

229919

229919

19.11.1956



1956

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

En

E S P A Ñ A

PATENTE DE INTRODUCCION

por DIEZ años

a nombre de UNION CARBIDE AND CARBON CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en 30 East 42nd Street, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América, por:

"PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA SEPARAR AIRE POR RECTIFICACION A BAJA TEMPERATURA PARA OBTENER OXIGENO, ARGON Y NITROGENO"

-0-

Esta invención se refiere a un procedimiento y aparato para separar mezclas ternarias de gases de punto de ebullición relativamente bajo en sus constituyentes, por rectificación a baja temperatura de aire para proveer productos de oxígeno, nitrógeno y argón, con la eliminación simultánea de ciertas impurezas indeseables, de punto de ebullición mas elevado que tienen lugar en la mezcla de gas original o aire, en muy pequeñas proporciones.

5

10

Como se describe en la patente de EE.UU.



229919

5      No. 2,387,158 de E.F. Yandal, las impurezas residuales de dióxido de carbono é hidrocarburos en el aire, pueden eliminarse antes de la rectificación a baja temperatura de aire, purificando el aire después que se haya enfriado a una temperatura alrededor de su condensación, con una fracción de aire líquido para arrastrar las impurezas en aire líquido. El aire libre de impurezas puede rectificarse, pero las impurezas deben eliminarse de la fracción de líquido. De acuerdo con la patente antes mencionada, la eliminación de impurezas se efectúa evaporando una mayor parte de líquido que contiene impurezas, por intercambio de calor, con un producto de oxígeno gaseoso para hacer oxígeno líquido. El residuo concentrado de la evaporación se  
10      retira y se elimina. Otros métodos de efectuar intercambio de calor para evaporar y concentrar el líquido purificador, cargado de impurezas, han sido propuestos, pero, en general, tales métodos comprenden mas o menos pérdida de eficiencia.

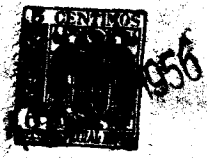
20      La recuperación de un producto de argón, cuando se separa aire por rectificación a baja temperatura, se ha efectuado retirando vapor de una parte de la rectificación final del aire donde el vapor tiene un contenido substancialmente de argón y, después, sometiendo tal vapor retirado a una rectificación auxiliar, Para proveer rellajo para tal rectificación auxiliar se han propuesto varios  
25      procedimientos que por lo general incurrien en algunas pérdidas que resultaban en la necesidad de aumentar la



229919

energía.

Un objeto principal de la presente invención es proveer un procedimiento mejorado y un aparato para separar una mezcla ternaria de gas tal como aire, con la eliminación simultánea de impurezas que tienen puntos de ebullición superiores a los de los componentes separados. Otros objetos de esta invención son proveer un procedimiento y aparato para separar aire para recuperar oxígeno y argón con la eliminación simultánea de impurezas reunidas en una fracción de líquido del aire a separar, en los que la refrigeración producida por la evaporación del aire que contiene impurezas puede emplearse útilmente para suministrar un reflujo líquido para purificar componentes de más elevada ebullición, de un vapor rico en argón; y para integrar con la rectificación principal de aire, una rectificación auxiliar de vapores conteniendo argón y una separación preliminar de aire a rectificar, de impurezas de ebullición más elevada, de una manera económica, y que provee un sistema que es substancialmente auto-regulador, fácil de operar y relativamente simple de construir. Otro objeto de la invención es proveer un método y un aparato para la separación de aire por rectificación a baja temperatura incluyendo la eliminación de impurezas del aire concentrándolas en una fracción licuada de aire en la que la mayor parte de las impurezas que son arrastradas en estado sólido en tal fracción licuada pueden eliminarse por filtrado y el resto de las impurezas eliminarse seguidamente por destilación de forma que la cantidad de



residuo que contiene impurezas a destacar a una cantidad inmaterial.

Estos y otros objetos y ventajas de esta invención aparecerán en la siguiente descripción y en los dibujos que se acompañan, en los que

La fig. 1 es una vista en alzado diagramatical de un aparato ejemplar que ilustra los principios de la invención; y

La fig. 2 es una vista similar de un sistema alternativo de acuerdo con la invención para producir oxígeno gaseoso.

