

P - 38.138

Cas. S. 67/22

352907

Memoria descriptiva



29 MAY. 1968

para solicitar **PATENTE DE INVENCION** por **20 años**

a nombre de **SOLVAY & CIE.**

entidad / de nacionalidad **belga**

con domicilio en **33, Rue du Prince Albert, Ixelles, Bruselas, Bélgica.**

por: **"PROCEDIMIENTO PARA LA DETECCION AUTOMATICA Y CONTINUA DE CONTENIDOS EN IMPUREZAS ANORMALMENTE ELEVADOS"**
(Clase Internacional C08g).

24.5.68



5

El presente invento concierne a un procedimiento y una instalación perfeccionados para la detección automática y continua de contenidos en impurezas anormalmente elevados en un fluido, basado en el principio de la medición fotoeléctrica del cambio de coloración producido cuando el fluido a analizar es puesto en contacto con un reactivo apropiado.

10

El principio que constituye la base del invento en sí mismo bien conocido, y ha constituido el objeto de aplicaciones particulares y especialmente para la detección del cloro en el cloruro de hidrógeno; en este caso, en efecto, se mezcla el gas a analizar y una solución acuosa de naranja de metilo en un tubo de reacción dispuesto, a su vez, de manera que intercepta un haz luminoso dirigido, por un dispositivo óptico, sobre un elemento fotoeléctrico; la presencia del cloro libre en el gas a analizar provoca la decoloración de la mezcla, la cual origina una variación de alumbrado del elemento fotoeléctrico que puede leerse entonces en forma de un cambio de intensidad de la corriente que lo atraviesa.

15

20

Los aparatos detectores de cloro, construidos según este principio, incluyen, en general, un segundo elemento fotoeléctrico de referencia alumbrado constante y directamente por el haz luminoso original, con objeto de permitir determinaciones cuantitativas.

25

30

Estos aparatos, por útiles que sean, son sin embargo de un uso limitado, y convienen sobre todo cuando se trata de medir el contenido propiamente dicho en impurezas; en el ciclo de una fabricación, es importante poder detectar muy deprisa un contenido anormal en im-



5 purezas en el producto fabricado y disponer de un plazo
suficiente para que el operador pueda eventualmente in-
tervenir para corregir, si es posible, los factores res-
ponsables de esta presencia de impurezas, antes de que
ésta alcance un umbral máximo a partir del cual el produc-
to se hace inutilizable y debe ser, por consiguiente, des-
truído; en estas condiciones, es necesario disponer de
un aparato capaz de detectar un umbral mínimo a partir
del cual la intervención del operador es necesaria y ca-
10 paz, además, de provocar la destrucción del producto una
vez que el contenido de impurezas se hace demasiado ele-
vado para que cualquier intervención sea posible; los apa-
ratos de detección actualmente disponibles en el mercado
no permiten efectuar todas estas operaciones.

15 Es precisamente uno de los fines del presente
invento remediar los inconvenientes citados.

Otro objeto del invento es proporcionar un pro-
cedimiento y un dispositivo sencillos, automáticos y con-
tínuos, aptos para asegurar el control de una fabrica-
ción permitiendo la intervención del operador para el
20 caso en que el contenido descubierto no alcance todavía
el umbral crítico de destrucción.

Otro fin del invento es permitir, en particular,
una detección automática y continúa del contenido en clo-
ro y/o en bromo en el cloruro de hidrógeno.
25

El invento concierne a un procedimiento para
la detección automática y continúa de contenidos anormal-
mente elevados en impurezas en un fluido por medición de
las variaciones de la intensidad de una corriente eléc-
trica que recorre con permanencia una célula fotorresis-
30



tente sensible al cambio de coloración que se produce en un tubo de reacción donde el fluido penetra con caudal constante y se mezcla íntimamente con una solución de un reactivo específico de la impureza a detectar e introducido en el tubo de reacción con un caudal D , caracterizado porque:

- la intensidad de la corriente eléctrica que recorre la célula fotorresistente se registra en un miliamperímetro de contactos de máximo y mínimo y es regulada de manera que alcanza uno de los dos extremos de la escala del miliamperímetro una vez que el cambio de coloración de la mezcla alcanza una amplitud fija determinada previamente.

- el caudal D del reactivo de D_1 a D_2 ($D_1 < D_2$) siendo D_1 y D_2 los caudales para los cuales el cambio de coloración susceptible de llevar la intensidad de la corriente de la célula a uno de los extremos de la escala equivale, respectivamente, al contenido mínimo en impurezas que es útil detectar y al contenido máximo en impurezas a partir del cual el fluido debe ser destruido.

- el caudal D , mantenido en régimen normal a su valor D_1 , es llevado automáticamente a su valor D_2 , por apertura instantánea de una capacidad de reserva una vez que la intensidad de la corriente ha alcanzado uno de los extremos de la escala del miriamperímetro y luego disminuye progresivamente hasta su valor D_1 a medida que esta capacidad se vacía.

