

Serie 950



113

283 343

13 DIC. 1962

283343

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCIÓN

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDES GEORGES CLAUDE, entidad francesa, establecida en 75, Quai d'Orsay, París, Francia, - por:

"PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE UNA MEZCLA GASEOSA BINARIA"

El presente invento se refiere a un procedimiento de separación de una mezcla gaseosa binaria por medio de un absorbente capaz de absorber a una temperatura dada -- los dos gases componentes a velocidades elevadas, pero -- desiguales, y susceptible de ser desgasificado sensible-- mente a la misma temperatura por la sola acción del vacío, así como a los aparatos para la puesta en práctica de este procedimiento.

Se ha propuesto ya en la patente francesa número - 1.223.261, del 21 de Noviembre de 1957, a nombre de la so

5

10



licitante, efectuar la separación de una mezcla gaseosa -
binaria por medio de un absorbente capaz de absorber, a -
una temperatura dada, cantidades comparables, aunque dife-
rentes, de los dos gases componentes, pero a una veloci-
5 dad suficientemente grande, por lo menos para el gas más
absorbible, con relación a la velocidad de circulación de
la mezcla gaseosa a través de la masa de absorbente, y --
que puede ser desgasificada sensiblemente a la misma tem-
peratura por la sola acción del vacío, que consiste en --
10 admitir en un recinto que contiene el absorbente y desga-
sificado bajo vacío, por una primera zona de este recinto,
una cantidad dada de mezcla bajo presión a la temperatura
considerada, en extraer del recinto, poco después del fi-
nal de la admisión de la mezcla, por una segunda zona ale-
15 jada de la primera, una primera fracción gaseosa, reducién-
do así la presión del recinto a un valor intermedio, y en
extraer del recinto, bajo la sola acción del vacío y a --
una temperatura próxima a la temperatura de admisión, una
fracción gaseosa residual, pudiendo ser repetido periódica-
20 camente el conjunto de estas operaciones, y por la intro-
ducción, en cada periodo, de una nueva cantidad de la mez-
cla en el recinto, después de la extracción por el vacío
de la fracción gaseosa residual del periodo precedente. -
Este procedimiento descansa en el establecimiento a tra-
25 vés de una columna de absorbente, de equilibrios sucesi-
vos entre gas absorbido y gas no absorbido, en los cuales
las concentraciones en gas menos absorbible, tanto en la
fase no absorbida como en la fase absorbida, aumentan de
manera continua desde el extremo de introducción al extre-
30 de extracción. Permite especialmente obtener de modo eco-

283343

130



nómico a partir del aire, con ayuda de ceolitas naturales o sintéticas, una fracción de 90 a 95% de contenido en oxígeno, con un índice de extracción del oxígeno de 75% - aproximadamente, siendo la impureza subsistente principalmente argon.

5

El procedimiento citado no permite, sin embargo, efectuar la separación de las mezclas gaseosas binarias - cuyos dos componentes se absorben en equilibrio en cantidades sensiblemente iguales. Este es en particular el caso del oxígeno y del argón en presencia de las ceolitas - naturales o sintéticas conocidas. En el procedimiento de la patente francesa número 1.223.261 citada, el argon se comporta sensiblemente de la misma manera que el oxígeno y permanece por consiguiente mezclado con este último gas, cuya pureza disminuye.

10

15

Se ha propuesto también separar una mezcla gaseosa binaria sacando partido de la diferencia de las velocidades de absorción de sus dos constituyentes, en la patente francesa número 1.207.699 del 4 de Julio de 1958 que describe especialmente la separación del aire por paso sobre ceolitas sintéticas, tales como la conocida con el nombre de "tamiz molecular 4A", siendo el constituyente más rápidamente absorbible el oxígeno. Sin embargo, el procedimiento de esta patente supone, después de una extracción de una fracción enriquecida de constituyente menos rápidamente absorbible por el extremo de entrada del gas a separar, una extracción de una fracción enriquecida de constituyente de más rápidamente absorbible después de un reflujó del gas en sentido inverso a través de la masa absorbente que resulta de una expansión en el extremo de entra

20

25

30

283345



30

da y, eventualmente, de un barrido en sentido contrario - por una parte de la fracción enriquecida de constituyente menos rápidamente absorbible.

5 Requiere pues, el mantenimiento de una caída de -- presión relativamente importante en el extremo del absor- bente opuesto al extremo de entrada de la mezcla a sepa- rar y, por consiguiente, un gasto de energía de compresión relativamente elevado. No permite además obtener el gas - más rápidamente absorbible a una concentración elevada, -
10 por que permanece diluido por el gas menos rápidamente -- absorbible porcedente del reflujo, no siendo desgasifica- do nunca el absorbente.

El procedimiento del invento tiene por objeto rene- diar los inconvenientes citados, y permitir, al precio de
15 un gasto de energía relativamente pequeño, la separación de las mezclas gaseosas binarias cuyos dos constituyentes se absorben en equilibrio en cantidades sensiblemente igua- les, así como de aquellas que se absorben desigualmente - en equilibrio; permite en particular efectuar a la tempe-
20 ratura ambiente o en su proximidad la separación del aire, así como la de las mezclas de oxígeno y de argon, especial- mente de las mezclas ricas en oxígeno que resultan de la separación del aire por el procedimiento de la patente nú- mero 1.223.251.

25 Este procedimiento se caracteriza por las operacio- nes sucesivas siguientes:

a) En un recinto lleno de absorbente previamente - desgasificado bajo vacío, y susceptible de comunicar por una primera zona con un recinto de recepción, por lo me--
30 nos desde que la presión en esta primera zona rebasa un -

283343



valor determinado, se introduce por una segunda zona, alje
 jado de la primera, una cantidad dada de mezcla gaseosa -
 bajo una presión tal que su velocidad de circulación a --
 través del absorbente sea suficientemente elevada para --
 5 que el equilibrio de absorción no pueda establecerse en--
 tre el gas absorbido y el gas no absorbido, pero relativa
 mente reducida con relación a la velocidad de absorción -
 del componente más rápidamente absorbido, hasta que la --
 presión se haya igualado desde la zona de introducción --
 10 del recinto lleno de absorbente al recinto de recepción;

b) se interrumpe enseguida la introducción de la -
 mezcla gaseosa y se aísla el recinto lleno de absorbente
 del recinto de recepción;

c) se extraen separadamente las fracciones presen-
 15 tes en el recinto de recepción y en el recinto de absor--
 bente lleno, sometiendo por lo menos a este última a la -
 acción del vacío;

pudiendo ser repetido periódicamente el conjunto -
 de estas operaciones por la introducción, en cada periodo,
 20 de una nueva cantidad de mezcla gaseosa en el recinto lle
 no de absorbente. El procedimiento definido más arriba --
 tiene en común con el de la patente número 1.223.261 su -
 caracter isotérmico, en el sentido de que la desorción de
 la fracción absorbida tiene lugar por simple puesta bajo
 25 vacío, sin elevación de temperatura, y el funcionamiento
 bajo presión constantemente variable; explota igualmente
 un efecto "de columna", siendo fijada la velocidad de cir
 culación de la mezcla gaseosa a través de la masa absor--
 bente de manera que la mezcla se enriquezca progresivamen
 30 te del constituyente menos rápidamente absorbible a medi-

233343



1730

da que encuentra nuevas capas de absorbente. En cambio, -
el enriquecimiento no es obtenido a consecuencia de la ma
yor capacidad de absorción en equilibrio del absorbente -
para uno de los constituyentes de la mezcla gaseosa, sino
5 a consecuencia de la velocidad de absorción superior de -
uno de ellos. El procedimiento del invento puede permitir
incluso el enriquecimiento de la fracción no absorbida en
el gas más absorbible en equilibrio, siempre que la velo-
cidad de absorción de este último sea notablemente menor
10 que la del gas menos absorbible.

