



127972

127972

C/L.

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de invención por veinte años, por: " Procedimiento para la obtención de los elementos del aire con punto de ebullición más alto que el oxígeno " a favor de la r. s. GESELLSCHAFT FÜR LINDE'S EISMASCHINEN A. G., residente en Höllriegelskreuth b. München (Alemania).-



5 Es sabido que de los elementos del aire que poseen un punto de ebullición más alto que el oxígeno -denominados a continuación brevemente por "krypton"- sólo una pequeña parte se vuelve a encontrar en el oxígeno líquido del recipiente de evaporación al descomponer el aire por enfriamiento profundo. La mayor parte del krypton está contenido en el oxígeno gasiforme que se escapa y precisamente con una concentración unas 5 veces mayor que en el aire



1932

197 72

- 2. -

atmosférico. Ya se ha propuesto obtener el krypton del oxígeno gasiforme por absorción selectiva en carbón o en gel de sílice, pero este procedimiento tiene inconvenientes considerables, de los que únicamente la discontinuidad del procedimiento, la fijación relativamente pequeña del medio absorbente para el krypton con su pequeña presión parcial y la difícil expulsión y elaboración de la porción absorbida bastarán para probarlo. Se ha propuesto ya también obtener el krypton del oxígeno líquido que se presenta en el recipiente de evaporación del aparato para descomponer el aire, pero por los motivos arriba apuntados no puede lograrse así la obtención cuantitativa del krypton y además en la rectificación del líquido se presentan dificultades por la descomposición rápida de los fondos por las impurezas sólidas, como hielo y ácido carbónico sólido contenidas en el oxígeno líquido de partida.

Todos estos inconvenientes se suprimen gracias al presente procedimiento, En efecto, se ha descubierto que el krypton puede obtenerse con elevadísima concentración y rendimiento cuando del oxígeno gasiforme se le separa por lavado en contracorriente con oxígeno exento de krypton. Este resultado era tanto más sorprendente cuanto que de antemano parecía inverosímil el poder obtener con buen rendimiento y por los métodos técnicos de lavado una substancia contenida en un gas en la pequeñísima concentración de sólo unas 500 partes por millón.

A pesar de esto la separación del krypton por lavado se realiza en forma muy satisfactoria cuando se practica según el invento en una columna rectificadora de acción muy buena. Según el presente método se logra un trabajo mucho mejor y más uniforme del dispositivo de lavado por el hecho de que el material de partida empleado es el oxígeno gasiforme, pues éste no contiene impurezas que pueda separarse en forma sólida sobre los fondos de la rectificación.

Para el éxito del procedimiento es esencial el empleo



de un líquido de lavado exento o prácticamente exento de krypton. Para esto puede emplearse el oxígeno obtenido en forma líquida en la descomposición del aire, pues este oxígeno presenta la diferencia máxima en la ebullición de todos los elementos del aire respecto al krypton. Pero como en el proceso de lavado llega al oxígeno preparado en la descomposición del aire y así lo impurifica en alto grado, según el invento se emplea como líquido de lavado oxígeno exento de krypton el cual se obtiene liquidando una parte del oxígeno en la descomposición del aire mediante enfriamiento profundo en la parte superior del dispositivo de lavado.

La separación del krypton del oxígeno gasiforme por el lavado en contracorriente se realiza en forma sencillísima en un haz tubular vertical en el que el oxígeno saliente del recipiente de evaporación del aparato para descomponer el aire penetra por abajo en forma de vapor con la temperatura aproximada de la ebullición. El haz tubular se enfría exteriormente en forma adecuada, con preferencia mediante el nitrógeno frío saliente, cuya cantidad y temperatura bastan para formar suficientes cantidades de líquido de lavado. Con el mismo efecto puede realizarse la preparación del líquido de lavado en un condensador situado en la cabeza de la columna lavadora y cargado con aire líquido o con nitrógeno líquido etc.

Ofrece especiales ventajas emplear como dispositivo lavador una columna rectificadora de buen funcionamiento, en la que entra por abajo el vapor de oxígeno procedente del recipiente de evaporación, mientras que en la cabeza de la columna se encuentra un condensador. En este caso resulta todavía mejor el lavado por efecto del rendimiento más elevado de la columna.

