

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Razred 12 (4)

Izdan 1 oktobra 1933.

## PATENTNI SPIS ŠT. 10406

**Gesellschaft für Linde's Eismaschinen A. G., Höllriegelskreuth bei München, Nemčija.**

Postopek za pridobivanje sestavin zraka z višjim vreliščem od kisikovega.

Prijava z dne 20. oktobra 1932.

Velja od 1. aprila 1933.

Zahtevana prvenstvena pravica z dne 14. novembra 1931. (Nemčija).

Znano je, da se od sestavin zraka, katere imajo višje vrelišče kot kisik — v sledečem opisu bodo te sestavine na kratko označene s »kripton« — pri razstavljanju zraka potom nizke ohladitve zopet najde v tekočem kisiku izparilne posode samo majhen del. Pretežni del kriptona je vsebovan v odhajajočem plinastem kisiku in sicer v približno petkratni koncentraciji napram atmosferičnemu zraku. Predlagano je že bilo, da naj se kripton iz plinastega kisika pridobiva potom selektivne absorpcije na oglje ali silika-gel, vendar ima ta postopek znatne nedostatke, izmed katerih naj bodo samo omenjena diskontinuiteta postopka, razmeroma majhna sprejemljivost adsorpcijskih sredstev za kripton pri njegovem majhnem parcijalnem tlaku in težavem izgon in nadelava adsorbata. Predlagano je tudi že bilo pridobivanje kriptona iz tekočega kisika, ki izpada v izparilni posodi aparata za razstavljanje zraka. Pri tem pa se iz zgoraj omenjenih razlogov ne more doseči kvantitativno pridobivanje kriptona, nadalje se pri rektifikaciji tekočine pojavijo težkoče vsled hitrega prevlečenja tal (dna) s čvrstimi onečistinami, kakor je led in trdna ogljikova kislina, katere se nahajajo v tekočem izhodnem kisiku.

Vsem tem nedostatkem se izognemo s predmetnim postopkom. Našlo se je namreč, da se more pridobivati kripton v najvišji koncentraciji in splenu, ako se iz plinastega kisika izpira s kriptona prostim kisikom v protitoku. Ta rezultat je

bil tembolj presenetljiv, ker se že a priori ni zdelo verjetno, da bi se snov, ki se nahaja v plinu v skrajno majhni koncentraciji, približno 5 delov pro milijon, mogla pridobivati z dobrim splenom potom tehniških izpiralnih metod.

Kljub temu se posreči izpiranje kriptona na zelo zadovoljiv način, ako se glasom izuma izvede v zelo dobro učinkujočem rektifikacijskem stebru. Pri tem se glasom predmetnega izuma doseže bistveno boljše in enakomernejše delovanje izpiralne priprave s tem, da se kot izhodna snov uporablja plinast kisik, kajti ta ne vsebuje več nikakšnih onečistin, ki bi se mogle v trdni obliki izločevati na rektifikacijskih tleh.

Da se posreči postopek, je bistvena uporaba kriptona proste ali praktično kriptona proste izpiralne tekočine. V to svrhu se more uporabljati pri razstavljanju zraka pridobivani dušik v tekoči obliki, ker ima le-ta izmed vseh sestavin zraka napram kriptonu največjo vrelni diferenco. Ker pa pri izpiralnem procesu dospe v kisik, proizvajan pri razstavljanju zraka, in torej tega v močni meri onečisti, se glasom izuma uporablja kriptona prost kisik kot izpiralna tekočina, ki se proizvaja s tem, da se en del kisika pri razstavljanju zraka potom nizke ohladitve utekočini v zgornjem delu izpiralne priprave.

Protitokno izpiranje kriptona iz plinastega kisika se izvrši najenostavnejše v navpično stoječem svežnju cevi, v katerega kisik, ki izstopa iz izparilne posode aparata za razstavljanje zraka, spodaj vsto-



pa v plinastem stanju s približno vrelnu temperaturo. Sveženj cevi se od zunaj na primeren način hladi, smotreno potom odhajajočega mrzlega dušika, katerega množina in temperatura zadoščata za tvoritev zadostnih množin izpiralne tekočine. Z enakim učinkom se more povzročiti tvoritev izpiralne tekočine tudi v kondenzatorju, kateri se nahaja na glavi izpiralnega stebra in v katerega se pošilja tekoč zrak ali tekoč dušik itd.

