



1 93498

H/V.

1 93498

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una patente de invención por veinte años en España, por: "Procedimiento para la obtención de argón exento de nitrógeno mediante rectificación", a favor de la r.s. Gesellschaft für Linde's Eismaschinen A. G., residente en Höllriegelskreuth bei München (Alemania).-

=====

Según la patente alemana 301940 se sabe que se obtienen mezclas ricas de argon con oxígeno eliminando en la columna superior de un dispositivo de dos gradaciones para rectificar aire, el contenido de nitrógeno del oxígeno mediante rectificación e introduciendo luego nuevamente la porción del oxígeno que contiene al argon y las partes de difícil ebullición, en un dispositivo rectificador y descomponiéndola allí en oxígeno como componente de difícil ebullición, y en una mezcla de oxígeno y argon como componente de más fácil ebullición. Este último se trabaja dado el caso en otra columna rectificadora para obtener una fracción de argon con residuos de oxígeno.

193498

2.-



5 La operación de sacar de la columna de baja presión del
separador de aire la fracción oxigenada conteniendo argon tiene
lugar según la experiencia no sin afectar desfavorablemente el
proceso de la descomposición del aire, por lo cual según otra se-
gunda patente 542400 se mejora el procedimiento y se suprimen sus
inconvenientes para la descomposición del aire tomando solo una
parte de la mezcla de argon y oxígeno en un punto algo más eleva-
do, en que la concentración en oxígeno se encuentra entre 90 y
98 %. Ciertamente que este nuevo procedimiento perturba conside-
10 rablemente menos que el primero el proceso de la separación del
aire, pero sin embargo nunca resulta satisfactorio, pues solo pue-
de obtenerse la porción más pequeña del argon contenido en el aire.

15 Por el procedimiento según el presente invento es posible
obtener la mayor parte del argon contenido en el aire de la co-
luna separadora del mismo, por el hecho de que una fracción de
nitrógeno-oxígeno-argon se toma en un punto de la columna de ba-
ja presión, en que el oxígeno y el nitrógeno se encuentran en
concentración aproximadamente igual, el nitrógeno se elimina to-
talmente en una columna de expulsión mediante rectificación de la
20 indicada fracción nitrógeno-oxígeno-argon, y la mezcla remanente
de oxígeno y argón se descompone en una columna, por una parte,
en oxígeno puro y por otra, en argon puro. La rectificación en la
columna de expulsión se lleva por ejemplo tan lejos que la mezcla
de oxígeno y argon evaporada en el fondo solo contiene todavía
25 ~ 0,02 % de nitrógeno. Por otro lado dando amplias dimensiones a
la columna de expulsión, se tiene también la posibilidad de limi-
tar a un mínimo la concentración del argón que abandona la colum-
na junto con el nitrógeno expulsado. Gracias al nuevo procedimien-
to, del aire trabajado en el separador del mismo se obtiene como
30 argon puro el contenido en el mismo aire, con un rendimiento de

193498

3.-



aproximadamente 60 %, o sea aproximadamente el doble que por los métodos más antiguos.

Una forma muy conveniente de llevar a cabo el procedimiento según el invento, consiste en el empleo de la fracción líquida de oxígeno de la columna separadora para producir en intercambio indirecto con la fracción nitrógeno que se condensa en los tubos del condensador, de esta misma fracción el líquido de riego necesario para la columna de expulsión y para evacuar con gas de refresco el oxígeno evaporado en el intercambio térmico en contracorriente. También se podría trabajar reuniendo las dos columnas en una columna doble al modo de la doble columna del separador de aire, de suerte que el líquido del fondo de la columna separadora superior condensase la fracción nitrógeno ascendente de la columna de expulsión. Sin embargo para economizar altura en los aparatos y evitar pérdidas de riego, se yuxtaponen las dos columnas y según otra característica del invento el líquido del fondo de la columna separadora constituido por oxígeno líquido se eleva mediante una bomba al condensador de la columna de expulsión.