El ulterior enriquecimiento del líquido lavador en krypton puede realizarse en la forma sencilla volviendo a llevar el líquido lavador desde el dispositivo de lavado al recipiente de evaporación del oxígeno del aparato de descomposición del ai-



re. Así el krypton se enriquece cada vez más en el oxígeno líquido del recipiente de evaporación, el cual se extrae al final del periodo de servicio del aparato de descomposición y se trabaja en krypton puro.

5

Otra forma posible de enriquecimiento, la cual ofrece la ventaja de proporcionar continuamente krypton de la concentración que se quiera, consiste en que el oxígeno líquido después de abandonar la columna de lavado se lleva preferentemente a una columna de rectificación colocada bajo la anterior y la cual se calienta por abajo. Los vapores que escapan de esta columna adicional se tornan de nuevo por abajo a la columna lavadora. En este caso para la obtención cuantitativa del krypton al final del periodo de servicio del aparato de descomposición el oxígeno líquido del recipiente de evaporación se evaporará también en la columna de rectificación o una pequeña cantidad de oxígeno líquido se hará entrar constantemente desde el recipiente de evaporación a la columna adicional, para impedir todo enriquecimiento de krypton en el condensador.

10

15

20

La práctica del procedimiento se describirá a continuación valiéndonos de dos ejemplos habiéndose escogido dos casos especiales.

25

En la fig. 1 se indica por 1 la columna de presión, por 2 la columna superior y por 3 el recipiente de evaporación con condensador de un aparato de descomposición del aire. El oxígeno gasiforme y que contiene krypton, que sale por 4 del recipiente de evaporación, se conduce al haz de tubos verticales 5, cuyo manto 6 está atravesado por el nitrógeno gasiforme producido, el cual sale por 8. Como el nitrógeno está 13° más frío que el oxígeno y como su cantidad es aproximadamente 4 veces la del oxígeno, en la parte superior de 5 tiene lugar una condensación abundante de oxígeno. El líquido que corre contra la corriente de gas separa por lavado del oxígeno gasiforme ascendente el krypton y

30



P.1932

127972

- 5. -

al mismo tiempo se vuelve a evaporar en su mayor parte y así se enriquece en krypton. Como el oxígeno gasiforme que llega a la parte superior del haz tubular se deja privado de krypton por el lavado descrito, por la disposición descrita logra también en la parte superior del condensador producir un líquido de lavado exento de krypton. El líquido lavador que contiene el krypton corre por 4 volviendo al recipiente evaporador 3 y allí tiene lugar un enriquecimiento ulterior progresivo del krypton. Al final del periodo de servicio del aparato de descomposición se extrae por 9 el líquido del recipiente evaporador que contiene prácticamente todo el krypton del aire trabajado y se elabora por el método conocido en krypton puro.

En el método de trabajo según la fig. 2 el lavado y enriquecimiento del krypton tiene lugar en columnas rectificadoras. El oxígeno que contiene krypton y que sale del recipiente de evaporación 3 del aparato de descomposición se introduce en la columna lavadora 4 equipada con fondos rectificadores. La condensación del líquido de lavado exento de krypton tiene lugar aquí en el condensador superpuesto 5 enfriado con nitrógeno líquido. Este se introduce por la válvula 8. El efecto de la columna 4 corresponde en principio al descrito del haz tubular 5 (fig. 1). El oxígeno líquido que contiene el krypton y que entra por el pie de la columna 4 se lleva a la columna de enriquecimiento 6 situada bajo 4 y allí se sigue concentrando. El caldeo de esta columna se efectúa con aire comprimido cuya cantidad se regula por la válvula 9. El krypton de alta concentración puede extraerse del recipiente evaporador 7 en estado gasiforme por 10 o también en estado líquido. En el método últimamente descrito es posible obtener el krypton en corriente continua y en concentración regulable como se quiera.

El efecto de la columna 4 con el condensador 5 se debe todavía explicar más en un ejemplo.