S posebnim uspehom se kot izpiralna priprava uporablja dobro delujoč rektifikacijski steber, v katerega vstopa od spodaj kisikova para, prihajajoča od izparilne posode, dočim se na glavi stebra nahaja kondenzator. V tem slučaju je izpiranje v sled višje stopnje učinka stebra še boljše.

Nadaljno nabogatenje izpiralne tekočine na kriptonu se more najenostavnejše izvršiti na ta način, da se izpirana tekočina iz izpiralne priprave zopet vodi nazaj v izparilno posodo kisika aparata za razstavljanje zraka. Pri tem se kripton bolj in bolj nabogati v tekočem kisiku izparilne posode, kateri se na koncu obratovne perijode aparata za razstavljanje odvzema in predeluje na čisti kripton.

Druga možnost nabogatenja, katera ima to prednost, da daje kripton s samovoljno naravnano koncentracijo, obstoja v tem, da se tekoči kisik, čim zapusti izpiralni steber, dovede rektifikacijskemu stebri, ki se smotreno nahaja pod izpiralnim stebrom in je kurjen od spodaj. Iz tega dodatnega stebra uhajajoče pare se zopet vodijo nazaj spodaj v izpiralni steber. V tem slučaju je treba radi kvantitativnega pridobivanja kriptona na koncu obratovne perijode aparata za razstavljanje izpariti tudi tekoči kisik izparilne posode v rektifikacijskem stebri, ali pa se pusti trajno obenem vstopati majhno množino tekočega kisika iz izparilne posode v dodatni steber, da se prepreči nabogatenje kriptona v kondenzatorju.

Izvedba postopka naj bo v naslednjem opisana na podlagi dveh primerov, pri čemer sta obravnavana dva specialna slučaja.

V sl. 1 pomenja 1 tlačni steber, 2 zgornji steber in 3 izparilno posodo s kondenzatorjem aparata za razstavljanje zraka. Plinasti, kripton vsebujoči kisik, kateri pri 4 izstopa iz izparilne posode, se vodi v navpično stoječi sveženj 5 cevi, skozi katerega plašč 6 struja proizvajani plinasti dušik, ki izstopa pri 8. Ker je dušik za 13° hladnejši od kisika in ker je njegova množina prilično štirikrat večja od množine kisika, se vrši v zgornjem delu svežnja 5 izdatna kondenzacija kisika. Nasproti plin-

skemu toku nazaj tekoča tekočina izpira iz dvijagočega se plinastega kisika kripton in se pri tem večinoma zopet izpari in s tem nabogati na kriptonu. Ker se je v zgornji del svežnja cevi dospevajoči plinasti kisik osvobodil kriptona vsled opisanega izpiranja, se torej z opisano razporedbo posreči proizvajati v zgornjem delu kondenzatorja kriptona prosto izpiralno tekočino. Kripton vsebujoča izpiralna tekočina teče skozi 4 v izparilno posodo 3 nazaj; tam se vrši nadaljno progresivno nabogatenje kriptona. Na koncu obratovne perijode aparata za razstavljanje se tekočina izparilne posode, katera praktično vsebuje celokupni kripton predelovanega zraka, odvzema pri 9 in se na znani način predeluje v čisti kripton.

