

326762



1966

PATENTE DE INVENCION

=====

B. 1549-3.

326762

Memoria Descriptiva

sobre

"Procedimiento y dispositivo para el análisis
de mezclas pesadas por destilación molecular."

Solicitante: COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa, re-
sidente en: 29, rue de la Fédération, 75, PARIS (15ème),
Francia.

=====

El presente invento se refiere a un procedi-
miento y a un dispositivo para el análisis de mezclas
complejas de compuestos pesados, por ejemplo polifeni-
los pesados (moléculas que contienen más de tres
5. núcleos)6, de materias orgánicas contenidas en las ro-

326762



cas petrolíferas.

- Se refiere más particularmente, entre los procedimientos conocidos hasta ahora, a los que utilizan el fraccionamiento de dicha mezcla por microdestilación molecular, según los cuales, en una temperatura y presión determinadas, solo las moléculas que posean un recorrido libre superior a la distancia establecida entre dicha mezcla a analizar y un condensador se depositarán sobre este último.
- 5.
10. Tiene sobre todo por objeto hacer que tales procedimientos respondan mejor que hasta ahora a las diversas exigencias de la práctica, y se caracteriza especialmente en que permite obtener, en una sola operación, un análisis fácil y completo de cualquier mezcla compleja, incluso que comprenda constituyentes muy numerosos de compuestos pesados.
- 15.
20. Consiste principalmente en un procedimiento según el cual la mezcla a analizar se somete a una variación progresiva y continua de la temperatura que provoca una selección de los diferentes compuestos de la mezcla susceptible de análisis, al mismo tiempo que un condensador refrigerado constituido por una cinta móvil se desplaza longitudinalmente a una distancia conveniente y regulable de la citada mezcla y recoge de este modo depósitos sucesivos de dichos diferentes compuestos.
- 25.
30. Consiste igualmente en un dispositivo para la aplicación del procedimiento, caracterizado por el hecho de que comprende, por una parte, un porta-muestras regulable en altura, asociado a medios de caldeo, de control de la temperatura y de presión, y de regulación de la prime-



- el citado porta-muestras está constituido por un bloque metálico, calentado por una resistencia eléctrica, cuya temperatura está regulada por un par termoeléctrico,
- 5. - el referido porta-muestras comprende en su parte superior una concavidad que contiene la mezcla a analizar,
- el mencionado porta-muestra está aislado térmica y eléctricamente de la citada platina por aisladores de cerámica,
- 10. - dicho condensador móvil está constituido por una cinta metálica, recogida en una primera bobina, que pasa sucesivamente bajo un arco refrigerado y a lo largo de una placa de acero inoxidable de gran radio de curvatura, y se enrolla por último en una segunda bobina accionada por un micro-motor.
- 15.

De todas formas, el invento se comprenderá me jo r con ayuda del complemento de descripción que sigue y del plano anexo, cuyos co mp le me nt o y pl an o han sido fa ci li ta dos, bien entendido, a título in di ca ti vo y no li mi ta ti vo.

- 20. Como puede observarse en la figura, el porta-muestras se compone de un bloque 1 de cobre, calentado por una resistencia eléctrica 3; éste bloque comprende en su parte superior una concavidad 5 en la cual se co lo ca la mezcla a analizar 7. Un par termoeléctrico 11 pe rm ite el control y la regulación del bloque de cobre 1 y de la muestra 7.
- 25.

- 30. El bloque de cobre 1 descansa sobre una pl at ina 13 por medio de aisladores tales como 15 de cerámica.



La platina 13 está provista de un orificio 17 al cual se halla adaptada una canalización 19 por la cual se efectúa el bombeado para el establecimiento del vacío.

5. Este vacío existe en la totalidad de una campana 21 de acero inoxidable que dispone de lumbreras de observación tales como 23 y 25. Se prevén medios para efectuar la estanqueidad entre la campana 21 y la platina 13.

10. La platina 13 comprende una placa vertical 27 en la cual están dispuestos los diferentes órganos que realizan el desenrollado de una banda de papel de aluminio 29. Esta está recogida en la bobina 31, pasa a continuación bajo un arco 33 enfriado por una circulación de fluido refrigerante (especialmente alcohol etílico a -30°C, enfriado en un recipiente anexo al termostato) que
15. entra en 35 y que sale en 37, y es guiada después por una rampa 39 de gran radio de curvatura, de acero inoxidable, hacia una bobina 41 en la cual se enrolla, estando dicha bobina 41 animada en rotación por un micro-motor con reductor, alimentado en 43. De este modo puede disponerse
20. entre las bobinas 31 y 41 de una longitud aproximada de 60 cm a lo largo de la cual la banda 29 no sufre curvatura pronunciada a fin de evitar el despegue eventual de la capa de productos que se depositan al nivel del arco 33.

