

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



1978
CONCEDIDA

(10) ES	(11) NUMERO 458063	(10) A 1
	(12) FECHA DE PRESENTACION 21.4.77	

P.- 65.557

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO 633.086	(32) FECHA 18.11.75	(33) PAIS EE.UU.
---	------------------------	---------------------

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL B65D 85/50	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA 453.409
--------------------------	--	---

(64) TITULO DE LA INVENCION "MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN METODO DE FABRICACION DE RECIPIENTES DE DOBLE PARED PARA ALMACENAR MATERIALES A BAJA TEMPERATURA"
--

(71) SOLICITANTE (S) UNION CARBIDE CORPORATION

DOMICILIO DEL SOLICITANTE 270 Park Avenue, Nueva York, Nueva York, 10017, Estados Unidos de América
--

(72) INVENTOR (ES) Alfred Barthel

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ
--

1 La presente invención se refiere a un método para fabricar un recipiente aislado al vacío de doble pared para el almacenamiento de productos a temperaturas criogénicas.

5 Los recipientes aislados al vacío de doble pared son utilizados ampliamente para la conservación a largo plazo de tejidos vivientes, espermatozoides y sangre entera y para el almacenamiento y transporte de líquidos criogénicos valiosos. Estos recipientes por lo general emplean en el espacio de aislamiento al vacío, una aislamiento compuesta de capas múltiples, 10 externas libre de cargas que comprende capas de material laminar fibroso de baja conductividad compuesto de fibras para reducir la transferencia de calor por conducción gaseosa, y capas de lámina delgada flexible como barrera para la radiación. Las capas de barrera para la radiación 15 son llevadas sostenidamente en relación superpuesta por las capas laminares fibrosas para proporcionar un gran número de capas de barrera a la radiación en un espacio limitado para reducir la transmisión de calor radiante a través del espacio vacío sin aumentar perceptiblemente la transmisión de calor por la conducción de sólidos a través del mismo. 20 Cada capa de barrera a la radiación está dispuesta en relación contigua sobre lados opuestos con una capa del material laminar fibroso, estando orientadas las fibras substancialmente paralelas a la capa de barrera a la radiación y substancialmente perpendiculares a la dirección de infiltración del calor a través del espacio de aislamiento. 25

Uno de estos materiales laminares fibrosos de uso común descrito en la patente estadounidense No. 3.009.600 a nombre de Matsch está compuesto de fibras de vidrio de pequeño diámetro (aproximadamente 0,5 micrón) en láminas per- 30

1 manentemente precompactadas de aproximadamente 0,0381 mm
(1,5 mils) y que pesan aproximadamente 16 gramos por metro
cuadrado (1,5 gramos por pie cuadrado)(en adelante denomina
do "microfibra de vidrio"). La extrema finura de la microf
5 bra de vidrio ofrece una integridad mecánica del separador
en forma de lámina muy fina sin tener que confiar en aglome
rantes químicos para "encolar" las fibras en conjunto. Cuan
do se instala una aislación que consiste en láminas de mi
crofibra de vidrio que alternan con láminas delgadas de alu
10 minio en densidad próxima al óptimo de 27 capas por centíme
tro (70 capas por pulgada) y en un vacío de menos de 0,1 mi
croón Hg absoluto, su conductividad térmica es de aproximada
mente $2,5 \times 10^{-5}$ Btu/hr.pie.²F. Si un recipiente de 29 litros
de nitrógeno líquido es provisto con una aislación de esta
15 clase, es capaz de obtener una tasa de evaporación normal
(NER) de aproximadamente 145 gramos de nitrógeno líquido por
día.

Las desventajas de la microfibra de vidrio consis
ten en su elevado costo y su extrema sensibilidad a la com
20 presión mecánica. Esta última característica ha sido expli
cada como resultado del aumento del número de contactos de
fibra a fibra dentro de la lámina que en efecto acorta el
trayecto del flujo térmico entre las láminas metálicas re
flectivas separadas por la lámina de fibra. En el uso prác
25 tico de los separadores en forma permanentemente precompac
tada en la aislación de capas múltiples, generalmente es
imposible evitar la alta compresión por lo menos en áreas
localizadas de la aislación.