- simultáneamente a la apertura de la capacidad de reserva, un conjunto de relés electrónicos es puesto bajo tensión con objeto de accionar avisadores sonoros



mandar la destrucción del fluido, si la intensidad de la corriente permanece en su máximo, habida cuenta del nuevo caudal y, eventualmente, restablecer el régimen de marcha normal, si el contenido en impureza descubierto no fuera más que pasajero o ha sido posible entretanto eliminar su causa.

El invento concierne también a cualquier dispositivo conforme al procedimiento descrito más arriba.

Un esquema que simboliza las particularidades de una instalación según el invento está representado en la única figura aneja.

Una aplicación particularmente interesante del invento concierne a un dispositivo para la detección del cloro en el cloruro de hidrógeno, y ha sido realizada conforme al esquema de la figura.

El reactivo coloreado utilizado a este efecto es una solución acuosa con 100 mg de naranja de metilo 1, introducida en el tubo de reacción (1) por el conducto (2) en régimen normal con un caudal D de $325 \text{ cm}^3/\text{h}$ controlado por cuadalímetro de mercurio con contactos (3) unido a una señal de alarma (11) que anuncia variaciones anormales del caudal.

El gas a analizar, en este caso cloruro de hidrógeno eventualmente cargado de cloro, es llevado por el conducto (4) a razón de 20 l/h. Este caudal es controlado igualmente por un cuadalímetro de mercurio de contactos (5).

De esta manera, el caudal D permite detectar un contenido en cloro mínimo igual a $0,02\%$ en volumen. Por la apertura de la válvula electromagnética (10), es posi-



ble luego llevar el caudal de reactivo coloreado a su valor máximo D que corresponde a un contenido mínimo en cloro igual a $0,1\%$ en volumen.

5 En estas condiciones, la mezcla de naranja de metilo y de HCl penetra en el tubo de reacción (1) alumbrado por una lámpara (6) de 18 vatios alimentada bajo una tensión alterna de 6 voltios, y colocada delante de una célula fotorresistente (7) del tipo ORP 90 conectada en serie con una resistencia variable de $5\text{ k}\Omega$ (no representada en el esquema), estando alimentado el conjunto bajo una tensión alterna de 60 voltios. Un filtro azul (8) de color complementario al del de naranja de metilo está interpuesto entre la lámpara(6) y el tubo de reacción (1).

15 La corriente que atraviesa la célula fotorresistente es medida en un miliamperímetro de contactos (9) precedido de 4 rectificadores montados en puente (no representados); esta corriente, en funcionamiento normal, es decir, en ausencia de cloro libre en el cloruro de hidrógeno, es regulada a $2,5\text{ mA}$ (graduación central del miliamperímetro) por medio de la resistencia variable de $5\text{ k}\Omega$.

25 Cuando el contenido en cloro en el cloruro de hidrógeno alcanza $0,02\%$ se produce en las condiciones de caudales normales citados, una decoloración total de naranja de metilo que origina una iluminación óptima de la célula, lo que se traduce en una intensidad de corriente que alcanza el máximo de la escala del miliamperímetro.

30 En este momento, el relé electrónico R de acción instantánea es puesto bajo tensión y provoca:



a) La apertura de la válvula electromagnética (10) que asegura el paso de un caudal D_1 a un caudal D_2 de reactivo coloreado.

5 b) El funcionamiento de un avisador sonoro (11) que señala la presencia de cloro a la concentración de por lo menos 0,02%.

c) La puesta bajo tensión de un relé electrónico R_3 temporizado a 4 segundos.

10 d) La puesta bajo tensión de un relé electrónico R_4 temporizado a 6 segundos.

El cabo de 4 segundos, el relé R_3 intenta el desenclavamiento del relé R_2 , y pueden producirse dos casos:

15 1) La cantidad de cloro presente en el cloruro de hidrógeno es importante, ($> 0,1\%$) y mantiene la decoloración del reactivo: en este caso, el desenclavamiento de R_2 es imposible (intensidad mantenida a su máximo), R_2 permanece bajo tensión y manda al cabo de 2 segundos:

- 20
- un nuevo avisador sonoro.
 - la destrucción del cloruro de hidrógeno
 - el cierre de la válvula electromagnética

Todos los circuitos están entonces enclavados y el retorno a la normalidad no pueden hacerse más que con intervención del operador.

25 2) La cantidad de cloro libre presente en el cloruro de hidrógeno es pequeña ($< 0,1\%$) y no basta para mantener la decoloración del reactivo al nuevo régimen de caudal: en este caso, la aguja del miliamperímetro abandona su posición "máximo", y R_2 puede ser desenclavado por R_3 .

30



2 p

- El avisador nosoro es parado

- La válvula electromagnética 10 se cierra y el recipiente auxiliar de reactivo A se vacía a caudal decreciente.

5 - R cesa de ser alimentado, pero el efecto de puesta bajo ⁴tensión permanece adquirido, de modo que su tiempo de respuesta es entonces de 2 segundos.