Para no perjudicar en forma alguna el servicio del separador de aire, el frío necesario para la separación se produce según otra característica del invento mediante expansión del nitrógeno altamente condensado y conducido en circulación. Aquí se trabaja de modo que, después de evacuar el calor de compresión del nitrógeno altamente comprimido, éste se enfría previamente en intercambio térmico de contracorriente con nitrógeno frío expansionado, después el líquido del fondo de la columna de expulsión se calienta mediante nitrógeno previamente enfriado y éste entonces se liquida. Después de enfriarse más en intercambio térmico con el oxígeno que se evapora en el fondo de la columna de expulsión, se expansiona el nitrógeno liquidado y con objeto de producir el

193498

4.-



líquido de riego de la fracción argon de la columna separadora se lleva al condensador por la cabeza de la misma y allí se evapora en intercambio térmico indirecto con la fracción argon que se condensa parcialmente. El nitrógeno saliente evaporado sirve para enfriar más el nitrógeno liquidado y mantenido bajo presión, antes de su expansión.

En el procedimiento descrito según el invento se emplean dos columnas rectificadoras provistas por ejemplo con fondos rectificadores, a saber, una columna expulsora para el nitrógeno que se ha de eliminar primero, y otra columna separadora para la mezcla de oxígeno y argon, y además una bomba de líquido para elevar el líquido del fondo de la columna separadora (oxígeno) al condensador de la columna expulsora; el cambiador térmico en contracorriente de nitrógeno para la circulación iría de éste último y el cambiador térmico en contracorriente de los productos de descomposición con la mezcla bruta, y también las correspondientes válvulas.

Describiremos el procedimiento mediante un ejemplo (véase fig. 1). La mezcla que se ha de descomponer y que contiene argon con cantidades casi iguales de nitrógeno y oxígeno se toma de la columna (no dibujada) de baja presión del separador de aire y después de enfriarla en un aparato de contracorriente 1 se introduce en 7 aproximadamente en el centro de la columna expulsora 2 bajo una presión de unas 7 ata después de atravesar la espiral 6. aquí la mezcla se descompone por un lado en una fracción argon-oxígeno exenta de nitrógeno que se acumula líquida en 3 en el fondo de la columna expulsora, y en otra fracción, por otro lado, de nitrógeno con residuos de argon y oxígeno, la cual abandona por 5 la cabeza de la columna y después de expansionarse en la válvula 25 se calienta nuevamente a próximamente la temperatura de entrada del

193498

5.-



5 nitrógeno a presión elevada, en intercambio con el nitrógeno a
esta presión elevada en el aparato de contracorriente de nitróge-
no 8 o en el aparato de contracorriente 1. Una parte de esta frac-
ción puede, según convenga conducirse a través del dispositivo de
10 contracorriente 1 en contra de la mezcla de argon bruto. Una por-
ción de esta misma fracción se condensó anteriormente en los tu-
bos del condensador 4 y sirve como líquido de riego para la colum-
na de expulsión 2. La fracción de argon-oxígeno se toma en 9 de
la columna de expulsión 2, y después de expansionarse en la vál-
vula 10 se introduce por 24 aproximadamente en el centro de la
columna separadora 11. Aquí se descompone en una fracción de oxí-
geno que se acumula en el fondo de la columna en 12, y en otra
fracción de argon, que se evacua por 14 como argon puro y que se
conduce a través del dispositivo de contracorriente 1 para ser
15 utilizada. Una porción de los vapores de argon que llegan a la
cabeza de esta columna, se condensa en los tubos 13 del condensa-
dor 27 y sirve como líquido de riego para la columna separadora.
El líquido 12 del fondo de la columna separadora 11 se eleva por
una bomba 15 (con motor 16) a la cabeza de la columna expulsora 2 y
20 aquí se evapora en intercambio térmico indirecto con el nitrógeno
que se condensa. El oxígeno evaporado se evacua parcialmente por
21, se conduce a través del dispositivo de contracorriente 1 para
el gas bruto y se calienta a próximamente la temperatura del lo-
cal, mientras otra porción se evacua por 22 y se entrega a la co-
25 lumna separadora 11 en 23.