La presente invención se describirá con referencia al aparato de la fig. 1 que es especialmente adecuado para la separación de aire para obtener un producto de oxígeno líquido libre de impurezas, de ebullición más elevada y un producto que tiene un gran contenido en argón. Sin embargo, se pueden hacer modificaciones dentro de la finalidad de la invención, como se ilustra en la fig. 2, si se desea recuperar el producto de oxígeno en estado gaseoso en vez de líquido y/u obtener simultáneamente nitrógeno en elevado estado de pureza. También se prevé que el vapor enriquecido con argón pueda ser sometido a una rectificación auxiliar adicional si se desea obtener producto de argón de muy alta pureza.

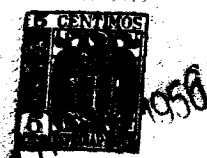
Con referencia a los dibujos y especialmente a la fig. 1, el aparato para preparar una mezcla de gas o de aire para rectificación puede ser de cualquiera de varias



229919

formas conocidas, siendo el que esquemáticamente se ilustra, especialmente adecuado cuando el producto de oxígeno ha de obtenerse en forma líquida. Un compresor multi-fase  
10 comprime aire a una presión relativamente elevada y tal aire comprimido, después de haber sido refrigerado en un refrigerador posterior 11, enfriado por agua pasa a través de un conductor 12 al extremo de entrada de un paso de aire comprimido 13 que se extiende a través de un intercambiador de calor de contracorriente 14. En el intercambiador de calor 14, el aire comprimido se enfría suficientemente para eliminar la humedad. Tales intercambiadores de calor que eliminan la humedad están provistos, corrientemente por duplicado, de forma que la humedad acumulada puede eliminarse de uno de los intercambiadores de calor, mientras el otro está en servicio. Un separador 15 con una válvula de desague 16 puede montarse en el extremo inferior del paso 13.

Desde el separador 15, el aire comprimido pasa a través de un conductor 17 que tiene una bifurcación 18 conectada al extremo de entrada de un paso de aire comprimido 19 que se extiende a través de un intercambiador de calor líquido 20. El aire líquido frío formado en el paso de intercambio de calor 19 es conducido a través de un conducto 21 a un separador purificador 22. La cámara del separador purificador puede ser similar a la descrita en la mencionada patente de EE.UU. No. 2,287,158 y, como se muestra, comprende una cámara 22 dentro de la cual hay



229919

5 algunas chapas perforadas 23 u otros dispositivos para efectuar la mezcla íntima del gas y el líquido. El conducto 21 entra por bajo de las chapas 23 y se ha provisto una copa de rebose 24 con su abertura superior por encima de la chapa superior 23. El separador purificador 22 puede estar provisto, también, con un drenaje 25, cuya válvula permanece generalmente cerrada durante la operación.

10 Una bifurcación 26 del conducto 17 conduce una proporción substancial del aire comprimido a la entrada de una máquina de expansión 27. Esta máquina expande el aire pesado a través de ella con producción de trabajo externo de forma que el aire expansionado tiene una temperatura substancialmente correspondiente a su temperatura de condensación a la presión existente en el separador purificador, que es preferentemente, casi la misma que la presión de la primera etapa de rectificación. Esta es del orden de 5 Kg./cm<sup>2</sup>. El aire expansionado es conducido por un conducto 28, desde el motor de expansión, a la parte inferior del separador purificador 22.

15 Interpuesta en el conducto 21 hay una válvula de expansión 21' a través de la cual la parte licuada del aire comprimido es expansionado por estrangulación a la presión del separador purificador. El separador purificador 22 está construido, preferentemente, con espacio suficiente

20 sobre el dispositivo de contacto de gas y líquido, de forma que ninguna gota de líquido sea arrastrada en el vapor en la parte superior del separador purificador. El vapor,



229919

libre de impurezas de más alto punto de ebullición, pasa a través de un conducto 29 desde la parte superior del separador purificador a la fase de alta presión o columna inferior 30 de un aparato de rectificar aire de dos fases.

Este aparato de rectificar aire , excepto como se explica después es por lo general, de construcción corriente. La columna inferior o cámara de fase de alta presión 30 está cerrada en su extremo superior por una lámina de tubo 31 a la que están conectados los tubos de un condensador 32. La cámara 30 puede contener bandejas usuales 33 tales como chapas perforadas que efectúan contacto íntimo con los vapores que se elevan en la columna y el líquido de reflujo que pasa abajo a la columna. Bajo la lámina de tubos 31 hay un anaquel 34 para coleccionar líquido condensado por los tubos exteriores del condensador 32. Tal líquido que se colecta en el anaquel 34 es substancialmente nitrógeno puro.