Admitiremos que desde 3 entran en la columna 4 100 m^3 de oxígeno de forma de vapor y que contiene krypton y que con este vapor se encuentra un líquido con la concentración en krypton 10 veces mayor. Si el líquido que de la columna 4 desciende a la columna 6 ha de contener todo el krypton, su cantidad debe ser de 10 m^3 , esto es, admitiendo iguales calores de evaporación del krypton y del oxígeno deben en el condensador 5 condensarse 10 m^3 de oxígeno.

Si el dispositivo se pone en servicio, entonces primeramente se condensa en 5 un líquido que contiene krypton y precisamente la primera gota condensante poseerá en conformidad con el equilibrio una condensación en krypton 10 veces mayor que el oxígeno de partida; en el decurso de la ulterior condensación por efecto del empobrecimiento progresivo de la fase gaseosa en krypton se obtendrá un condensado cada vez más pobre en este último. En total, por consiguiente, inmediatamente de la puesta en servicio el líquido obtenido en el condensador contendrá ciertamente krypton, pero contendrá a éste en menor condensación de la que corresponde al equilibrio con el oxígeno que contiene krypton y que entra en la columna. Al correr hacia abajo a través de la columna este líquido se debe poner en equilibrio con los vapores ascendentes, esto es debe fijar el krypton del vapor, mientras que al mismo tiempo se evapora la cantidad equivalente de oxígeno. Por consiguiente los vapores que ahora llegan al condensador 5 serán ya más pobres en krypton que al principio y a consecuencia de esto también lo será el condensado originado. El empobrecimiento en krypton de los vapores ascendentes sigue progresando cada vez más hasta que en el estado de permanencia sólo puede llegar al condensador 5 oxígeno exento de krypton, en el que se condensan 10 m^3 de oxígeno exento de krypton, mientras que 10 partes de oxígeno con todo el krypton que existía en el oxígeno de partida abandonan por abajo la columna.



El método de trabajo según la fig. 1 es sólo distinto en la parte constructiva pero el efecto es el mismo.

5

En otro método más antiguo el oxígeno con el krypton se introduce en forma líquida por arriba en una columna. Los vapores salientes deben encontrarse en equilibrio con este líquido o sea deben contener krypton, de suerte que con los vapores debe perderse una parte considerable del krypton. Frente a esto gracias al nuevo procedimiento se hace posible por vez primera obtener todo el krypton contenido en el aire.

10

Otra ventaja del nuevo procedimiento se halla en que sirviéndose de oxígeno gasiforme como material de partida no pueden entraparse los fondos por suciedades o impurezas, pues este oxígeno no contiene ya trazas demostrables de impurezas perturbadoras.

15

El procedimiento descrito permite obtener continua y cuantitativamente el krypton del aire en concentración hasta ahora no lograda, y puede ejecutarse por medios sencillísimos y con gastos pequeñísimos de servicio. Juntamente con el krypton se obtienen las substancias al principio mencionadas que poseen un punto de ebullición más elevado que el oxígeno, en especial también el xenon.

20

N O T A.-
=====

25

Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como de novedad é invención propia, son las siguientes reivindicaciones:

30

1.- Un procedimiento para la obtención de los elementos del aire con puntos de ebullición más elevado que el oxígeno en la descomposición del aire mediante enfriamiento profundo, caracterizado porque el oxígeno gasiforme, que contiene por ejemplo krypton y xenon, obtenido en la descomposición del aire mediante



enfriamiento profundo, se somete a un lavado en contracorriente con oxígeno líquido prácticamente exento de krypton, oxígeno que se obtiene por rectificación del oxígeno de partida condensando el que contiene krypton en la parte superior del dispositivo de lavado.

5

2.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque el enriquecimiento del líquido de lavado obtenido se efectúa por retornos de éste al depósito de evaporación del aparato de descomposición o en una columna especial adicional colocada preferentemente bajo la columna de lavado y desde la que los vapores se vuelven a conducir a la columna de lavado.

10

3.- Procedimiento para la obtención de los elementos del aire con punto de ebullición más alto que el oxígeno.- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva y se ilustra con los dibujos que a la misma se acompañan.