El nitrógeno a presión elevada, que sirve para producir el
frío necesario, después de su enfriamiento previo en el disposi-
tivo de contracorriente 8 se conduce a través de una espiral 17,
aquí se liquida, y después de enfriado más en el oxígeno líquido
30 en la espiral 18 y en el dispositivo de contracorriente y ulterior

193498



6.-

5 enfriamiento 19, se conduce por una válvula de expansión 20 al condensador 27 de la columna separadora 11. El nitrógeno evaporado en la cámara 27 en intercambio térmico con el argón que se condensa en los tubos 13, se conduce nuevamente a la circulación pasando por el dispositivo de contracorriente 19 para el ulterior enfriamiento y por el dispositivo de contracorriente 8 para el nitrógeno.

10 Según un ulterior desarrollo del procedimiento del invento, para producir el frío necesario para el proceso de descomposición, se utiliza por un lado una circulación de argón bruto (en la que se introduce también la mezcla de argón bruto que se ha de descomponer o comprimida se toma de ésta) y por otro lado, aire altamente comprimido. Ambos gases en estado comprimido y previamente enfriado sirven primeramente para calentar la columna separadora, donde se liquidan. Después de expansionarse el líquido formado a la presión de evaporación, se aprovechan para enfriar la parte superior de la columna, evaporándose al mismo tiempo, Los vapores formados para aprovechar su contenido de frío se ponen en intercambio térmico en contracorriente preferentemente con
15 20 aire comprimido y que se ha de enfriar de antemano o con argón bruto en circulación. Por el contrario el aire comprimido se utiliza únicamente para calentar el líquido del fondo de la columna de expulsión y así se liquida. Inmediatamente se expande el líquido y se entrega en la cabeza de dicha columna de expansión para efectuar el riego.
25

30 Ilustraremos con un ejemplo en la fig. 2 este perfeccionamiento introducido según el invento en el procedimiento de descomposición al principio descrito. El argón bruto que se ha de descomponer, que además de argón contiene partes casi iguales de oxígeno y nitrógeno en el gas restante, se introduce por 31 en

193498



7.-

una circulación de dicho argon bruto, se comprime a unas 4 atmósferas sobre la presión normal en el condensador 32 juntamente con el gas de la circulación, se enfría por el refrigerante de agua 33 y después de este enfriamiento previo se liquida en el dispositivo de contracorriente 34 en el líquido 35 del fondo de la columna separadora 36 en la espiral 46. Una parte del líquido formado se expande por la válvula 37 en el serpentín vaporizador 38 en la cabeza de la columna separadora 36, evaporándose y luego por el aparato de contracorriente 60 y el 34 se vuelve de nuevo a la circulación. Otra parte de la mezcla de argon bruto se introduce líquida en la columna de expulsión 39 por la válvula 40 con el fin de eliminar el nitrógeno por rectificación. El nitrógeno expulsado se conduce al exterior por la válvula 62 y por el dispositivo de contracorriente 63 con las porciones evaporadas del aire líquido e introducido por 44. El caldeo de la columna de expulsión 39 y la formación de vapores del líquido del fondo 42 se realizan mediante una parte del aire a presión elevada, el cual, después de enfriarse previamente en los aparatos de contracorriente 63 y 66 en intercambio con oxígeno o nitrógeno salientes en la espiral 41, se condensa en la mezcla líquida 42 de argon y de oxígeno. El aire liquidado se expande por las válvulas 43 y 44 en 45 sobre la columna de expulsión 39. Aquí riega en lluvia cayendo en contra de los vapores ascendentes sobre los fondos rectificadores no ilustrados y se aumenta su contenido de oxígeno y argon, evaporándose preferentemente su porción de nitrógeno y sacándose por 62, aunque, por otro lado, queda una parte importante de su contenido de argon en la fase líquida y de este modo se obtiene. En el aparato de contracorriente 60 se enfría más mediante argon bruto frío el aire líquido que se ha de entregar a 39 por