La columna superior o cámara de rectificación de baja presión 35 se extiende sobre la lámina de tubos 31 y está formada en el extremo inferior para proveer una cámara 36 alrededor del condensador 32 para hacer que la ebullición del oxígeno líquido en él, produzca vapores para la acción de rectificación en la columna superior 35. El oxígeno hierve a la baja presión de la columna superior, a una temperatura que es inferior a la temperatura de condensación del nitrógeno en el conden-



19

229919

sador 32, bajo la presión de la columna inferior. El nitrógeno colectado en el anaquel 34 es transportado a través de un conducto 31 provisto con una válvula de expansión 34'' al extremo superior de la columna superior 35. Este suministra reflujo para la parte superior de la columna superior, que está provista con las bandejas corrientes 37. El líquido que se colecta en el fondo de la cámara de la columna inferior 30 y que es más rico en oxígeno que el aire, es transportado por un conducto 38 controlado por una válvula de expansión 38' a un punto intermedio de la columna superior 35.

El producto de nitrógeno de rectificación abandona la columna superior 35 a través de un conducto 39 conectado al extremo más frío del intercambiador de calor 20, desde el cual un conducto 40, conduce al afluente de nitrógeno del intercambiador de calor 14 a través de una salida 41 a temperatura substancialmente atmosférica.

Cuando la columna superior está en funcionamiento regular y la extracción del oxígeno líquido en una salida con válvula 42 de la cámara 36 está a una proporción tal que se produce oxígeno de alta pureza, se ha hallado que una relación substancial del argón del aire original está contenida en los vapores, en un punto intermedio de la columna superior. En tal punto intermedio, un conducto de salida de vapor 43 está conectado para conducir el vapor que tiene argón a la parte

19 JUL 1950

229919

inferior de la columna auxiliar de rectificación 44. Esta columna puede contener también dispositivos de contacto de líquido y gas, tales como bandejas 45. El vapor que contiene argón pasa hacia arriba a través de la columna 44 en la que se lava un líquido de reflujo producido por un condensador 46 en la parte superior de la columna 44. Los vapores que pasan a través de los tubos del condensador 46 están sometidos a licuación parcial, siendo el líquido producido rico en argón y formando un reflujo adecuado para la columna auxiliar 44. El vapor rico en argón que no es condensado pasa a través de condensador 46 y es retirado hacia un conducto 47 provisto con una válvula de control 47'. El líquido que finalmente alcanza el fondo de la columna 44 está substancialmente despojado de su contenido de argón y es principalmente oxígeno, y este líquido, preferentemente, es evacuado por un conducto 48 a la parte superior de la columna 35 en un punto por debajo del conducto de vapor 43.

El líquido que rebosa en la copa 24 es retirado a través de un conducto 49 que lo conduce a un filtro 50. Se ha provisto, preferentemente, una válvula de expansión 49' interpuesta en el conducto 49 de forma que el líquido purificado pueda expansionarse a una presión más baja antes de que sea filtrado y por consiguiente, se reducirá su temperatura. El filtro 50 se muestra diagramáticamente y corrientemente es un juego duplicado dispuesto de forma que pueda limpiarse un filtro mientras



229919

el otro esté en servicio. El filtro está provisto con una válvula de drenaje 51 para emplearse cuando se limpia el filtro. El líquido filtrado purificador se pasa por un conducto 52 desde el filtro 50 a una cámara 53 que rodea al condensador 46 de la parte superior de la columna auxiliar. Este líquido purificador, debido al hecho de que contiene una gran proporción de nitrógeno, hierve a una temperatura más baja que la temperatura de condensación del oxígeno y, por consiguiente, el intercambio de calor tiene lugar fácilmente para efectuar la condensación parcial de los vapores que pasan a través del condensador 46. La parte vaporizada del líquido purificado, pasa a través de un conducto 54, en la parte superior de la columna 35, de forma que estos vapores que están ahora libres de impurezas de más alta ebullición, pueden también rectificarse. El conducto 54 puede estar también provisto con una válvula de regulación 54'.