Un material de fibra de vidrio alternativo, des
30 crito en la patente estadounidense No. 3.145.515 a nombre

1 de Clapsadle es el gran diámetro de las fibras (1,6-2,6 mi-
crones) en láminas "continuas" sin compactar esponjosas sin
una cantidad significativa de aglomerante. La falta de re-
sistencia y la baja capacidad de manipulación, característi-
5 ca de este separador son compensadas sosteniendo la lámina
de fibra continuamente sobre otras de material laminar más
fuerte tal como la lámina metálica reflectiva usada en la
aislación. Así, la lámina metálica de soporte puede ser in-
tercalada con la lámina de fibras delicada en el momento que
10 se produce esta última, y posteriormente, los dos componen-
tes son manipulados y aplicados en conjunto durante la fa-
bricación del recipiente como una sola capa compuesta. La
aislación de capas múltiples resultantes es excelente para
recipientes grandes, requiriendo una aislación moderadamen-
15 te eficaz, pero su conductividad térmica (aproximadamente
 10×10^{-5} Btu/hr.pie.²F) no satisface los requisitos extremos
para los recipientes criogénicos pequeños con largo tiempo
de "retención".

Una alternativa para las láminas de fibra de vi-
20 drio son los separadores de fibra orgánica descritos en la
patente estadounidense No. 3.265.236 a nombre de Gibbon y
otros, que tiene determinadas especificaciones que incluyen
una conductividad térmica intrínseca inferior a la del vi-
drio. Como ejemplo, la patente expresa que con una fibra de
25 rayón, se obtiene una conductividad térmica mínima para la
aislación de capas múltiples que es igual a la aislación de
capas múltiples de fibra de vidrio pero con fibras de diá-
metro 16 a 24 veces más grande. A fin de obtener caracterís-
ticas de resistencia y buen manipuleo con fibras grandes en
láminas delgadas, la patente considera el uso de aglomeran-
30

1 tes tales como el acetato de polivinilo en cantidad tal como el 14% ponderal de la lámina. Se revelan materiales laminares que pesan 15,86 y 11,93 gramos por metro cuadrado.

Además del rayón otros materiales de fibra orgánica apropiados revelados son el algodón, dacrón, Dynel y nylon. El Dacrón es un poliéster producido por condensación del tereftalato de dimetilo, el nylon es una poliamida y el Dynel es un copolímero de cloruro de vinilo y acrilonitrilo.

De acuerdo con la patente de Gibbon y otros, las láminas de fibra se pueden producir a partir de estos materiales orgánicos usando la maquinaria de fabricación de papel o la textil. En las instalaciones comerciales, sin embargo no se han usado láminas textiles debido a su costo relativamente alto y su baja eficiencia térmica. En la maquinaria de fabricación de papel, las fibras son colocadas sobre una criba en movimiento y son comprimidas mientras están húmedas como por ejemplo entre rodillos, de modo que después de secar, el papel retiene un estado comprimido. Los materiales laminares producidos a partir de fibras de rayón de gran diámetro (por ejemplo, 12 a 18 micrones), de bajos espesores (por ejemplo 0,0254 milímetro a 0,0508 milímetro) y de bajo peso (por ejemplo 8,6 a 16,1 gramos por metro cuadrado) brindan excelentes separadores para las aislaciones compuestas. Uno de estos materiales aplicados a una densidad de capa próxima al óptimo de aproximadamente 27 capas por centímetro provee una conductividad térmica del orden de 2×10^{-5} Btu/hr.pie.²F. Las láminas de fibra son de costo razonable siendo producidas fácilmente en maquinaria de fabricación de papel de proceso en húmedo.