15

Consta esta memoria de ocho páginas foliadas y escritas á máquina por una sola de sus caras.

Madrid, á 22 de Septiembre de 1932.-

Leocadio López y López.-

P.P.=



22 SEP 1922

Fig. 2

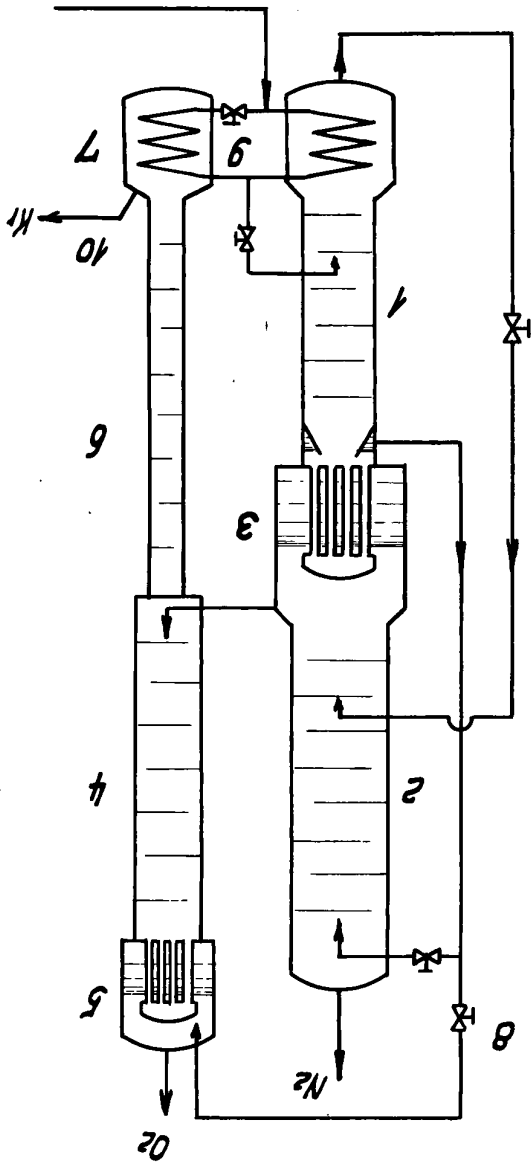
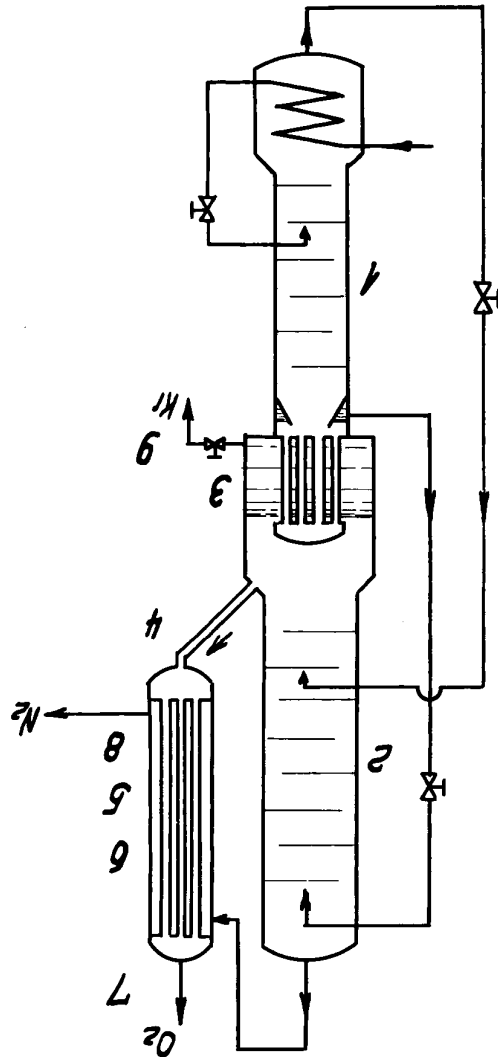


Fig. 1



ESPECIAL MOVIL
 P.R. LEONARDO LOPEZ