Puesto que se eliminará una gran parte de las impurezas de más alta ebullición por el filtro 50 y solamente una pequeña cantidad pasará a la cámara 53, la mayor parte del líquido purificador que entra en la cámara 53 puede vaporizarse y pasar a la columna superior 35, y allí solo habrá un aumento muy lento en la concentración de impurezas de punto de ebullición más elevado en el líquido que se vaporiza en la cámara 53. Para que tal concentrado pueda eliminarse, preferentemente en la cámara 53. Para que tal concentrado pueda eliminarse,



10.70

229919

preferentemente a intervalos no frecuentes, se ha provis-  
to una válvula de drenaje 55, conectada a una parte infe-  
rior de la cámara 53.

5 Se cree que el funcionamiento del aparato  
esté claro por la anterior descripción. Se verá que la  
extracción de un vapor que contiene el constituyente de  
volatilidad intermedia (por ejemplo, argón), lavando una  
mayor parte del componente de más alta ebullición (oxígeno)  
del vapor retirado y devolviendo tal líquido a la rectifi-  
10 cación principal, hace posible obtener el componente de  
más alta ebullición de la cámara 36 en un alto estado de pu-  
reza, el componente de ebullición más bajo de la parte su-  
perior de la rectificación principal en un alto estado de  
pureza, y recuperar un concentrado del componente de ebu-  
15 llición intermedia, que si se desea, puede purificarse más  
o someterse a otra rectificación para eliminar el componente  
residual de baja ebullición.

20 Las impurezas indeseadas o peligrosas se eli-  
minan, efectivamente, concentrándolas en un líquido del cual  
pueden eliminarse antes de que entren en las zonas de rec-  
tificación. En la separación del aire, las impurezas se con-  
centran en un líquido de alto contenido en nitrógeno. Fil-  
trando el volumen principal de impurezas del líquido pu-  
rificador, puede efectuarse una concentración del resto  
25 muy pequeño, que puede pasar por el filtro en estado di-  
suelto, por evaporación de, prácticamente, todo el líqui-  
do purificador filtrado y eliminado solo una pequeña



229919

5 cantidad de residuo sin aumentar la concentración de impurezas sobre límites peligrosos. Efectuando la vaporización del líquido purificador por intercambio de calor con vapor en la parte superior de la columna auxiliar se, provee una eficaz recuperación de la refrigeración en el líquido purificador.

10 Cuando el oxígeno se retira en 42 en el estado líquido, para hacer producto de oxígeno líquido, como en la fig. 1; la proporción del aire licuado es correspondientemente alta, de forma que una cantidad efectiva de líquido purificador se produce para purificación eficaz y para refrigeración de la columna auxiliar. Si se desea hacer oxígeno gaseoso, el oxígeno podía retirarse de la cámara 36 en estado líquido o gaseoso, como se  
15 ilustra en la fig. 2. cuando el oxígeno se retira como líquido, se calienta en contracorriente en el intercambiador de calor de licuación 20 proveyendo a través de él un paso de oxígeno 60 en donde el oxígeno se vaporiza para producir oxígeno gaseoso y la cantidad necesaria de  
20 aire líquido en el paso 19. Si el oxígeno se extrae de la cámara 36 en estado gaseoso, la cantidad de aire líquido que entra en el purificador en 21 será mucho más pequeña y será necesario aumentar el líquido purificador para una refrigeración eficiente del condensador 46 en la parte superior de la columna auxiliar. Esto puede efectuarse convenientemente proveyendo una conexión de derivación con  
25 válvula 56 entre el fondo de la cámara 30 y el conduc-

1055

229919

to 52.

En la realización de la fig. 2, las características similares a las ya descritas en relación con la fig. 1, se designa por los mismos números de referencia. Como se ha dicho antes en relación con la fig. 2, el intercambiador de calor 20 está provisto adicionalmente con un paso 60 para la salida de oxígeno. Similarmente, el intercambiador de calor 14 está provisto con un paso de salida de oxígeno 61 que tiene una slide 62 para el producto de oxígeno gaseoso caliente. Un conducto 63 conecta el extremo caliente del paso 60 con el extremo frío del paso 61. La entrada 64 al paso 60 está provista con una conexión 65 al espacio de vapor de la cámara 36 y una conexión 66 al espacio líquido de la cámara 36. Estas conexiones están controladas por válvulas 65' y 66' respectivamente.