Pri delovnem načinu glasom sl. 2 se vrši izpiranje in nabogatenje kriptona v rektifikacijskih stebrih. Kripton vsebujoči kisik, ki izstopa iz izparilne posode 3 aparata za razstavljanje, se uvaja v izpiralni steber 4, kateri ima rektifikacijska tla (dna). Kondenzacija kriptona proste izpiralne tekočine se izvrši tu v zgoraj nameščenem kondenzatorju 5, ki se hladi s tekočim dušikom. Slednji se dovaja skozi ventil 8. Učinkovanje stebra 4 odgovarja v principu opisanemu učinkovanju svežnja 5 cevi (sl. 1). Tekoči kisik ki vsebuje kripton in prihaja na vznožje stebra 4, se dovaja pod stebrom 4 nahajajočemu se stebri 6 za nabogatenje in se tamkaj dalje koncentrira, kurjenje tega stebra se vrši s komprimiranim zrakom, katerega množina se reguliše z ventilom 9. Visoko koncentrirani kripton se more iz izparilne posode 7 odvzeti v plinastem stanju pri 10 ali pa tudi v tekočem stanju. Pri nazadnje opisanem delovnem načinu je mogoče dobivati kripton v kontinuirnem toku in v koncentraciji, ki se more poljubno regulirati.

Delovanje stebra 4 s kondenzatorjem 5 naj bo na enem primeru še natančnejše obrazloženo.

Predpostavlja naj se, da iz posode 3 v steber 4 vstopa 100 m<sup>3</sup> plinastega, kripton vsebujočega kisika, in da je s to paro v ravnotežju tekočina z 10-kratno kriptonovo koncentracijo. Ako naj iz stebra 4 v steber 6 navzdol tekoča tekočina vsebuje ves kripton, tedaj mora njena množina znašati 10 m<sup>3</sup>, t. j., če se smatrata izparilni toploti kriptona in kisika ko enaki, se mora v kondenzatorju 5 kondenzirati 10 m<sup>3</sup> kisika.

Ako se priprava stavi v pogon, tedaj najprej kondenzira v kondenzatorju 5 krip-



ton vsebujoča tekočina in sicer bo prva kondenzirajoča kaplja odgovarjajoče ravnotežju vsebovala 10-kratno kriptonovo kondenzacijo, kakor izhodni kisik; tekom nadaljne kondenzacije pa mora vsled tega, ker postaja plinska faza postopoma vedno bolj revna na kriptonu, izpadati na kriptonu vedno revnejši kondenzat. V splošnem bo torej takoj po stavljanju v pogon v kondenzatorju izpadajoča tekočina sicer vsebovala kripton, vendar pa bo kripton vsebovala v manjši koncentraciji kakor odgovarja kripton vsebujočemu kisiku, ki vstopa v steber. Pri curljanju skozi steber navzdol se mora ta tekočina dovesti v ravnotežje z dvigajočimi se parami, t. j. iz pare vzprejemati kripton, dočim se istočasno iz pari ekvivalentna množina kisika. Sedaj v kondenzator 5 prihajajoče pare bodo torej že revnejše na kriptonu kakor v pričetku, kar velja tudi za nastajajoči kondenzat. Dvigajoče se pare postajajo postopoma vedno revnejše na kriptonu, dokler v stanju vztrajanja slednjič more prihajati v kondenzator 5 samo še kripton prost kisik, v katerem se kondenzira 10 m<sup>3</sup> kripton prostega kisika, dočim 10 delov kisika s celokupnim kriptonom, ki se je nahajal v izhodnem kisiku, spodaj zapušča steber.

Delovni način glasom sl. 2 je samo z ozirom na konstrukcijo drugačen, učinek pa je isti.

Pri nekem starejšem postopku se kripton vsebujoči kisik dovaja v tekoči obliki zgoraj nekemu stebri. Odhajajoče pare morajo biti s to tekočino v ravnotežju, torej morajo vsebovati kripton, tako da se mora znaten del kripton izgubiti s parami. Temu nasproti pa je s tem novim po-

stopkom prvičkrat omogočeno, da se pridobiva celokupni v zraku vsebovani kripton.

Nadaljna prednost novega postopka obstoja v tem, da se pri uporabi plinastega kisika kot izhodnega materiala ne morejo prevleči tla z onečistinami, ker ta izhodni material ne vsebuje več nikakšnih dokazljivih sledov motečih onečistin.