Otras particularidades y ventajas del invento apa-
recerán por la descripción detallada que sigue de modos -
de puesta en práctica del invento, con referencia al dibu-
jo anejo, en el cual:

15 - La figura 1 representa las operaciones sucesivas
a ejecutar para la separación de una mezcla gaseosa según
el invento;

- la figura 2 representa la evolución de las canti-
dades de oxígeno y de argón absorbidas en función del tiem
20 po sobre una ceolita sintética vendida por la sociedad --
Union Carbide Corporation bajo la denominación comercial
"Tamiz molecular 4A", a tres temperaturas diferentes;

- la figura 3 representa un dispositivo separador
según el invento, en el cual la cavidad llena de absorben
25 te está dividida en dos compartimentos diferentes, lo que
permite poner de manifiesto el enriquecimiento por efecto
"de columna";

- la figura 4 representa la influencia de la carga
con gas del absorbente sobre el enriquecimiento y el indi
30 ce de extracción en la separación de una mezcla de oxíge-
no y de argón con 5,3% en volumen de argón sobre la ceoli

1930



ta sintética "4A";

5 - la figura 5 representa la influencia de la longitud de la columna de absorbente sobre el enriquecimiento y el índice de extracción, en la separación de una mezcla de oxígeno y de argon con 5,7% de argon sobre la ceolita sintética "4A";

10 - la figura 6 representa la variación del enriquecimiento en función del índice de extracción en la separación de una mezcla de oxígeno y de argon con 10,55% de argon sobre la misma ceolita;

15 - la figura 7 representa la variación del contenido en oxígeno del gas extraído del absorbente por puesta bajo vacío, así como el índice de extracción del oxígeno, en la separación del aire por paso sobre una columna de "tamiz molecular 4A", en función del volumen de aire tratado;

20 - la figura 8 representa un agrupamiento en serie de columnas de absorbente que permite separar fracciones más concentradas en cada uno de los dos constituyentes a separar que las obtenidas por el fraccionamiento en una sola columna.

25 - la figura 9 representa un agrupamiento en serie de columnas de absorbente que tienen cada una dos compartimientos, como la representada en la figura 3, para conseguir igualmente una separación más acentuada que la realizabel con ayuda de una sola columna.

30 Haciendo referencia a la figura 1 ahora, se describen a continuación las tres operaciones fundamentales del procedimiento del invento. Tres cavidades 1, 2 y 3 están dispuestas en serie, y pueden ser puestas en comunicación



por las válvulas 4 y 5. La cavidad 1 es un recipiente lle
 no de la mezcla gaseosa a separar bajo presión superior a
 la presión atmosférica; puede ser también una tubería de
 distribución de gas bajo presión constante. La cavidad 2
 5 es una columna llena de un absorbente previamente desgasifi-
 cado bajo vacío por puesta en comunicación a través de
 la válvula 6 con la bomba de vacío 7. La cavidad 3 es un
 recipiente que ha sido previamente puesto bajo vacío a -
 través de la válvula por la bomba de vacío 9.

10 Las válvulas 4, 6 y 8 están inicialmente cerradas,
 y la válvula 5 abierta. La operación de fraccionamiento -
 es la siguiente:

Se abre la válvula 4. La mezcla gaseosa salida de
 la cavidad 1 avanza a través de la masa de absorbente y -
 desemboca en la cavidad 3, hasta que las presiones se ha-
 15 yan igualado en el conjunto de las tres cavidades 1, 2 y
 3. El tiempo necesario para la igualación de las presio--
 nes depende de la presión inicial y de la longitud de la
 cavidad, pero es relativamente breve. No es, por ejemplo,
 20 más que de algunos segundos para la separación de una mez-
 cla de oxígeno y de argón en una columna de 1,50 m. de --
 largo llena de ceolita sintética "4A".

Se aíslan luego las cavidades 1, 2 y 3 cerrando las
 válvulas 4 y 5. Luego se ponen en marcha las bombas de va-
 25 cío 7 y 9 y se abren las válvulas 6 y 8. La mezcla inicial
 ha sido escindida en dos fracciones, una enriquecida con
 gas menos rápidamente absorbible, extraída por la bomba -
 de vacío 9, y la otra enriquecida en gas más rápidamente
 absorbible, extraída por la bomba de vacío 7.

30 Se puede sustituir en este dispositivo la cavidad



3 y su bomba de vacío 9 por un recipiente del tipo gasómetro, tal como una vejiga de materia plástica, de volumen inicial nulo, que se llena una vez que la presión en su entrada alcanza la presión atmosférica, o incluso una presión arbitrariamente elegida, inferior a la presión de introducción.

El procedimiento citado se aplica en particular a la separación de mezclas de oxígeno y de argón por paso a través de una masa de ceolita de diámetro efectivo de poros próximo a 4A, en particular ceolita sintética vendida bajo la denominación comercial "4A"; otras ceolitas naturales o sintéticas, tales como la clabasita y la mordenita, eventualmente modificadas por cambio de iones, con objeto de obtener un diámetro efectivo de poros de 4 Angstroms, convienen también para la puesta en práctica de este procedimiento. Los coeficientes de absorción en equilibrio del oxígeno y del argón sobre el tamiz molecular "4A" en granulados, a 20° C, bajo 750 mm de mercurio, son los siguientes (en cm³, corregidos a condiciones normales, - por gramo de absorbente):

Oxígeno :	2,6	cm ³ /g
Argon :	2,2	cm ³ /g

lo que dejaría prever un enriquecimiento en argón muy pequeño, sin interés práctico, del gas no absorbido.

En cambio, las velocidades de absorción de estos dos gases sobre el "tamiz molecular 4A", a la temperatura ambiente, y por encima de ésta, son diferentes, como muestran las curvas de la figura 2, que dan la cantidad absor

343



13 DIC

bida de cada uno de estos gases (en cm^3/g), bajo presión atmosférica, en función del tiempo. El oxígeno se absorbe más rápidamente.