Con la válvula 65' cerrada, y la válvula 66' ajustada, el oxígeno líquido hecho se retira de la cámara 36 a través de la conexión 66, se vaporiza en el paso de intercambiador de calor 60 para licuar aire en el paso de intercambiador de calor 19. Naturalmente, debido a la refrigeración así recuperada por tal evaporación de oxígeno líquido, la refrigeración producida por compresión y expansión puede ser menor que en el caso de la fig. 1. Con la válvula 66' cerrada y la válvula 65' ajustada, el oxígeno gaseoso es retirado de la cámara 36 y se calienta en los pasos 60 y 61, y en tal caso el calor latente de vaporización del oxígeno hecho se suministra por el conden-





229919

Los puntos de invención propia, no nueva pero no establecida, practicada, ni divulgada en España, que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Introducción por DIEZ años son los siguiente:

- 5 18.-Procedimiento para separar aire por rectificación a baja temperatura para obtener oxígeno, argón y nitrógeno, que comprende la compresión, refrigeración y secado de aire para eliminar substancialmente toda la humedad de él, ulterior enfriamiento y licuación parcial
- 10 de dicho aire; purificación de la parte gaseosa enfriada del aire con la parte licuada para proveer una fracción gaseosa libre de impurezas y una fracción de líquido que contiene impurezas; rectificación de dicha fracción gaseosa libre de impurezas para formar un producto de oxígeno de pureza deseada y un producto de nitrógeno gaseoso frío; retirada de una zona de la rectificación principal donde el contenido de argón es elevado, de un vapor que comprende principalmente oxígeno y argón; sometiendo tal vapor a una rectificación auxiliar por lavado con un líquido de reflujo formado por licuación parcial de vapor de
- 15 dicha rectificación auxiliar; produciendo dicho reflujo por un intercambio de calor entre el vapor de dicha rectificación auxiliar y dicha fracción de líquido que contiene impurezas para vaporizar substancialmente dicha fracción y formar un concentrado que contenga impurezas; eliminación de dicho concentrado; pasando los vapores libres de impurezas desde dicha vaporización a la rectificación
- 20
- 25





229919

to que comprende principalmente el componente de punto de  
ebullición mas bajo, y un vapor en una zona intermedia de la  
rectificación que comprende el componente de punto de ebu-  
llición intermedio; retirada de dicho vapor de la zona in-  
5 termedia y sometiénolo a una rectificación auxiliar por  
lavado con un líquido de reflujo por condensación de parte  
del vapor de dicha rectificación auxiliar, retirando un com-  
ponente de punto de ebullición intermedio de dicha conden-  
sación parcial; efectuando la vaporización substancial de  
10 dicha parte menor de líquido por intercambio de calor con  
dicho vapor de la rectificación auxiliar para formar dicho  
líquido de reflujo y acumular un resto que contiene impure-  
zas; retirando tal resto para eliminar las impurezas; y  
pasando el vapor de dicha vaporización a la rectificación  
15 principal.

59.- Un procedimiento para separar una mez-  
cla ternaria de gas según la reivindicación 4, que compren-  
de la operación de someter la parte menor de líquido a fil-  
tración para eliminar las impurezas solidificadas, antes  
20 de dicha vaporización.

69.- Procedimiento para separar una mezcla  
ternaria de gas, según la reivindicación 5, que incluye  
la operación de devolver a la rectificación principal un  
resto de líquido, del reflujo líquido empleado en la rec-  
25 tificación auxiliar.

79.- Un procedimiento para la separación de  
una mezcla de gas de tres componentes principales, que com-



229919

impurezas; y paso del vapor de dicha vaporización a la rectificación principal.

82.- Un procedimiento para separar una mezcla ternaria de gas según la reivindicación 7, que comprende la operación de devolver a la rectificación principal, un resto de líquido del reflujo líquido empleado en la rectificación auxiliar.

92.- Aparato para la separación de una mezcla ternaria de gas conteniendo impurezas, cuyo aparato comprende dispositivos para proveer un suministro de tal mezcla en condiciones de presión y temperatura de condensación y una parte menor está licuada y mezclada con la parte mayor; dispositivos para separar tal suministro en una fracción de vapor, libre de impurezas y una fracción líquida conteniendo las impurezas; una columna de rectificación principal; dispositivos para pasar la fracción de vapor a la columna de rectificación para la rectificación en ella; una columna de rectificación auxiliar que contiene un condensador de reflujo y una cámara hervidora alrededor del condensador; dispositivos para pasar vapor desde una parte intermedia de la columna principal de rectificación a la parte inferior de la columna auxiliar; dispositivos para pasar dicha fracción de líquido a dicha cámara hervidora; medios para pasar vapor desde la cámara hervidora a dicha columna principal; y un drenaje de impurezas en la parte inferior de la cámara hervidora.

