



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 42225

120, 23/00
Kl. 12 i, 27

Zakłady Azotowe im. Pawła Findera *)

Chorzów, Polska

Sposób otrzymywania helu i neonu z koncentratów helowo-neonowych zawierających azot i wodór

Patent trwa od dnia 16 grudnia 1957 r.

Rozdział mieszaniny helowo-neonowej pozbawionej azotu i wodoru przeprowadza się dotychczas sposobem wymrażania ciekłym wodorem neonu z mieszaniny helu i neonu lub metodą adsorpcyjną. Sposób wymrażania ciekłym wodorem daje czysty hel i neon, lecz jest niebezpieczny z powodu łatwości z jaką wodór może się zanieczyścić i spowodować wybuch. Metoda adsorpcyjna polega na użyciu węgla aktywnego jako adsorbenta, na którym w niskiej temperaturze lepiej adsorbuje się neon. Podczas desorpcji ulatniają się kolejno mieszaniny coraz to bogatsze w neon, aż w końcu desorbują neon o czystości 99,4%. Otrzymuje się około 10% neonu o czystości 99,4% oraz 10% neonu o czystości 98,8%. Czystego neonu przy tej metodzie nie można uzyskać.

Sposób według wynalazku nie wymaga czystej mieszaniny helowo-neonowej lecz koncentratów zawierających około 70—80% $Ne + He$, kilkana-

ście procent N_2 oraz kilka procent H_2 . Koncentrat przeprowadza się przez długą kolumnę termochromatograficzną, napełnioną węglem aktywnym jako adsorbentem i oziębioną ciekłym azotem lub ciekłym tlenem. Przed rozpoczęciem rozdziału w kolumnie wytwarzają się niskie ciśnienie około 0,1 mm słupa rtęci. Co kilka cykli produkcyjnych aktywuje się adsorbent przez ogrzanie do temperatury około 150—160°C i usunięcie zaadsorbowanych resztek gazów przez odpompowanie. Cykl produkcyjny składa się z trzech faz. W czasie pierwszej fazy rozdziału, która trwa od rozpoczęcia doprowadzania mieszaniny na kolumnę aż do osiągnięcia ciśnienia atmosferycznego lub przy innym wariacie do ciśnienia 4—5 atm, na węglu adsorbują się neon, wodór i azot. Hel adsorbują się tylko nieznacznie. Z chwilą osiągnięcia w kolumnie odpowiedniego ciśnienia rozpoczyna się druga faza rozdziału polegająca na dalszym doprowadzeniu mieszaniny na kolumnę i jednoczesnym odprowadzaniu z kolumny nie adsorbującego się helu poprzez

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest dr Emil Zieliński.

termokonduktometryczny analizator gazu. Analizator ten ma specjalną konstrukcję, polegającą na zastosowaniu opornicy dekadowej w jednym z oporów mostka. Dzięki temu można dokładnie określić skład desorbującego się gazu, gdyż zasięg i dokładność wskazań analizatora zostaje znacznie polepszona. Analizator cechuje się mieszaninami $He + Ne$, $H_2 + Ne$ oraz $H_2 + N_2$. W czasie przeprowadzania rozdzielania desorbującego się gazu są prawie stale mieszaninami dwuskładnikowymi, co umożliwia zastosowanie tego rodzaju analizatora. Przepływający przez kolumnę hel spełnia rolę gazu rozwijającego chromatogram. Z chwilą, gdy analizator wykazuje zmianę składu gazu, przerywa się dopływ mieszaniny na kolumnę i rozpoczyna się trzecią fazę produkcji. Przez powolne podwyższanie temperatury kolumny dzięki zmniejszeniu jej zanurzenia w ciekłym azocie od strony wlotowej gazu, gazy zaadsorbowane na początku kolumny (azot i wodór) desorbują się, lecz natrafiwszy w dalszej części kolumny na oziębiony węgiel aktywny rugują z niego hel i neon, a następnie neon czysty, co wykazuje analizator. Desorbującą się mieszaninę helu z neonem oraz neon czysty zbiera się do oddzielnych gazometrów. Rolę eluenta spełniają wodór i azot. Podwyższanie temperatury kolumny ułatwia desorpcję tych gazów. Z chwilą, gdy kolumna zostaje prawie całkowicie ogrzana, zaczyna desorbować wodór z domieszką neonu i azotu. Desorpcję wodoru, a następnie i azotu wykazuje natychmiast analizator gazu. Gazy te można zebrać do osobnych gazometrów. Wydajność sumaryczna czystego helu i neonu wynosi 65—70% przy stosowaniu ciekłego tlenu, a 85—90% przy stosowaniu ciekłego azotu w przeliczeniu na całkowitą zawartość helu i neonu w koncentracie wyjściowym.

P r z y k ł a d. Mieszaninę gazów stanowiącą koncentrat helowo-neonowy o składzie 16% He , 58% Ne , 3% H_2 i reszta N_2 wprowadzono na zaktywowaną napełnioną węglem aktywnym kolumnę oziębioną ciekłym azotem. Z chwilą gdy ciśnienie osiągnęło 1 atm. rozpoczęto odprowadzanie helu małą prędkością tak, aby ciśnienie w kolumnie stopniowo wzrastało. Gdy analizator wykazał zmianę składu gazu, a ciśnienie w kolumnie osiągnęło 3 atm., wstrzymano do-

pływ koncentratu i rozpoczęto ogrzewanie kolumny od strony wlotowej, przy czym pozostała część kolumny była nadal ziębiona. Desorbowała się początkowo mieszanina helu i neonu, rugowana przez wodór i azot. Ponieważ odprowadzanie mieszaniny odbywało się z małą prędkością, ciśnienie w kolumnie wzrosło do 5 atm., w momencie gdy analizator wykazał, iż desorbuje się czysty neon. Z tą chwilą desorpcję przyspieszono przez zwiększenie dopływu neonu i zwiększenie szybkości ogrzewania. Analizator przez cały czas desorpcji neonu wykazywał niezmienny skład gazu. Pod koniec ogrzewania analizator wykazał gwałtowną zmianę jakości gazu, gdyż desorbował się wodór a następnie azot. Otrzymane frakcje zbierano w zależności od wskazań analizatora w oddzielnych gazometrach. Otrzymana ilość helu, neonu i mieszanki helowo-neonowej wyniosła 89% w przeliczeniu na ogólną ilość helu i neonu zawartych w gazie wyjściowym.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób otrzymywania helu i neonu z koncentratów helowo-neonowych zawierających azot i wodór, znamienny tym, że rozdzielanie dokonuje się w długiej kolumnie termochromatograficznej napełnionej adsorbentem oziębioną do temperatury ciekłego azotu, przy czym hel i częściowo neon wykorzystany jest do rozwijania chromatogramu, zaś wodór i azot wykorzystane są jako eluenty w czasie powolnego ogrzewania kolumny od strony wlotowej gazów.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że skład desorbujących się gazów określa się za pomocą termokonduktometrycznego analizatora gazu z opornicą dekadową w układzie mostkowym, pozwalającego na dowolną zmianę zakresu pomiaru składu gazu w czasie trwania cyklu produkcyjnego.

Z a k ł a d y A z o t o w e
i m. P a w ł a F i n d e r a

Zastępca: mgr inż. Witold Hennel,
rzecznik patentowy