193498

8.-



45. Otra parte del aire condensado y fuertemente comprimido se utiliza para calentar la columna separadora en una espiral 47 (juntamente con argon bruto comprimido que se condensa en la espiral 46) y después de la licuefacción aquí efectuada y de la expansión por las válvulas 48 y 49 se evapora en tubos especiales condensadores 52 en la cabeza de la columna separadora 36. Aquí sirve para condensar la fracción de argon que se ha de obtener puro. El aire evaporado se conduce en el dispositivo 63 en contracorriente de una parte del aire a presión elevada comprimido, introducido por 64 y que se reparte en los dos cambiadores térmicos de contracorriente 56 y 63. La mezcla de argon y oxígeno obtenida por rectificación se toma en 51 del fondo de la columna de expulsión 39 líquida y se introduce para su ulterior descomposición en la columna separadora 36 por 54 pasando por la válvula de expansión 53. El componente oxígeno 35 que se acumula líquido en el fondo de la columna separadora 36 después de rectificar la mezcla de argon y oxígeno aquí introducida, se evacua como gas después de evaporarse en 55 y en el aparato de contracorriente 56 se pone en intercambio térmico con aire a presión elevada. Para poder producir en la columna separadora 36 simultáneamente argon de pureza elevada y también oxígeno de elevada pureza, según otra característica del invento, una parte del oxígeno ascendente conteniendo argon se toma constantemente de la columna separadora en forma gaseosa unos fondos por encima del líquido del fondo. Esta fracción se deriva en 57 y por la válvula 58 se introduce por 61 en el argon expansionado de la circulación.

El argon puro obtenido en la cabeza de la columna separadora 36 se toma líquido, según otra característica del invento, por 59, pudiéndose efectuar con gasificadores en caliente adecuados y no ilustrados, una evaporación del argon líquido almacenado



bajo presión en un depósito de reserva tampoco ilustrado. El líquido puede también elevarse a presión elevada mediante bombas. Por suprimirse compresores accionados mecánicamente y gracias a efectuarse en ciclo cerrado la evaporación, se puede también
5 suprimir todo contacto con otros líquidos, como los medios de en grase, etc. y toda impurificación por otros gases o vapores, y producir directamente gas absolutamente seco y altamente purificado.

El segundo de los dos procedimientos de obtención de argon
10 arriba descritos ofrece, entre otras, la ventaja de que una gran parte del contenido de argon en el aire a presión elevada empleado para la producción de frío, se obtiene en el curso del mismo procedimiento.

N O T A.-
=====

15 La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para la obtención de argon exento de nitrógeno mediante rectificación partiendo de una fracción enriquecida de argon producida en un aparato de descomposición de aire,
20 con rectificación de éste en dos gradaciones en una columna de presión y otra de baja presión, caracterizado porque una fracción de nitrógeno-oxígeno-argon se toma en un punto de la columna de baja presión, en el que el oxígeno y el nitrógeno se encuentran en concentración casi equiparable, después se elimina totalmente
25 el nitrógeno por rectificación de dicha fracción de nitrógeno-oxígeno-argon en una columna especial de expulsión y la mezcla remanente de oxígeno y argon se descompone en una columna sepa-

193498

10.-



radora en oxígeno puro y en argón puro.

5 2.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque de la columna separadora se toma la fracción líquida del oxígeno, se introduce en el condensador de la columna de expulsión y se evapora en intercambio térmico indirecto con la fracción nitrógeno que se condensa parcialmente en los tubos condensadores de la columna de expulsión y se evacua con intercambio térmico en contracorriente con el gas de refresco.

10 3.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 2, caracterizado porque el oxígeno líquido se eleva desde el fondo de la columna separadora mediante una bomba al condensador de la columna de expulsión.