Desafortunadamente, el uso de algunas de las fi-

1 bras orgánicas mencionadas precedentemente presenta otros
problemas. La fibra de rayón y muchas otras fibras orgáni-
cas tienen una fuerte afinidad por el agua. Cuando son ex-
puestas a la atmósfera con humedad normal, tales fibras ab-
5 sorben grandes cantidades de agua, siendo típicas cantida-
des entre el 8 y el 20% del peso de la fibra. Cuando éstas
son evacuadas, el agua absorbida es desprendida profusamen-
te en una amplia gama de presiones y durante prolongados pe-
ríodos de tiempo.

10 Cuando se instalan aislaciones de capas múltiples
entre las paredes de un recipiente criogénico y son evacua-
das, deben adoptarse disposiciones apropiadas en el espacio
de aislación para inmovilizar los gases que se desprenden
de los materiales expuestos al vacío y que inadvertidamente
15 ingresan al espacio a través de grietas diminutas. El medio
usual para purgar estos gases un adsorbente altamente acti-
vo tal como un tamiz molecular 5A (zeolita cálcica A) que
es instalado contra la pared externa fría del recipiente in-
terno según lo revela la patente estadounidense 2.900.800
20 de Loveday. El adsorbente cuando es enfriado a la temperatu-
ra del nitrógeno líquido, tiene una elevada afinidad para
la mayoría de los gases atmosféricos. Su capacidad para el
agua es aún superior y dado que la pre-adsorción de agua re-
duce su capacidad por el oxígeno, el nitrógeno y el argón,
25 debe ser instalado en estado pre-seco y expuesto a atmósfe-
ras con humedad normal durante un tiempo mínimo antes de se-
llar y evacuar el espacio de aislación. Cuando es instalado
así, una cantidad relativamente pequeña de tamiz molecular
5A es capaz de mantener una presión absoluta inferior a 0,5
30 micrón Hg durante las condiciones de servicio en frío. El

1 hidrógeno es también desprendido en los espacios de aislación al vacío y no es inmovilizado fácilmente por los adsor-
bentes físicos. Sin embargo el hidrógeno gaseoso puede ser
removido por reacción sobre un adsorbente adecuado tal como
5 el óxido de paladio según lo revela Matsch y otros en la
patente estadounidense No. 3.108.706.

Si bien se pueden producir recipientes de almace-
namiento criogénico de doble pared satisfactorio a partir
de materiales y mediante procedimientos como los descritos
10 precedentemente, la evacuación de tales recipientes es cos-
tosa y prolongada. El paso final en el procedimiento de fa-
bricación se convierte en un serio atascamiento en la produ-
cción, requiere una gran cantidad de estaciones de evacuación
en la fábrica, consume cantidades substanciales de energía
15 y aumenta significativamente los costos de producción de los
recipientes. El tiempo requerido para la evacuación general-
mente supera en mucho las 8 horas de modo que este paso ter-
minal se extiende durante 1 o más días de tiempo de procesa-
miento. En este procedimiento el espacio entre el recipiente
20 interno y la caja externa es evacuado durante un período
prolongado de tiempo para remover no sólo los gases libres
del espacio, sino también los gases adsorbidos de las enor-
mes áreas superficiales de las protecciones, fibras, pare-
des y absorbentes dentro del espacio de aislación. La eva-
cuación inicial mediante una bomba mecánica hasta una pre-
25 sión dentro del espacio de aislación del orden de los 1.000
micrones Hg prosigue rápidamente, generalmente en menos de
15 minutos de tiempo. Entonces la evacuación es cambiada a
una bomba de difusión durante un período de tiempo muy pro-
30 longado para remover los gases desorbentes del espacio de

1 aislación. La presión final típicamente descenderá por deba
jo de los 50 micrones Hg. Cuando el recipiente es puesto en
servicio y el adsorbente es enfriado hasta la temperatura
criogénica, el adsorbente "captura" e inmoviliza el gas res
5 tante dentro del espacio y produce la baja presión absoluta
deseada inferior a 0,5 micrón Hg y preferiblemente por deba
jo de 0,1 micrón. Sin embargo, una cantidad de adsorbente
que puede ser acomodada razonablemente en el espacio vacío
no podrá producir esta baja presión o mantener tal presión
10 durante una vida útil prolongada a menos que los gases pre-
adsorbidos sean bombeados efectivamente fuera del sistema
de aislación durante la fabricación del recipiente.