25. La distancia entre el bloque 1 y el arco 33 es del orden de 5 a 10 mm y es regulable en función del libre recorrido medio de las moléculas a la temperatura y presión del análisis. Con este objeto, los aisladores 15 del bloque 1 comprenden tornillos 16 de regulación en altura. Debe quedar bien entendido que este ajuste se efectúa antes de cada análisis y la altura del bloque 1 permanece
- 30.

-6 326762



constante durante el mismo; ésto precisa un conocimiento al menos aproximado de las principales moléculas de la mezcla antes de su análisis, lo que habitualmente es el caso.

5. El conjunto del recinto 21 se mantiene a un vacío de 10^{-5} mm de mercurio aproximadamente por un grupo de bombeado no representado, que comprende un separador de aire líquido, una bomba de difusión, y aparatos de control de vacío.
10. Con referencia a la figura, se describe a continuación la utilización del dispositivo para el análisis de los constituyentes de una mezcla.
- En la concavidad del bloque 1, se colocan 40 mg de la mezcla a analizar que se calienta gracias a la resistencia eléctrica 3. La elevación de la temperatura se regula automáticamente por cualquier medio apropiado como por ejemplo un micro-motor no representado, que actúa sobre un regulador de temperatura, no representado, y la temperatura se fija en un registro de doble vía, igualmente no representado, por intermedio de un par termoelectrónico 11.
15. La elevación de la temperatura puede programarse en función de la presión que reina en el recinto 21. Si esta presión, medida en las proximidades del bloque 1, tiene tendencia a elevarse, es que se vaporiza entonces uno de los constituyentes de la mezcla, y se detiene en tal caso la subida de la temperatura a fin de crear así una zona que permita el desprendimiento completo de este constituyente, a cuyo término una baja de presión indica que puede iniciarse de nuevo la elevación de temperatura hasta
- 20.
- 25.
- 30.



una siguiente zona. Este método tiene por ventaja evitar el depósito simultáneo de varios constituyentes sobre la cinta 29 y crear así sobre esta cinta zonas sucesivas de depósitos, correspondiendo cada uno de éstos a un solo constituyente.

5.

La variación de temperatura se adapta evidentemente a la composición de la mezcla a analizar, y puede por ejemplo escalonarse desde la temperatura ambiente a 700°C. Cuando el vacío del recinto alcanza un valor de 10^{-5} mm de mercurio aproximadamente, estando este vacío controlado por un indicador de ionización no representado, cuya salida está igualmente conectada al registro mencionado anteriormente, se establece la circulación del fluido refrigerante, entre 35 y 37, a una temperatura del orden de -30°C aproximadamente, en el arco de cobre 33 en el cual se desliza la banda de aluminio 29.

10.

15.

20.

25.

A medida que la temperatura de la mezcla 7 se eleva y se desenrolla la banda 29, ésta, pasando sobre la parte refrigerada del arco 33 colocada frente a la mezcla 7, recoge moléculas más y más gruesas. Al término de la destilación, se reduce la temperatura del bloque 1, se corta la circulación del refrigerante por el arco 33, y se espera a que la banda 29 haya tomado de nuevo la temperatura ambiente para romper el vacío, esto con el fin de evitar una condensación de humedad en el curso de la introducción del aire. Se retira entonces la banda 29, de 60 cm de longitud aproximadamente, que constituye un destilograma recubierto de los diferentes compuestos contenidos en la mezcla a analizar.

30.

Con preferencia, puede cortarse en tal caso

3267624



esta banda 29 en dos partes en sentido longitudinal:

- la primera parte será utilizada para el análisis por reflexión total, como por ejemplo infrarroja ó fluorescente ultravioleta, etc.
- 5. - la segunda parte podrá analizarse por espectrometría de masa.

Estos análisis podrán efectuarse directamente sobre trozos de semi-bandas obtenidas, trozos que se habrán seleccionado ya sea según largos iguales ya según las diferentes zonas observadas. Además, otra ventaja del invento reside en el hecho de poder efectuar análisis sobre cantidades muy pequeñas de materia.