102.- Aparato según la reivindicación 9 que comprende dispositivos para el drenaje de reflujo líquido desde el fondo de la columna auxiliar a dicha columna



1056

229919

principal.

11a.- Aparato según la reivindicación 9, que comprende un filtro interpuesto en dichos dispositivos para pasar la fracción de líquido al hervidor.

12a.- Procedimiento y aparato para separar aire por rectificación a baja temperatura para obtener oxígeno, argón y nitrógeno.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 19 JUL. 1956

P.A.

Alberto de Elzaburo

For. 1056

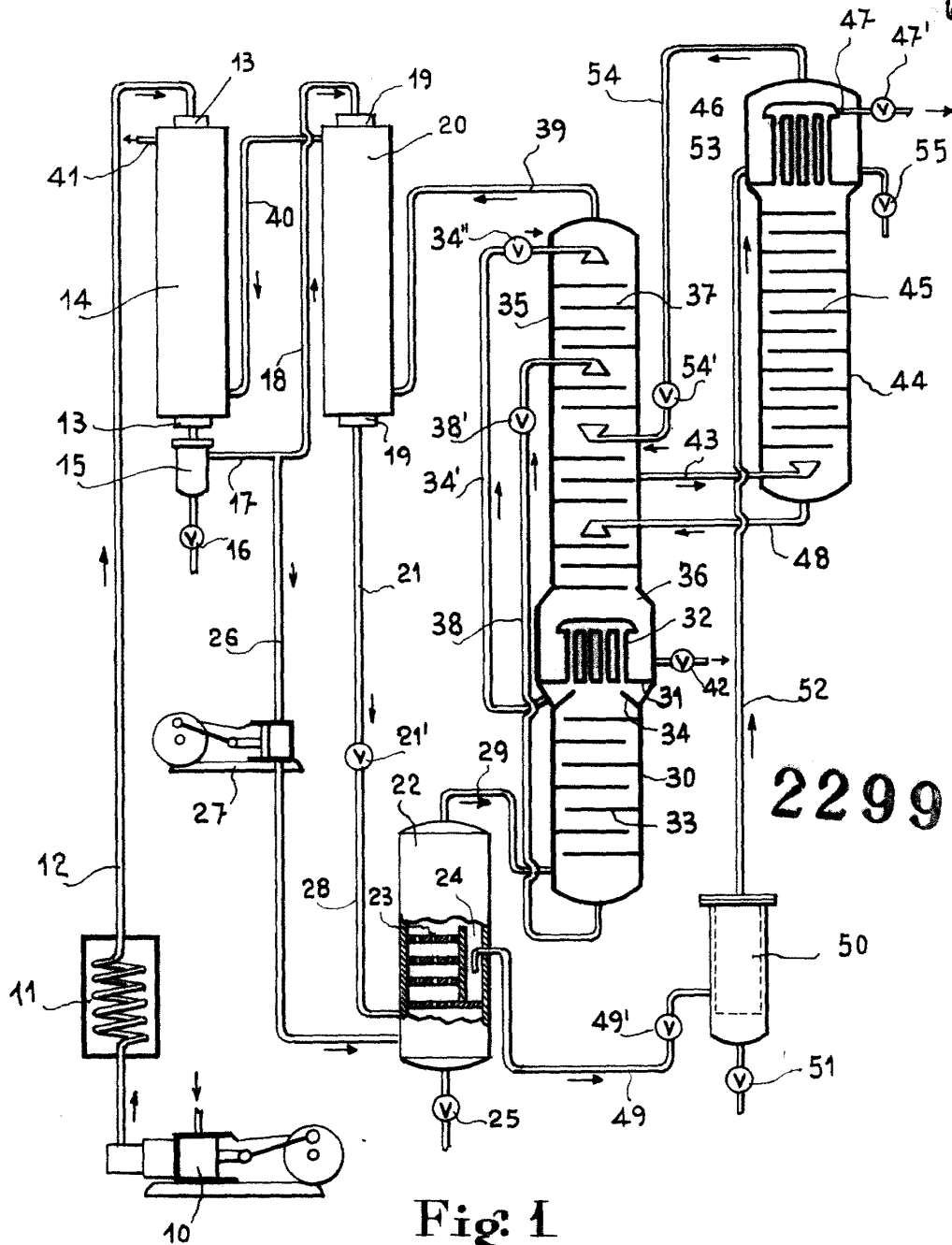


Fig. 1

Albert E. ...  
Patented ...  
*[Signature]*

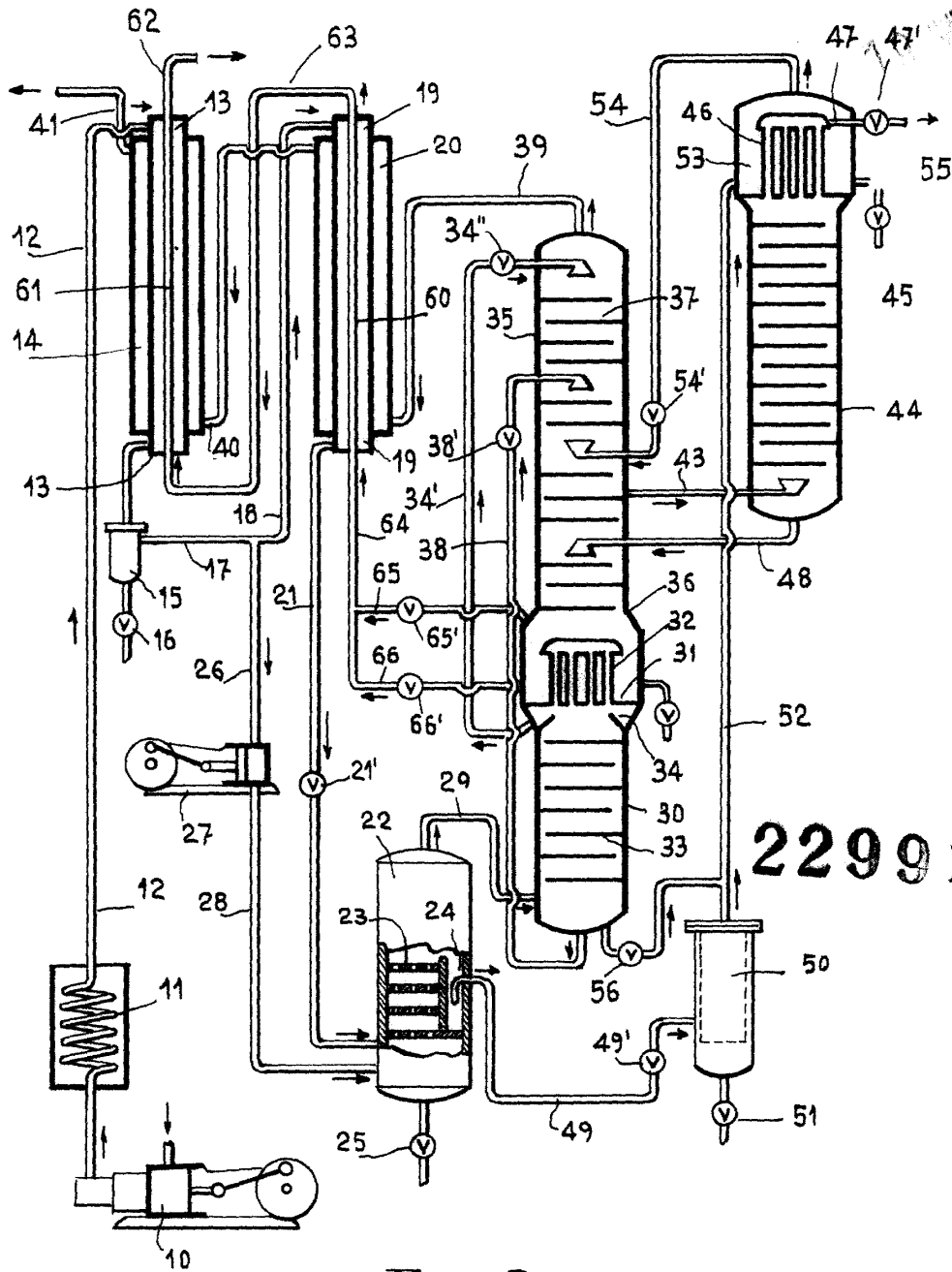


Fig: 2

Albert  
*[Handwritten signature]*