Opisani postopek dopušča kontinuirno in kvantitativno pridobivanje kripton iz zraka v dosedaj nedoseženi koncentraciji ter se more izvajati z najenostavnejšimi sredstvi in malenkostnimi obratovalnimi stroški. Obenem s kriptonom se pridobivajo uvodoma omenjene snovi, katere imajo višje vrelišče kakor kisik, zlasti tudi ksenon.

#### Patentni zahtevi:

1. Postopek za pridobivanje sestavin zraka z višjim vreliščem od kisikovega pri razstavljanju zraka potom nizke ohladitve, označen s tem, da se pri razstavljanju zraka potom nizke ohladitve pridobivani plinasti kisik, ki vsebuje na pr. kripton in ksenon, podvrže protitočnemu izpiranju s praktično kripton prostim tekočim kisikom, kateri se potom rektifikacije izhodnega kisika ob kondenzaciji kripton vsebujočega kisika pridobiva v zgornjem delu izpiralne priprave.

2. Postopek po zahtevu 1, označen s tem, da se nabogatenje dobljene izpiralne tekočine vrši s tem, da se slednja napelje nazaj v izparilno posodo aparata za razstavljanje, ali pa se vrši nabogatenje v posebnem dodatnem stebri, ki smotreno stoji pod izpiralnim stebrom in iz katerega se pare zopet vodijo nazaj v izpiralni steber.