5 La tabla I siguiente dá, para diversas temperaturas, los porcentajes de oxígeno o de argon absorbidos después de 30 segundos, frente a la cantidad absorbida en equilibrio sobre el "tamiz molecular 4A".

T A B L A I

10	Temperatura	Oxígeno	Argon
	20° C	97,5	80
	0° C	89	60
	-78,5° C	66	9

15 La separación entre las velocidades de absorción del oxígeno y del argon aumenta, pues, a medida que la temperatura decrece.

20 Los ejemplos, de separación que siguen sobre mezclas de oxígeno y de argon ricas en oxígeno, obtenidas, por ejemplo, como productos de la separación del aire por el procedimiento de la patente francesa número 1.223.261.

25 El dispositivo empleado es el de la figura 3. La cavidad 2 es un recipiente cilíndrico de 50 mm de diámetro y 1,50 m de longitud que contiene 2 kg de ceolita "4A" en granulados de 1,5 mm. Esta columna puede estar separada en dos compartimientos 11 y 12 por una válvula antirretorno 10 situada en su centro. Después de una operación, el gas de cada uno de los compartimientos puede ser evacuado por una bomba de vacío 15 ó 16 para medición de volumen y análisis. La cavidad es de volumen variables por --

30

283343



134

cualquier medio apropiado, lo que permite hacer variar el volumen de la fase gaseosa enriquecida en argon salida de la columna 2, y por consiguiente el índice de extracción $S = \text{volumen de gas tomado} / \text{volumen de gas tratado}$. Se define por otra parte el enriquecimiento en argón por la ganancia $G = \text{contenido en argon del gas tomado} / \text{contenido en argon del gas inicial}$, y el rendimiento por el índice de extracción $E = \text{cantidad de argon tomada} / \text{cantidad de argon inicial}$. La eficacia de la separación es definida, pues, por la curva de variación de la ganancia G en función del índice de extracción E .

Se indica a continuación la influencia sobre esta eficacia de separación de diversas variables, presión del gas, pérdidas de carga, carga de gas del absorbente, longitud de la columna del absorbente y contenido en argon de la mezcla inicial.

La influencia de la presión inicial del gas ha sido determinada tratando cantidades ponderales de gas del mismo orden, pero contenidas en recipientes de capacidades diferentes. Los resultados se resumen en la tabla II siguiente:

T A B L A II

Capaci- dad de 1 (litros)	Presión de en- trada - efectiva (kg/cm^2)	Volumen tratado (a 760 mm.) (litros)	Conteni- do inicial en argon % vol.	índice de extracción % E	Ganan- cia G	Pre- sión final pr.atmos.
30 6,7 l	1,25	7,71 l	5,5	49,7	2,26	pr.atmos.

343



T A B L A II (continuación)

5	Capaci- dad de (litros)	Presión de entra- da efec- tiva (kg/cm ²)	Volumen tratado (a 760mm.) (litros)	Conteni- do inicial en argon % vol.	índice de extracción % E	Ganan- cia G	Pre- sión final pr.atmos.
	6,7 1	2	10,2 1	5,5	48	2,2	370 g/cm ²
	1 1	8	8 1	5,5	50	1,8	pr.atmos.

Un tiempo de paso más largo, unido al empleo de una presión de entrada más baja, conduce a una mejor eficacia.

15 La influencia de las pérdidas de carga ha sido estudiada haciendo variar, para una misma presión de entrada, el diámetro de paso de la válvula 5 (figura 3). Los resultados se resumen en la tabla III siguiente:

T A B L A III

20	Presión de entrada efectiva	Volumen tratado	Pérdida de carga	índice de extracción	Ganancia
	1,25 kg/cm ²	7,7 1	vía de 12 mm	49,7	2,26
25	1,25	6,8 1	vía de 2 mm	36,4	3,2

30 La ganancia es notablemente mejorada, al precio de una cierta disminución del índice de extracción. Una pérdida de carga mayor, que aumenta la duración del paso, --



umenta la eficacia de la separación, por lo menos en los límites de las pruebas efectuadas.

La influencia de la carga de gas del absorbente se representa en la figura 4, en la cual la curva en trazo -
5 continuo representa la variación de la ganancia en función del índice de extracción para un volumen separado de 8 litros aproximadamente (capacidad 1 de 1 litro, presión inicial 8 kg/cm² efectivos) y presión final entre 300 y 400 g/cm² efectivos. La curva en trazo interrumpido correspond
10 de a una cantidad tratada de 10 a 20 l (capacidad 1 de 6,7 l, presión inicial 5 kg/cm² efectivos) y una presión final de 1,5 a 2 kg/cm² efectivos. La eficacia de la separación es un poco inferior para una carga más elevada, por lo menos en el ámbito de las ganancias relativamente ele-
15 vadas.

La influencia de la longitud de la columna es puesta de manifiesto recogiendo y analizando separadamente -- los gases que subsisten en los dos compartimientos de la columna.

Se dan en la tabla IV siguiente los contenidos en argon de los gases de los dos compartimientos 11 y 12 y - de la cavidad 3 (figura 3), con una capacidad 1 de un litro, una presión inicial de 8 kg/cm² efectivos y un contenido inicial del gas en argón de 5,3%.

T A B L A IV

Volumen de la cámara	Compartimento nº	Contenido en argón (% vol)	Indice de extracción	Ganancia
3	11	3,5	29,8	2,7
670 cm ³			283343	



	Volumen de la cámara	Compartimento n°	Contenido en argón (vol)	Indice de extracción	Ganancia
5	670 cm ³	3	4,7	29,8	2,7
	670 cm ³	3	14,5	29,8	2,7
		11	3,2	24,0	3,4
10	390 cm ³	{ 12	{ 5,1	24,0	3,4
		13	18,6	24,0	3,4
		11	3,4	14,4	5,2
	86 cm ³	{ 12	{ 5,7	14,4	5,2
15		13	27,9	14,4	5,2

Se ve que el contenido en argon del segundo compartimento 12 es superior al del primero (11). Esto manifiesta el efecto "de columna", es decir, el enriquecimiento progresivo de la fase gaseosa en argón a medida que encuentra nuevas capas de absorbente.

Se puede obtener por otra parte, por ejemplo haciendo variar la posición de la válvula antirretorno que separa los dos compartimentos, en el segundo compartimento, una fracción gaseosa de contenido en argón igual o próximo al de la mezcla inicial. Después de la extracción, esta fracción gaseosa puede ser reinyectada en el dispositivo de separación. Se puede reducir así sensiblemente el número de escalones separadores para un enriquecimiento y un indice de extracción dados.