15 4.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 a 3, caracterizado porque el frío necesario para la separación se produce por expansión de nitrógeno fuertemente comprimido y conducido en circulación.

20 5.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 a 4, caracterizado porque el nitrógeno comprimido, después del intercambio térmico en contracorriente con nitrógeno frío expandido, calienta el líquido del fondo de la columna de expulsión, liquidándose, se sigue enfriando en una espiral mediante el oxígeno que se evapora en la cabeza de la columna de expulsión, se enfría más en intercambio con nitrógeno expandido, se expande por una válvula y con el fin de producir el líquido de riesgo de la fracción de argón se lleva a la cabeza de la columna separadora a un condensador y se evapora.

25 30 6.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 a 5, caracterizado por el empleo de una columna para la expulsión del nitrógeno, y de una columna separadora, de tres dispositivos de contracorriente, de un condensador en la cabeza de la columna

1 934 98

11.-



de expulsión con dos espirales, de un condensador en la cabeza de la columna separadora, de una bomba al pié de la columna separadora y de un serpentín calentador en el fondo de la columna de expulsión.

5 7.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque el frío necesario para la descomposición se suministra por expansión de argon bruto y comprimido llevado en circulación y por aire altamente comprimido y previamente enfriado o por aire liquidado, sirviendo cualquiera de los dos gases
10 comprimidos para calentar la columna separadora, condensándose y después de la expansión de los líquidos por evaporación utilizándose para el enfriamiento indirecto de la parte superior de la columna separadora mientras que el líquido del fondo de la columna de expulsión se calienta únicamente por aire a presión elevada, y el aire condensado después de la expansión se introduce en
15 la parte superior de la columna de expulsión para el riego y para separar por lavado el argon, y el argon bruto evaporado, después del intercambio de frío en los aparatos de contracorriente se vuelve a la circulación y el aire evaporado en intercambio térmico
20 con aire comprimido, se conduce al exterior.

8.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 7, caracterizado porque para obtener simultáneamente argon y oxígeno de elevado grado de pureza de la columna separadora, se evacua en forma gaseosa a la circulación del argon bruto, un oxígeno que contiene todavía argon, algunos fondos por encima del líquido de fondo.

9.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1, 7 y 8, caracterizado porque el argon puro producido se saca en forma líquida y bajo presión se evapora en el depósito de almacenamiento, preferentemente excluido todo contacto con otros gases o

1 93498

12.-



vapores.

5 10.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1, 7, 8 y 9, caracterizado porque la composición del gas circulante se mantiene constante o inalterada en el sentido requerido introduciendo la fracción rica en nitrógeno desde la columna de expulsión o la fracción de oxígeno conteniendo argón desde la columna separadora.

10 11.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 y 7 a 10, caracterizado por el empleo de una columna para expulsión del nitrógeno, de una columna separadora, de dos aparatos de contracorriente para el aire de elevada presión en contra del aire u oxígeno expansionado, de otro para argón bruto en contracorriente con argón también bruto, de un compresor y un refrigerante hidráulico para el argón bruto, de un aparato de contracorriente, de una espiral calentadora en el fondo de la columna de expulsión, de dos espirales calentadoras en el fondo de la columna separadora, de dos serpentines evaporadores en la cabeza de la columna separadora.

15 20 12.- Procedimiento para la obtención de argón exento de nitrógeno mediante rectificación.