Fig.1

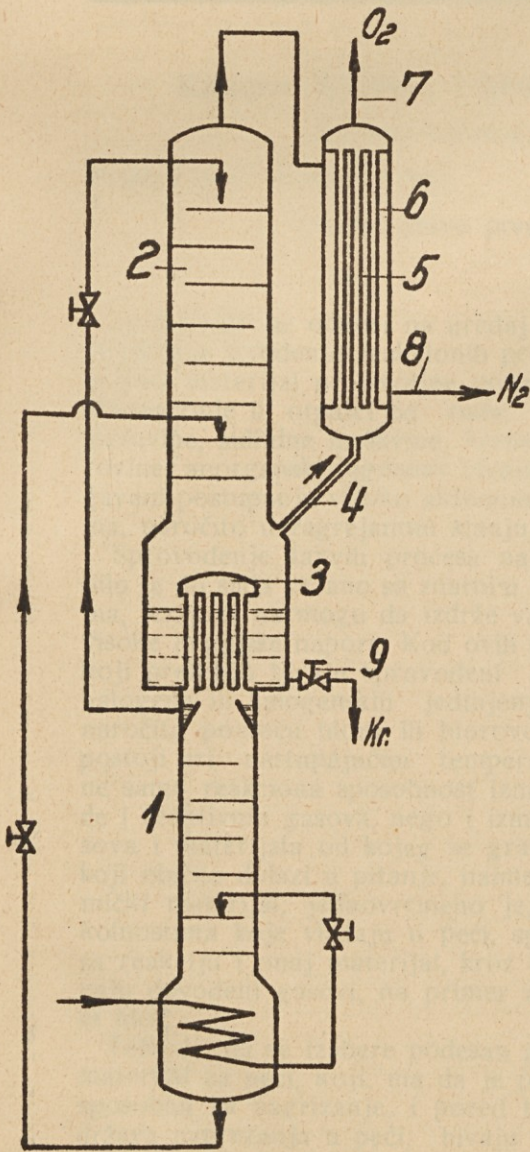


Fig.2

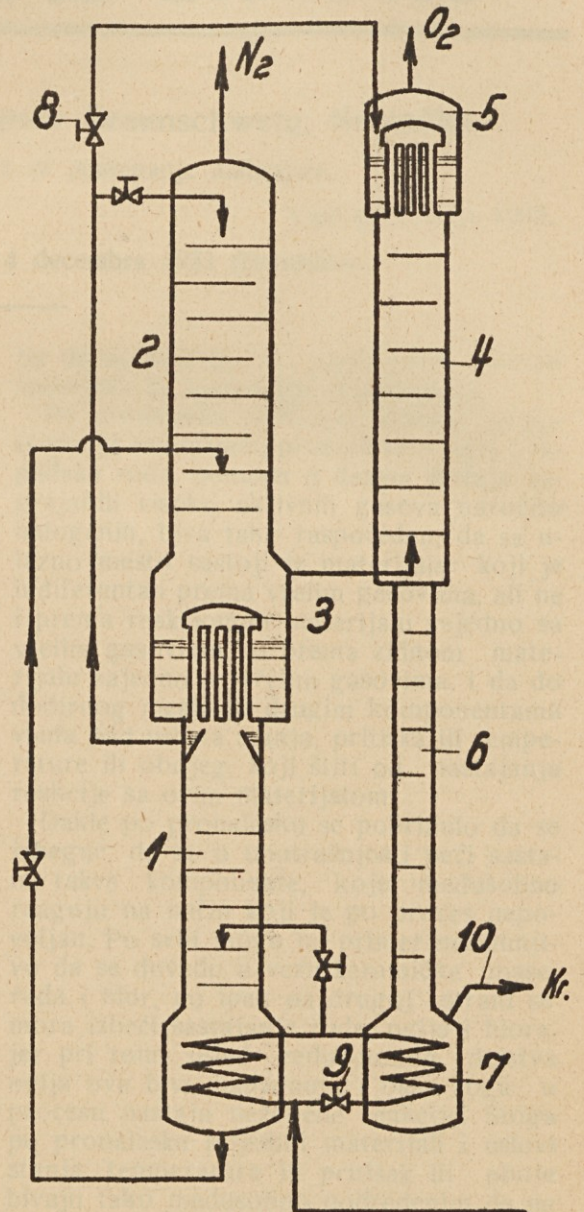




Fig. 1

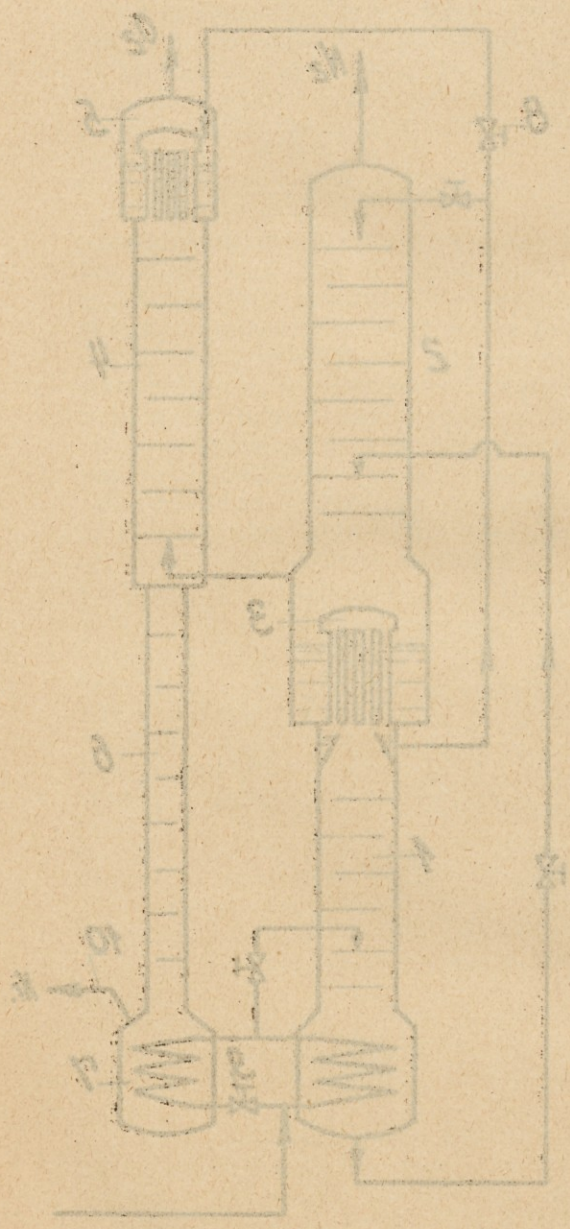


Fig. 2