El enriquecimiento obtenido a la salida de la columna de absorbente depende, pues, de su longitud para una masa de absorbente constante. Esto aparece claramente en la figura 5, que representa la ganancia y el índice de extracción obtenidos con una misma cantidad de ceolita sintética "4A", 2 kg, una presión inicial efectiva de 1,25 kg/cm², sobre una mezcla inicial con 5,7% de argón, por una parte con una columna de 2,54 m de largo y 37 mm. de diámetro (curva en trazo continuo), y por otra parte, con una columna de 1,50 m de largo y 50 mm de diámetro (curva en trazo interrumpido).

Se ve que la eficacia de la separación es aumentada notablemente con la columna más larga. Existe sin embargo, naturalmente, una longitud óptima, por encima de la cual la separación se hace menos buena.

La figura 6 representa la variación de la ganancia en función del índice de extracción en la separación de una mezcla de oxígeno y de argón con 10,55% en volumen de argón, contenida inicialmente en una cavidad 1 de un litro bajo una presión efectiva de 8 kg/cm², sobre una columna de 1,50 m de longitud que contiene 2 kg de ceolita sintética "4A". Se obtiene un enriquecimiento notable, como en el caso de la separación de mezclas menos ricas en argón.

Como ya se ha indicado, se puede aplicar igualmente el procedimiento del invento al fraccionamiento del aire, especialmente para la obtención de aire enriquecido en oxígeno, haciendo pasar el aire a separar por una columna de ceolita de diámetro efectivo de poros próximo a 4A, y en particular de "taniz molecular 4A".

Se sabe que en equilibrio el nitrógeno es absorbi-



do en mayor cantidad que el oxígeno sobre el "taniz mole-
cular 4A". En efecto, se absorben a 20° C y bajo 760 mm -
de mercurio, 7,2 cm³ de nitrógeno (corregidos a las condi-
5 ciones normales) por gramo de ceolita en granulado, con-
tra 2,6 cm³ de oxígeno. En cambio, a la temperatura ambien-
te y a las temperaturas suficientemente próximas a ésta,
para que las isotermas de absorción permanezcan sensible-
mente rectas - lo que corresponde a la posibilidad de una
regeneración fácil del absorbente por simple puesta bajo
10 vacío - el oxígeno se absorbe más rápidamente que el ni-
trógeno, de manera que después de los primeros segundos -
de contacto, la fase gaseosa está enriquecida en nitróge-
no, y la fase absorbida en oxígeno. En el caso de la sepa-
ración del aire, la mayor parte del argón queda en la frac-
15 ción enriquecida en nitrógeno.

Los experimentos cuyos resultados se dan a continua-
ción han sido efectuados con ayuda de un dispositivo de -
separación análogo al de la figura 1, con una columna 2 -
de 1,32 m de longitud y 37 mm de diámetro, llena de 1 kg
20 de ceolita sintética "4A", y una cavidad de recepción 3 -
constituida por una vejiga de caucho inicialmente vacía.
Conviene señalar sin embargo que la presencia de una cavi-
dad de recepción 3 no es necesaria si se desea obtener --
únicamente aire enriquecido en oxígeno. La fracción enri-
25 quecida en nitrógeno que sale de la columna 2 puede ser -
simplemente evacuada a la atmósfera por una válvula anti-
retorno que sustituya a la válvula 5.

Las pruebas de separación han versado sobre una --
mezcla de oxígeno y de nitrógeno con 21% en volumen de --
30 oxígeno bajo una presión inicial de 2 kg/cm² efectivos. -



130

Se ha hecho variar el volumen de mezcla tratado modifican-
do el tiempo de apertura de la válvula de entrada 4 (figu-
ra 1). Los resultados de las separaciones están resumidos
en la tabla V y en la figura 7 del dibujo, que representa
las variaciones, por una parte, de la concentración en --
oxígeno K (en porcentaje) de la fracción obtenida por la
desgasificación del absorbente y, por otra parte, del ín-
dice de extracción E del oxígeno en esta fracción (frac-
ción del oxígeno inicial contenido en el volumen de aire
tratado, en porcentaje), en función del volumen V de aire
introducido en la columna de absorbente.

T A B L A V

Tiempo de aper- tura de la válvu- la 4 (en seg.)	Volumen de la mezcla tratada cm ³	Gas extraído de la cavi- dad 2			Gas contenido en la cavi- dad 3		
		Volumen	Oxígeno %	Indice de ex- tracción	Volumen	Oxígeno %	Indice de ex- tracción
1	2950	2100	24,5	86	850	9,8	4
2	4700	2500	29,3	73,5	2200	12	25,3
2,5	5280	2780	27,3	69,7	2500	13,2	30,3
3	6770	3070	28	61	3700	14,4	39
4	8700	2950	30	48,3	5750	16,5	51,7
5	11450	3300	29,5	39,5	8150	18,3	60,5
6	15950	4000	27,5	32	11950	19,7	68



La figura 7 muestra que la concentración máxima en oxígeno de la fracción enriquecida esté próxima al 30%, - siendo entonces el índice de extracción de aproximadamente 50%.

5 Se ha comprobado igualmente que la admisión de la mezcla podía hacerse a una presión relativamente reducida, a condición de que la válvula de entrada liberara un paso suficientemente grande, siendo la misión de la presión de entrada producir una circulación bastante rápida del gas en la columna. La tabla VI siguiente muestra, en efecto, que con una misma válvula de entrada se pueden conseguir resultados muy próximos con presiones iniciales de 2 kg/cm² efectivos y 1 kg/cm² efectivos, modificando tiempos de introducción para obtener volúmenes tratados comparables:

10

15

T A B L A VI

Presión inicial de kg/cm ² efec.	Tiempo de in- troduc- ción seg.	Volumen de mez- cla tra- tado cm ³ (20° C, 760 mm)	Gas extraído de la ca- vidad 2			Gas recogido en 3		
			Volu- men	Concen- tración O ₂ %	Indice de ex- tracción	Volu- men	Concen- tración	Indice de ex- tracción
1	4	5400	2800	28	67,8	2500	14,4	32,2
2	2,5	5280	2780	27,3	69,7	2500	13,2	30,3

30 Aunque las pruebas anteriores hayan sido efectuadas



para mayor comodidad sobre una mezcla sintética de oxígeno y de nitrógeno, es evidente que se podría separar el aire de la misma manera; la mayor parte del argón quedaría entonces en la fracción enriquecida en nitrógeno.

5. En general, no es posible obtener los constituyentes de una mezcla gaseosa en estado sensiblemente puro -- por una sola operación de fraccionamiento; conviene entonces repetirla, agrupando en serie un cierto número de dispositivos elementales de separación. La mezcla a separar se introduce en un dispositivo separador de la zona media de una serie de dispositivos análogos a los de las Figuras 1 ó 3. La fracción enriquecida en el gas menos rápidamente absorbible se introduce en el dispositivo que sigue a aquél en que tiene lugar la alimentación de mezcla a separar, y así sucesivamente (zona de concentración); mientras que la fracción enriquecida en el gas más rápidamente absorbible es introducida en el dispositivo precedente y así sucesivamente (zona de agotamiento); de manera general, la fracción enriquecida en un escalón en el constituyente menos rápidamente absorbible es introducida en el escalón siguiente, mientras que la fracción empobrecida -- en este escalón es enviada al escalón precedente, según la técnica bien conocida de las operaciones de separación fraccionada.