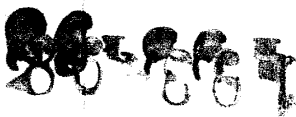
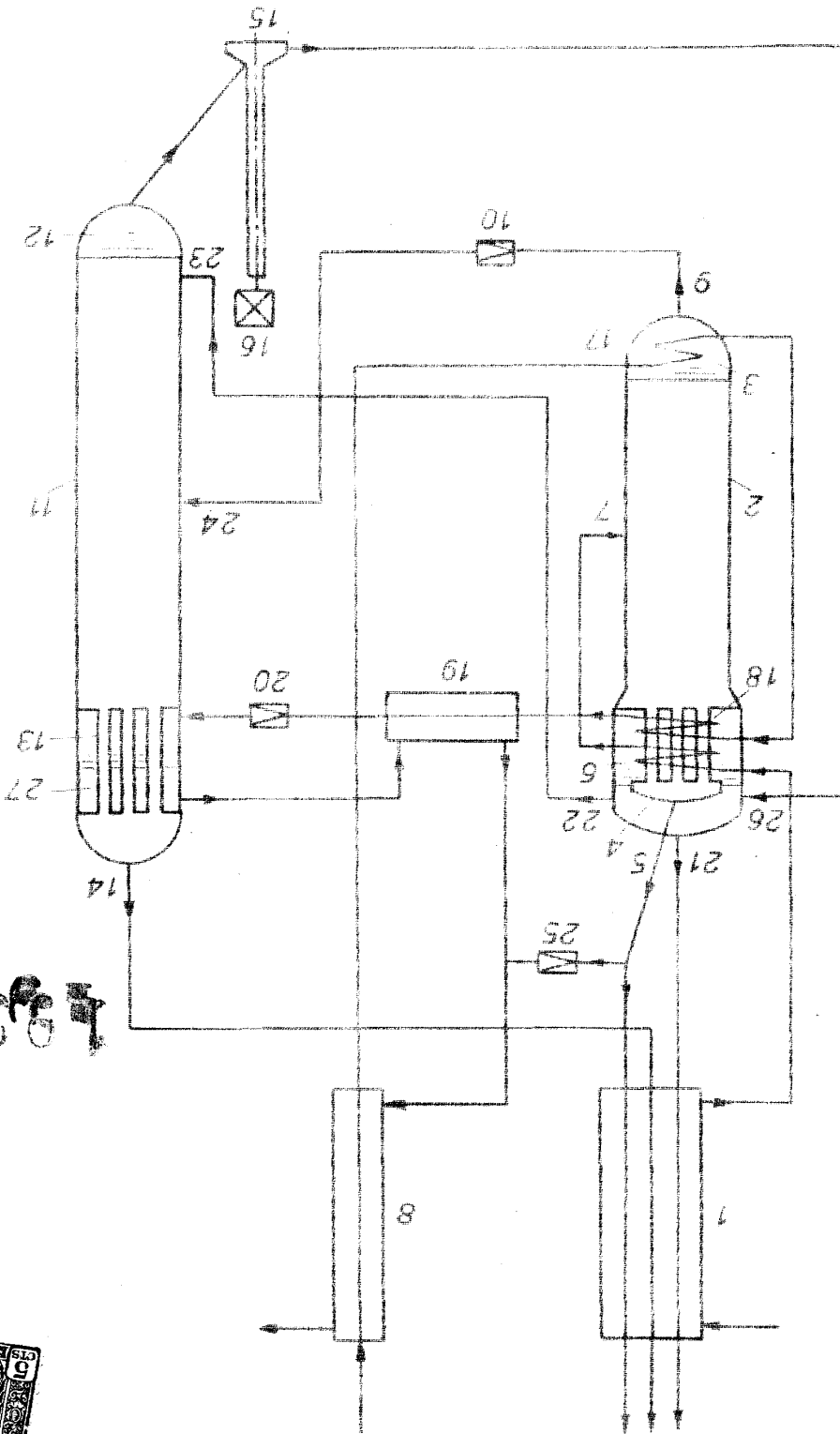
Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva y se ilustra con los dibujos que a la misma se acompañan.

25 Consta esta memoria de doce hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 19 de Junio de 1950.

ESCALA VARIABLE

FIG. 1



1 934 98

rs. Gesellschaft für Lind & Bismachinen A.G. 193498 Hofe 18.

DOS HOJAS
Gesellschaft für Lind & Bismachinen A.G.