10 Si en este momento, el contenido en cloro permanece superior a 0,02%, se producirá una nueva decoloración cuando el caudal de reactivo corresponda al contenido en cloro presente; R será accionado de nuevo, pero entonces R, cuyo ²retardo no es ya más que de 2 segundos, ⁴funcionará antes que R, y ³originará las mismas operaciones que antes:

15 De este modo, es posible utilizar el tiempo empleado por el caudal para alcanzar el umbral de detección para intervenir e intentar eliminar la presencia de cloro.

20 Si se llega a esto, o si la concentración en cloro superior a 0,02% no fuera más que pasajera, el recipiente auxiliar A se vacía completamente sin que tenga lugar una nueva detección. Un sistema de electrodos (15) colocado sobre el recipiente manda un relé electrónico R que tiene por efecto "volver a poner a cero" el relé R ⁵y ⁴devolverle su temporización inicial, o sea 6 segundos.

25

30 Independientemente del circuito que acaba de ser descrito, el aparato incluye igualmente un relé electrónico R que señala la mayoría de las averías que pueden ¹tener lugar y de ellas especialmente variaciones anormales de los caudales de reactivo y de cloruro de hidrógeno.



5

Con el fin de permitir un tiempo de respuesta lo más breve posible, es necesario que el fluido a analizar se mezcle rápidamente con el reactivo y que, una vez realizada esta mezcla, el cambio de coloración pueda ser detectado enseguida por la célula fotorresistente; estas dos condiciones pueden ser cumplidas cuando el tubo de reacción está constituido de conducciones de pequeño volumen, y cuando se introduce el fluido a analizar precisamente en la entrada de la zona de detección foto-eléctrica; el tiempo de respuesta es entonces de algunos segundos a lo sumo.

10

15

Esta aplicación descrita a título de ejemplo no tiene por finalidad limitar el empleo del dispositivo según el invento; es susceptible, por lo demás, de modificaciones en el ámbito de los equivalentes técnicos, sin salir por ello del marco del invento. Otras aplicaciones son posibles, tales como, especialmente, la detección del cloro y/o del bromo en el cloruro de hidrógeno en el agua, y, de una manera general, cualquier detección automática de impureza en un fluido cuya dosificación puede hacerse habitualmente por medio de las variaciones de coloración de un reactivo apropiado.

20

25

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Bélgica, el 9 de Mayo de 1967 N° 43.403 se acoge a los beneficios del art° 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

30

N O T A



Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de patente de invención en España por VEINTIUN años son los siguientes:

5

10

15

20

25

30

1.- Procedimiento para la detección automática y continua de contenidos en impurezas anormalmente elevados en un fluido por medición de las variaciones de la intensidad de una corriente eléctrica que recorre permanentemente una célula fotorresistente sensible al cambio de coloración que se produce en un tubo de reacción donde el fluido penetra con caudal constante y se mezcla íntimamente con una solución de un reactivo específico de la impureza a detectar e introducida en el tubo de reacción con un caudal D , caracterizado porque la intensidad de la corriente eléctrica que recorre la célula fotorresistente es registrada en un miliamperímetro con contactos de máximo y mínimo y es regulada de manera que alcanza uno de los dos extremos de la escala del miliamperímetro una vez que el cambio de coloración de la mezcla alcanza una amplitud fija y constante determinada previamente.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el caudal D del reactivo varía de D_1 a D_2 ($D_1 < D_2$), siendo D_1 y D_2 los caudales para los cuales el cambio de coloración susceptible de llevar la intensidad de la corriente de la célula a uno de los extremos de la escala equivale, respectivamente, al contenido mínimo en impurezas que es útil detectar y el contenido máximo en impurezas a partir del cual el fluido debe ser destruido.



3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el caudal D , mantenido en régimen normal a su valor D_1 , es llevado automáticamente a su valor D_2 , por apertura instantánea de una capacidad de reserva, una vez que la intensidad de la corriente ha alcanzado uno de los extremos de la escala del miliamperímetro y luego disminuye progresivamente hasta su valor D_1 , a medida que ésta capacidad se vacía.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque simultáneamente a la apertura de la capacidad de reserva, un conjunto de relés electrónicos es puesto bajo tensión con objeto de accionar avisadores sonoros, mandar la destrucción del fluido, si la intensidad de la corriente permanece en su máximo, habida cuenta del nuevo caudal y, eventualmente, restablecer el régimen de marcha normal, si el contenido en impurezas descubierto no fuera más que pasajero o ha sido posible entretanto eliminar su causa.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, aplicado a la detección del cloro y/o del bromo en un fluido que utiliza una solución acuosa de naranja de metilo como reactivo coloreado.

6.- Procedimiento para la detección automática y continua de contenidos en impurezas anormalmente elevados.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y

10 MAY.



con los fines que se han especificado.

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

Madrid,

10 MAY. 1969

P.A.

Alberto de Elizaburu
Por Orden

18.4.69

JMS/.

-12-