25 La figura 3 representa un grupo de varios dispositivos de separación tales como el de la figura 1, con el fin de obtener fracciones más concentradas en cada uno de los constituyentes de la mezcla a separar; las válvulas, compresores y bombas de vacío han sido omitidos para mayor claridad.



La mezcla gaseosa es introducida por el conducto -
 25, después de la adición de dos fracciones de igual com-
 posición, cuyo origen será indicado más adelante, en la -
 columna de absorbente 20. Se extrae una fracción enrique-
 5 cida en el constituyente menos rápidamente absorbible, --
 que es enviada por los conductos 26 y 28 a la columna de
 absorbente 22, para su enriquecimiento ulterior, después
 de recompresión en un compresor (no representado). Se ex-
 trae por otra parte de la columna de absorbente 20 por --
 10 una bomba de vacío (no representada) una fracción enrique-
 cida en el constituyente más rápidamente absorbible, que
 es impulsada por los conductos 27 y 29 a la columna de ab-
 sorbente 21, para su enriquecimiento ulterior en este úl-
 timo constituyente. La columna de separación 22 puede ir
 15 seguida de otra columna 24, y así sucesivamente; igualmen-
 te, la columna 21 puede ir seguida de otra columna 23, y
 así sucesivamente. La fracción enriquecida en el constitu-
 yente menos rápidamente absorbible, es enviada siempre a
 la columna de absorbente inmediatamente superior, mientras
 20 que la fracción enriquecida en el constituyente más rápi-
 damente absorbible es enviada a la columna inmediatamente
 inferior. Es así como la columna 20, además de la mezcla
 gaseosa a separar, es alimentada con una fracción enrique-
 cida en la columna 21 y enviada por el conducto 31, y con
 25 una fracción empobrecida en la columna 22 y enviada por -
 una bomba de vacío (no representada) y por el conducto 32;
 se eligen naturalmente las condiciones operativas (longi-
 tud de columna, presión de introducción ...) de tal mane-
 ra que las diferentes fracciones reunidas a la entrada de
 30 una columna de absorbente tengan sensiblemente la misma -



30

composición. Se extrae finalmente en la salida 34 de la columna 24 una fracción muy rica en el constituyente menos rápidamente absorbible de la mezcla, y en la salida 35 de la columna 23, que tiene una bomba de vacío, una fracción muy rica en el constituyente más rápidamente absorbible. Se puede disponer naturalmente en las secciones (22, 24,) que se puede denominar zona de concentración, y (21, 23,), que se puede denominar zona de agotamiento, un número suficiente de columnas de absorbente para obtener en fin de cuentas los dos constituyentes de la mezcla en estado sensiblemente puro.

La figura 9 representa un grupo de varios dispositivos análogos al de la figura 3, es decir, en los cuales las columnas de absorbente están divididas en dos compartimentos separados por una válvula antirretorno. En este caso, el grado de enriquecimiento de la fracción extraída en el extremo de cada columna es superior al grado de empobrecimiento de la fracción extraída del primer compartimento. La circulación de los gases es entonces la siguiente. La mezcla gaseosa a separar es introducida por el conducto 41, después de la adición de tres fracciones cuyo origen será indicado más adelante, en la columna 40, dividida en dos compartimentos 41 y 42 separados por una válvula antirretorno 43. Se recoge en la salida de la columna por el conducto 46 una fracción muy enriquecida en el constituyente menos rápidamente absorbible que es enviada después de recompresión a un compresor (no representado), no a la columna de enriquecimiento 50 inmediatamente superior, sino a la columna siguiente 70. Se recogen separadamente por degasificación las fracciones absorbidas en cada uno de los compartimentos 41 y 42; la fracción proce--

100343



dente del compartimento 42, cuya composición es sensible-
mente próxima a la de la mezcla gaseosa inicial a separar
(siendo elegidas a este efecto las condiciones operativas,
especialmente los volúmenes respectivos de los comparti-
5 mentos y el volumen del recinto de recepción, no represen-
tado, así como la presión inicial) es enviada a la entra-
da de la columna de absorbente por el conducto 45; la frac-
ción procedente del compartimento 41, enriquecida en el -
constituyente más rápidamente absorbible, es enviada por
10 el conducto 47 a la entrada de la columna de absorbente -
60 inmediatamente inferior. Este modo de circulación es -
aplicado igualmente a las fracciones extraídas de las otras
columnas de absorbente. Se devuelve, pues, a la entrada -
de la columna de absorbente 40 que recibe la mezcla gaseo-
15 sa a separar, por una parte, por el conducto 57, la frac-
ción extraída por desgasificación del primer compartimen-
to 51 de la columna de absorbente de concentración inme-
diatamente próxima, y por otra parte, por el conducto 85,
la fracción extraída en la salida de la segunda columna -
de agotamiento 80. Se recogen finalmente, por una parte,
20 por los conductos 56 y 76 dos fracciones muy enriquecidas
en el constituyente menos rápidamente absorbible y, por --
otra parte, por el conducto 87 una fracción muy enriqueci-
da en el constituyente más rápidamente absorbible. En el
25 caso en que las fracciones extraídas por los conductos 56
y 76 están constituidas ambas por el constituyente menos
rápidamente absorbibles en estado sensiblemente puro, se
pueden mezclar sin inconvenientes.

Naturalmente, el modo de agrupación indicado más -
30 arriba no ha sido dado más que a título de ejemplo y se -



5 pueden prever igualmente columnas de absorbente divididas en tres o un mayor número de compartimentos y/o enviar la fracción enriquecida extráida en el extremo de salida, no ya a la segunda columna de absorbente que le sigue, sino a la tercera columna, etc., siempre que no se mezclen más que fracciones gaseosas de composiciones sensiblemente -- iguales.

10 Se pueden combinar igualmente diferentes procedi-- mientos de separación por absorción. Por ejemplo, después de haber separado el aire en el "tamiz molecular 4A" se--
 15 gún la técnica descrita más arriba en una fracción enri-- quecida en nitrógeno y que contiene la mayor parte del ar-- gón inicial, y una fracción enriquecida en oxígeno, se -- puede someter la fracción enriquecida en nitrógeno a una
 20 separación según el "tamiz molecular 5A" que permite sepa-- rar el oxígeno y el argón del nitrógeno; la mezcla de oxí-- geno y de argón obtenida es separada entonces según el -- procedimiento de la presente solicitud de patente, con ob-- jeto de obtener argón puro.

