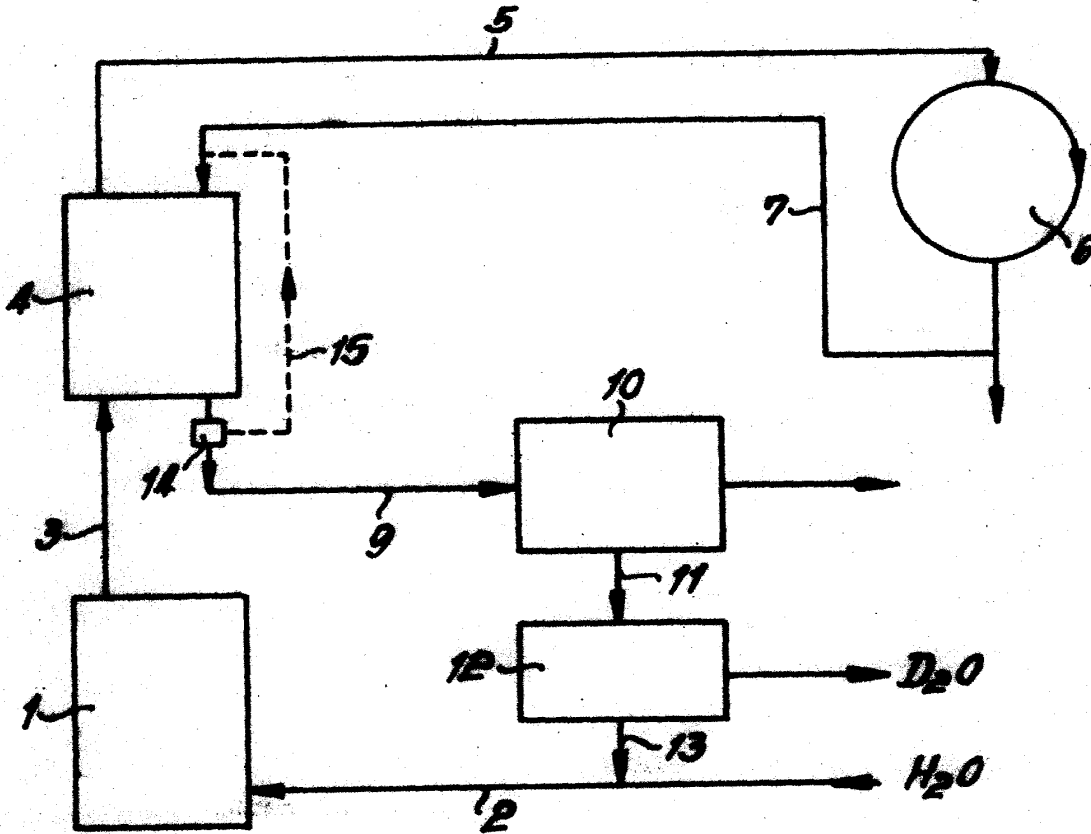
16 AGO. 1957

P.A.

Alberto de Elizaburu

Por medio de

237162



Erberto de Elsbury