10.

Debe quedar bien entendido, según se desprende además de cuanto antecede, que el presente invento no se limita en modo alguno a la forma de aplicación ni al ejemplo de realización más particularmente descrito y representado; por el contrario, comprende todas las variantes.

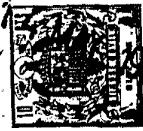
15.

N O T A

20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental; también

25. se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Francia, con fecha 14 de mayo de 1.965, nº PV, 17 156, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Inven

30.



ción por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA EL ANALISIS DE MEZCLAS PESADAS POR DESTILACION MOLECULAR", caracterizándose por lo siguiente:

- 1ª.- Procedimiento para el análisis de mezclas pesadas por destilación molecular, caracterizado porque la mezcla a analizar se somete a una variación progresiva y continua de la temperatura que provoca una selección de los diferentes compuestos de la mezcla a analizar, al mismo tiempo que un condensador refrigerado, constituido por una cinta móvil, se desplaza en sentido longitudinal a una distancia conveniente y regulable de la citada mezcla y recoge de este modo depósitos sucesivos de dichos diferentes compuestos.
- 5.
- 10.
- 2ª.- Dispositivo para la aplicación del procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque comprende, por una parte un porta-muestras ajustable en altura, asociado a medios de calentamiento de control de la temperatura y de la presión y de regulación de la primera en función de la segunda, aislado térmicamente de una platina que constituye la base de una campana estanca, provista de lumbreras de observación, en la cual puede hacerse y regular el vacío, y, por otra parte, un condensador móvil constituido por una cinta que se desliza sobre un arco enfriado por una circulación de un fluido refrigerante y se devana entre dos bobinas una de las cuales está accionada por un micro-motor con reductor, adaptándose cada vez la distancia entre dichos porta-muestras y arco al análisis a efectuar y determinándose especialmente en función del libre recorrido medio de las moléculas, y por ende, en función del pe
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

- 326762



so molecular de la mezcla a analizar.

5. 3ª.- Dispositivo, según la reivindicación 2ª, caracterizado porque la temperatura de la mezcla a analizar se fija en un registro de doble vía por intermedio de un par termoeléctrico.

10. 4ª.- Dispositivo, según la reivindicación 2ª, caracterizado porque el análisis tiene lugar en un vacío del orden de 10^{-5} mm de mercurio, controlado por un indicador de ionización cuya salida va conectada a dicho registro y a cualquier medio conveniente de regulación de la temperatura.

15. 5ª.- Dispositivo, según la reivindicación 2ª, caracterizado porque dicho condensador móvil, al término de la operación, puede cortarse en dos partes en sentido longitudinal, una de las cuales puede analizarse por rayos infrarrojos, y la otra por espectrometría de masa.

20. 6ª.- Dispositivo, según la reivindicación 2ª, caracterizado porque dicho porta-muestras está constituido por un bloque metálico calentado por una resistencia eléctrica cuya temperatura está controlada por un par termo eléctrico.

25. 7ª.- Dispositivo, según la reivindicación 2ª, caracterizado porque dicho porta-muestras comprende en su parte superior una concavidad que contiene la mezcla a analizar.

8ª.- Dispositivo, según la reivindicación 2ª, caracterizado porque el porta-muestras está aislado térmica y eléctricamente de dicha platina por aisladores de cerámica, ajustables en altura.

30. 9ª.- Dispositivo, según la reivindicación 2ª,

326762 14 MAY. 1956

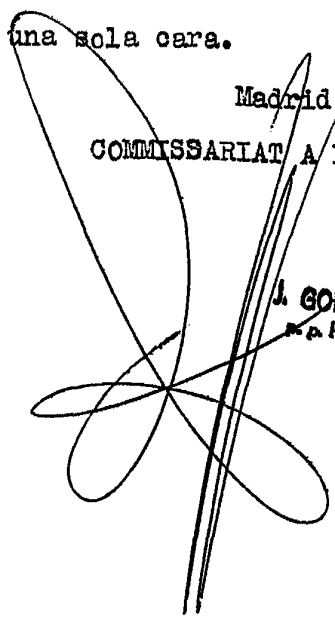
caracterizado porque el citado condensador móvil está constituido por una cinta metálica recogida en una primera bobina, que pasa sucesivamente bajo un arco refrigerado y a lo largo de una plancha de acero inoxidable de gran radio de curvatura, enrollándose por último en una segunda bobina accionada por un micro-motor.