20 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Francia el 14 de Diciembre de 1961, bajo el número P. V. 381.978, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vi-- gente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25 N O T A

30 Los puntos de invención propia y nueva que se pre-- sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTÉ años, son los siguien-- tes:



1.- Procedimiento de separación de una mezcla gaseosa binaria, por medio de un absorbente capaz de absorber, a una temperatura dada, los dos gases componentes a velocidades elevadas, pero desiguales, y susceptible de ser desgasificado sensiblemente a la misma temperatura por la sola acción del vacío, caracterizado por las operaciones sucesivas siguientes: a) en un recinto lleno de absorbente previamente desgasificado bajo vacío y susceptible de comunicar por una primera zona con un recinto de recepción, por lo menos una vez que la presión en esta primera zona rebasa un valor determinado, se introduce por una segunda zona, alejada de la primera, una cantidad dada de mezcla gaseosa, bajo una presión tal que su velocidad de circulación a través del absorbente sea suficientemente elevada para que el equilibrio de absorción no pueda establecerse entre el gas absorbido y el gas no absorbido, pero relativamente reducida con relación a la velocidad de absorción del componente más rápidamente absorbido, hasta que la presión se iguale desde la zona de introducción del recinto lleno de absorbente al recinto de recepción; b) se interrumpe enseguida la introducción de la mezcla gaseosa y se aísla el recinto lleno de absorbente del recinto de recepción; c) se extraen separadamente las fracciones presentes en el recinto de recepción y en el recinto lleno de absorbente, sometiendo por lo menos este último a la acción del vacío.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el recinto lleno de absorbente se divide



en dos compartimentos, que comprenden respectivamente la zona de introducción y la zona unida al recinto de recepción, los cuales son puestos en comunicación en el momento de la introducción de la mezcla gaseosa, y luego aislados y desgasificados separadamente a continuación, se dan a estos compartimentos y al recinto de recepción volúmenes tales que la composición de la fracción gaseosa absorbida en el compartimento que comprende la zona unida al recinto de recepción sea sensiblemente igual a la de la mezcla gaseosa a separar, y se reúne el gas extraído de este compartimento con la mezcla gaseosa a separar a continuación.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el absorbente es una ceolita sintética de diámetro efectivo de poros próximo al 4 angstroms, y la separación es efectuada cerca de la temperatura ambiente.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la mezcla gaseosa a separar es una mezcla de oxígeno y de argón.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la mezcla gaseosa a separar es el aire.

6.- Procedimiento de separación de una mezcla gaseosa binaria.

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.

283343



Esta Memoria consta de veintiseis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P. A. 13 DIC. 1962

Alberto de Elizauri
Por Fdo.

283343



Fig. 1

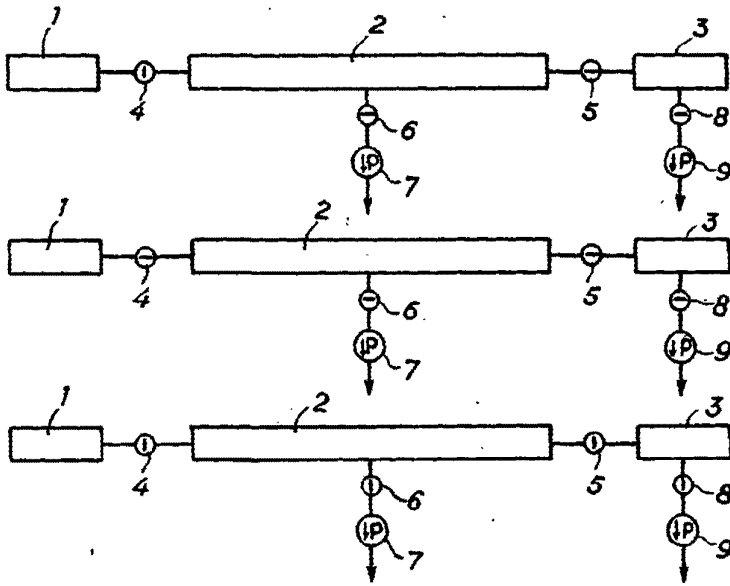
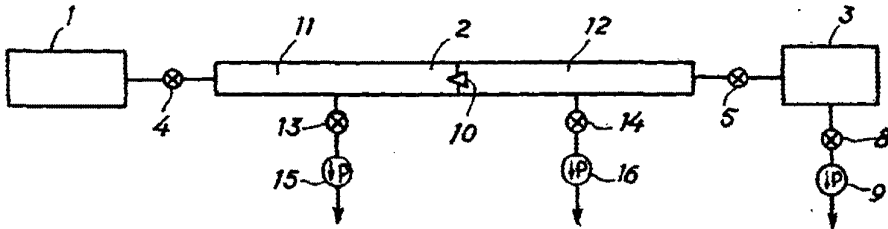