193498

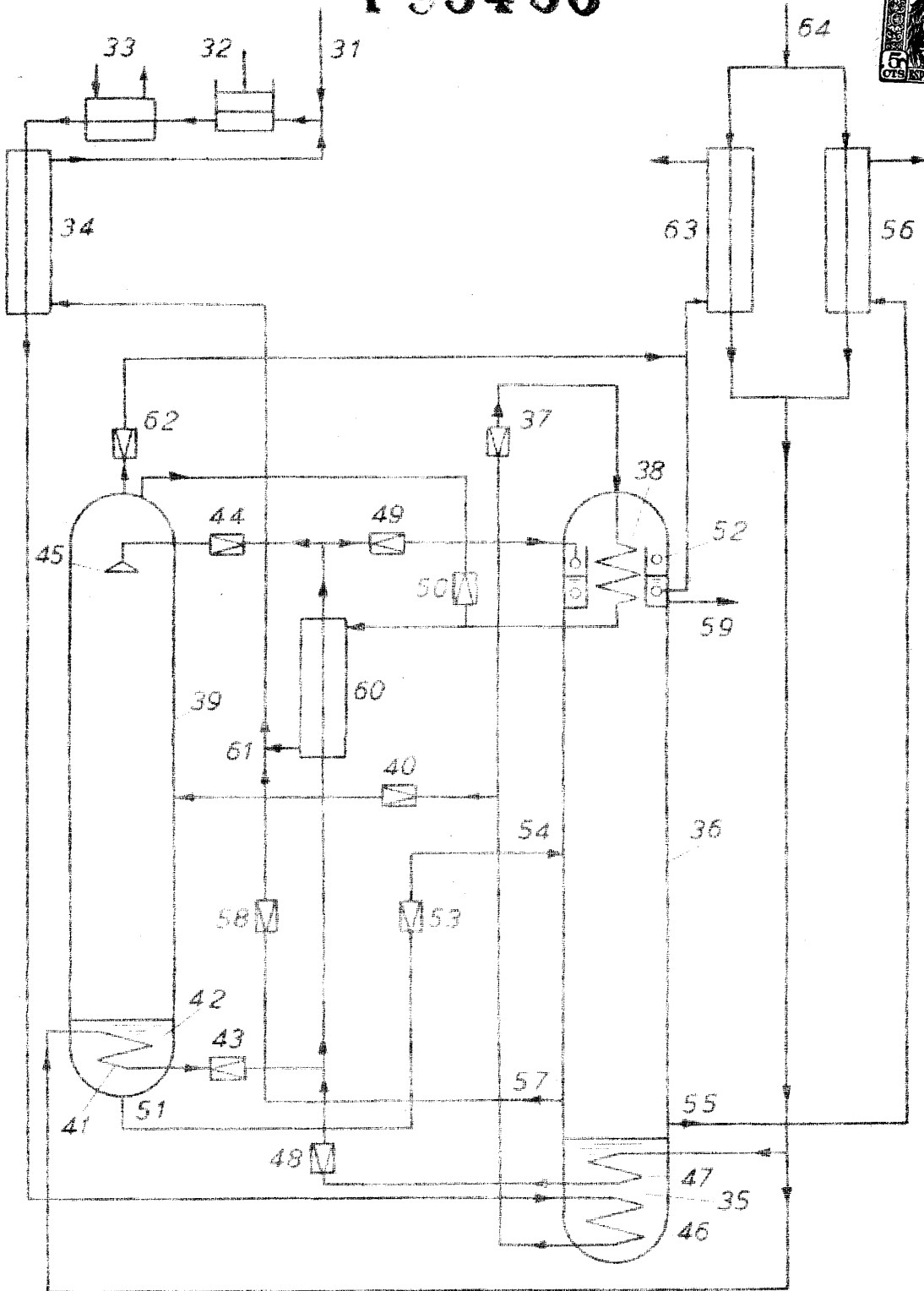


Fig. 2

ESCALA VARIABLE
Ullrich