5.

10.- "Procedimiento y dispositivo para el análisis de mezclas pesadas por destilación molecular"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

10.

Esta memoria consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.



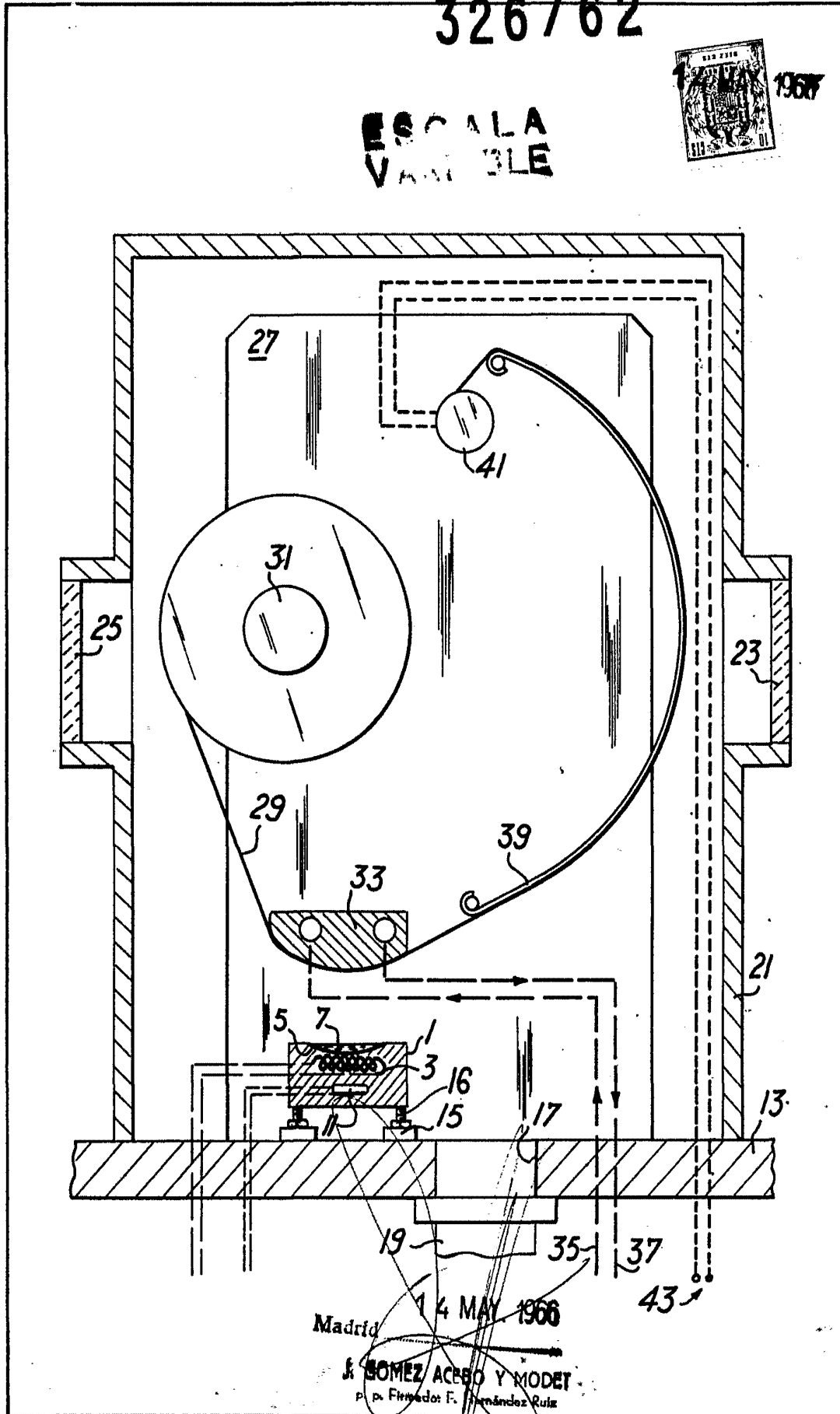
Madrid,

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, 14 MAY 1956

J. GOMEZ ACFO Y MODEJ
F. Firmado: F. Hernández Ruiz

326762

ESCALA VARIABLE



14 MAY 1966

Madrid

J. BOMEZ ACESO Y MODET
p. p. Firmado: F. Fernández Ruiz