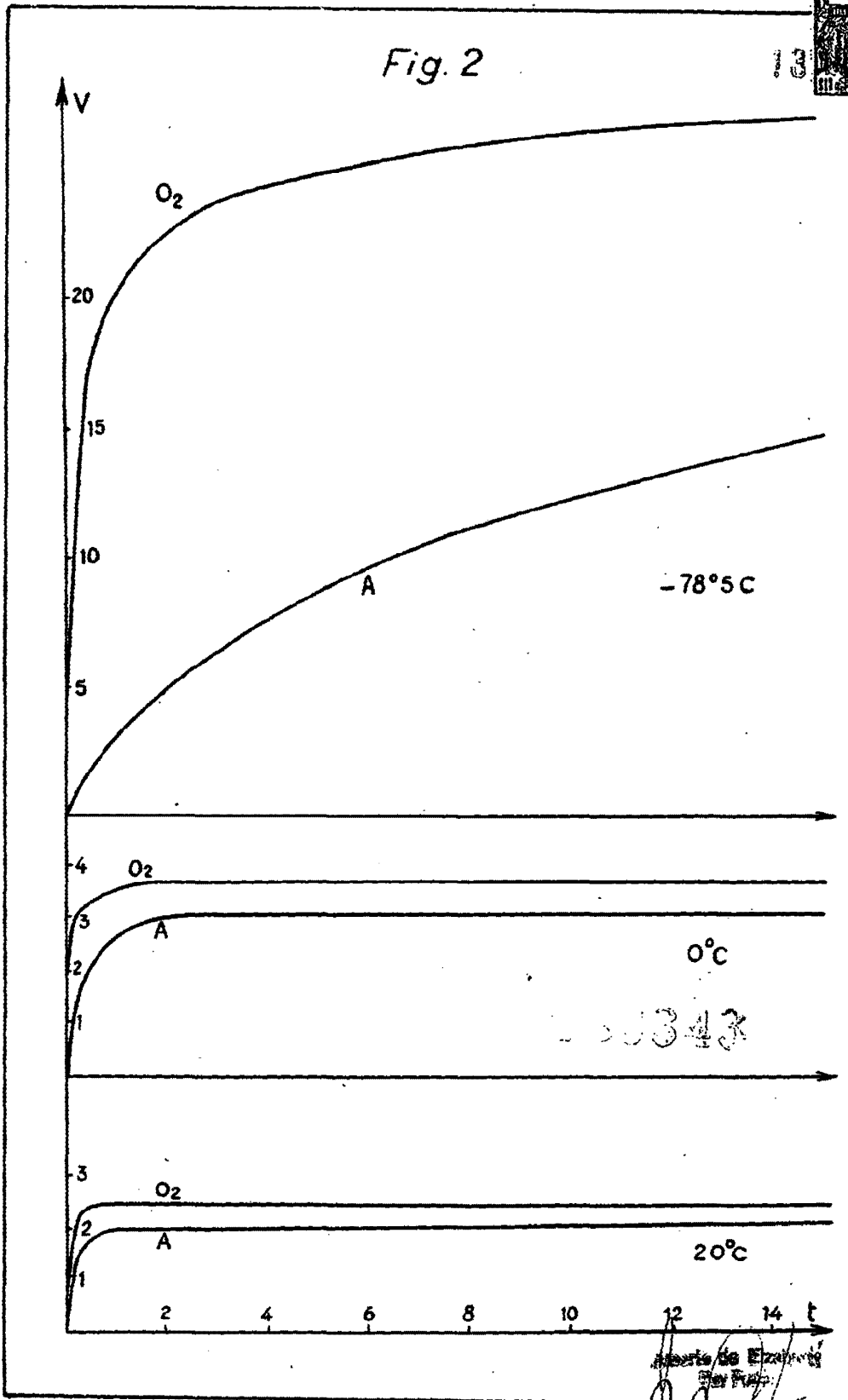
Fig. 3



Alberto de Ezaguirre
Per Poma



Fig. 2



ÉVALUATION VARIABLE L'AIR LIQUIDE SOCIÉTÉ ANONYME POUR L'ÉTUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS GEORGES CLAUDE III/V

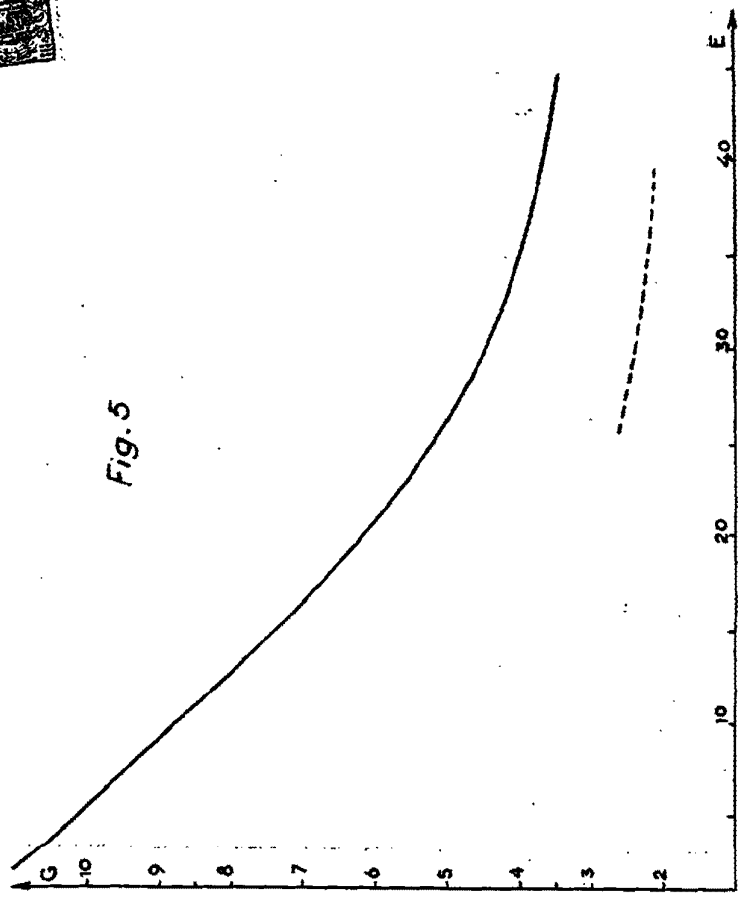


Fig. 5

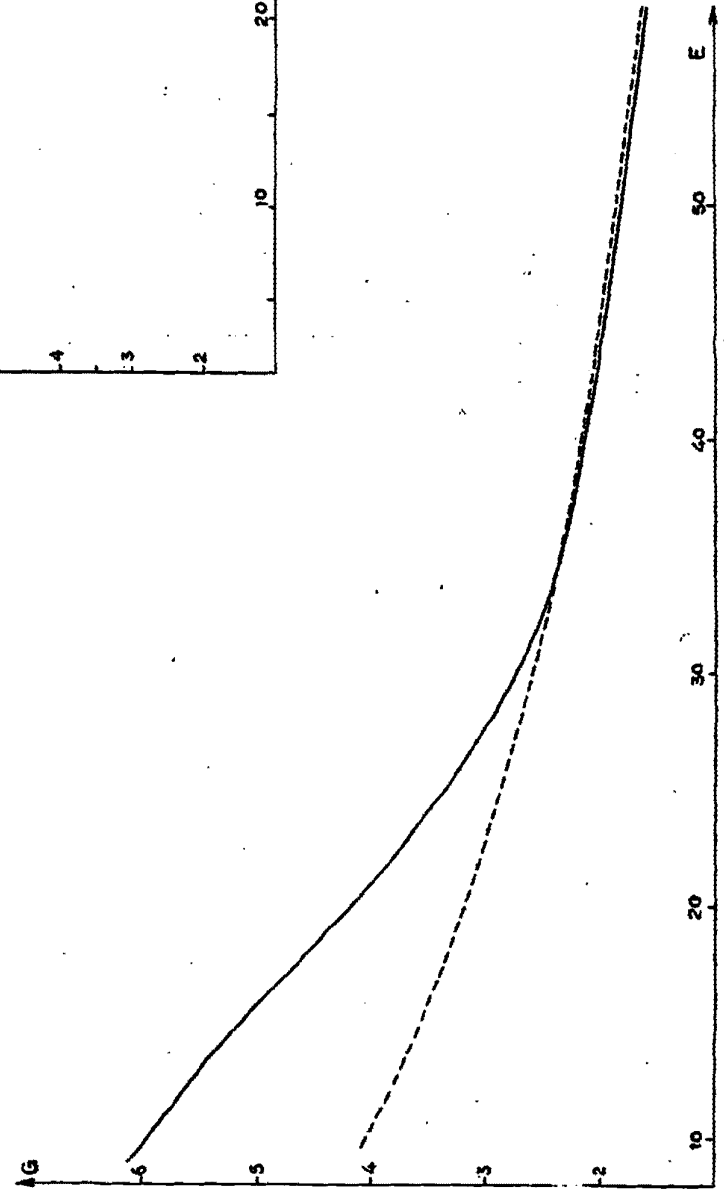


Fig. 4

233343

Georges Claude
Georges Claude



Fig. 7

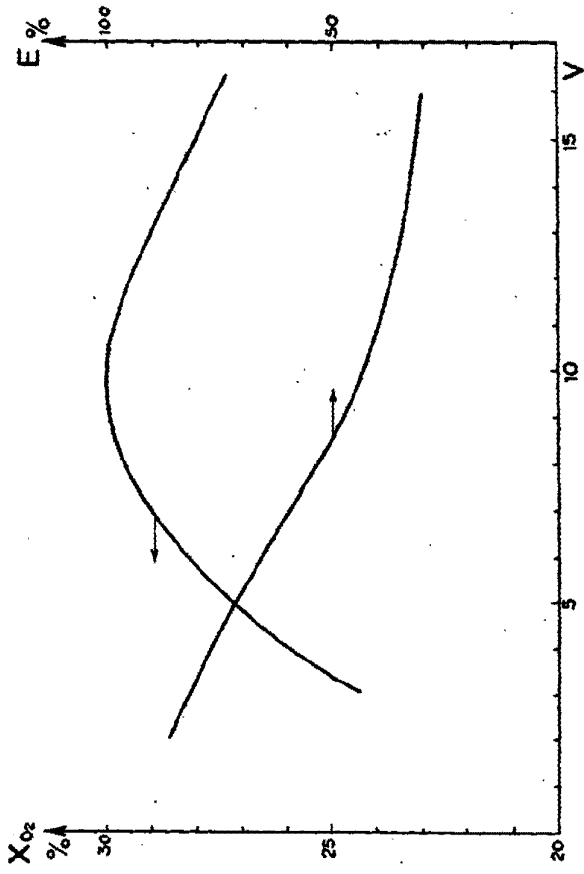
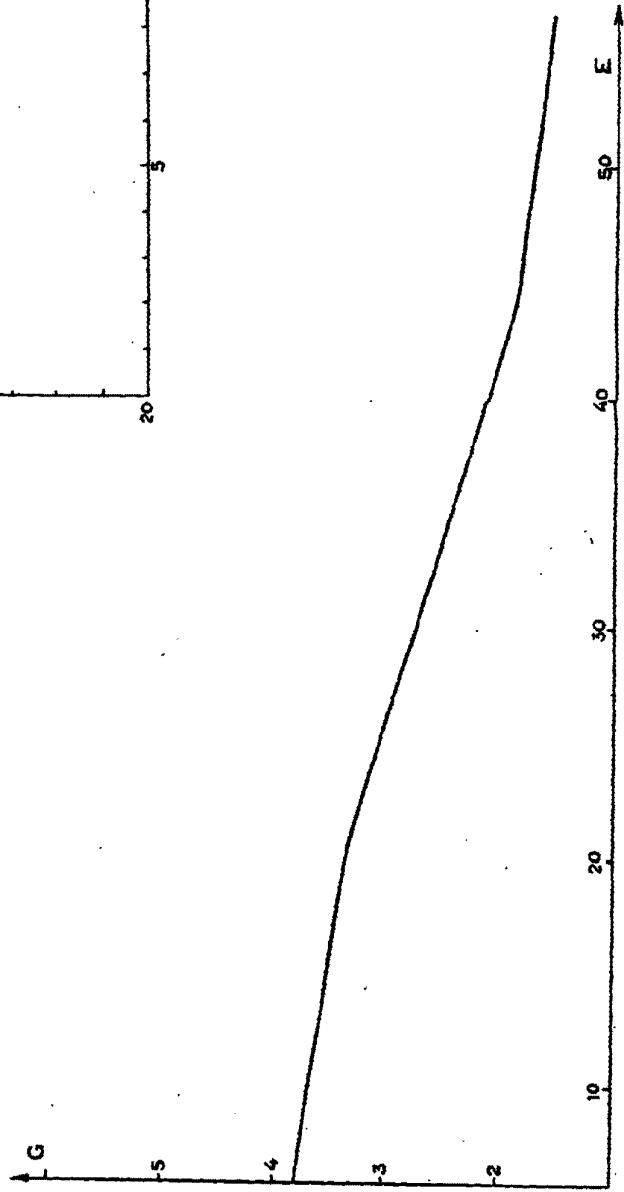


Fig. 6

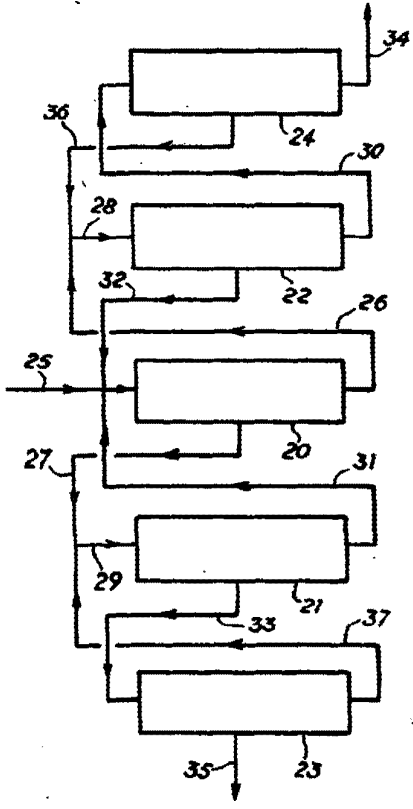


283343



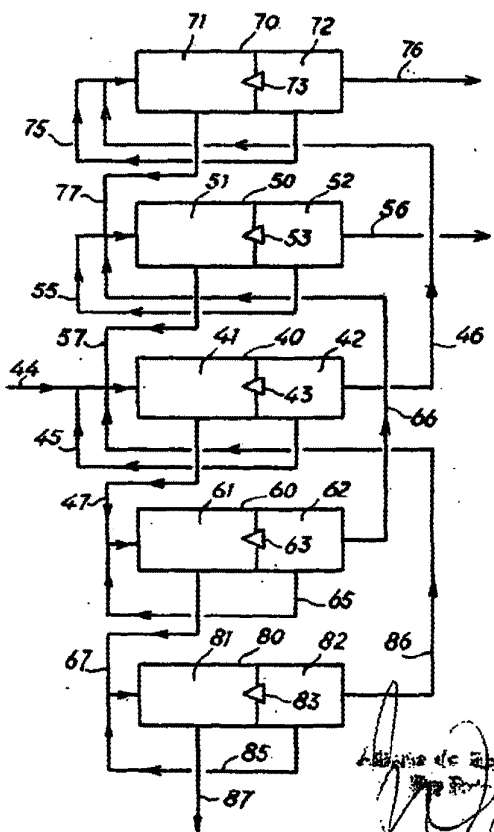
Fig. 8

130



283343

Fig. 9



Signature
A. G. de S. S.