Una curva de presión-tiempo de evacuación típica
para un recipiente del arte anterior es ilustrada en la Fi-
15 gura 1 como la curva A próxima a la más alta. El recipiente
tiene 29 litros de capacidad y está provisto de una aisla-
ción de capas múltiples de lámina de fibra de rayón y lámi-
na de aluminio y adsorbente de tamiz molecular 5A. Como se
expresó precedentemente, la presión cae rápidamente hasta
20 un nivel entre 100 y 1.000 micrones pero luego disminuye
lentamente. La experiencia en la producción comercial ha de-
mostrado que se requiere un período de evacuación mínimo de
18 horas y preferiblemente 24 horas para obtener un rendi-
miento de aislación satisfactorio con este sistema. Si esta
25 evacuación tan prolongada no se realiza, no se obtendrá el
necesario vacío de servicio inferior a 0,5 micrón Hg ni se
mantendrá en la aislación.

El objeto de la presente invención es proveer un
método mejorado para fabricar un recipiente de almacenamien-
30 to criogénico de doble pared empleando aislación térmica de

1 capas múltiples del tipo de fibra orgánica que no requiere un pre-secado de la lámina fibrosa, un adsorbente seco y el armado en una atmósfera deshumedecida.

5 Otros objetos resultarán evidentes por la siguiente revelación y las reivindicaciones adjuntas.

La presente invención se refiere a un método para fabricar un dispositivo de aislación térmica mejorado para el espacio de vacío de un recipiente de doble pared para almacenar materiales a baja temperatura.

10 El recipiente es de un tipo general que consiste en una vasija interna para contener el material a baja temperatura, una caja externa más grande hermética a los gases que tiene paredes autoportantes rígidas alrededor de la vasija interna de tamaño tal como para formar un espacio libre de carga intermedio evacuado de una presión absoluta inferior aproximadamente a 0,5 micrón de mercurio. Este espacio contiene aislación térmica de capas múltiples que comprende barreras a la radiación de láminas delgadas flexibles sostenidas por, y en relación alternante con, capas de láminas fibrosas orgánicas de baja conductividad en forma permanentemente compactadas. En la presente invención las capas laminares fibrosas tienen un valor de recuperación de agua inferior al 1% ponderal, pesan menos de 21 gramos por metro cuadrado, estando comprendidas por fibras que tienen una conductividad térmica intrínseca inferior a 0,2 Btu/hr.pie. 25 9F y un diámetro efectivo de por lo menos 1 micrón. Las fibras están dispuestas en relación de cruce superpuesto al azar en planos paralelos a la superficie laminar con por lo menos algunos puntos de contacto entre las fibras adherido. Las fibras se seleccionan entre el grupo que consiste en po 30

1 liolefinas, poliésteres, poli (cloruro de vinil), poli (clo
ruro de vinidileno) y copolímeros de acrilonitrilo y cloru
ro de vinilo. Se provee un material adsorbente de carbón ac
5 tivado en relación de contigüidad con la superficie externa
de la vasija interna y tiene adsorptividad inferior al 2%
ponderal.

En el método de fabricación de acuerdo con la pre
sente invención, el material adsorbente de carbón activado
que tiene adsorptividad de agua inferior al 2% ponderal es
10 posicionado en relación de contigüidad con la superficie ex
terna de la vasija interna en contacto de equilibrio gaseo
so con el aire atmosférico. El material laminar está provis
to en forma de capas fibrosas que tienen un valor de recupe
ración inferior al 1% ponderal, pesando menos de aproximada
15 mente 21 gramos por metro cuadrado, estando comprendido por
fibras que tienen una conductividad interna intrínseca in
ferior a 0,2 Btu/hr.pie.²F y un diámetro efectivo de por lo
menos 1 micrón, y las fibras dispuestas en relación de cru
ce superpuesto al azar en planos paralelos a la superficie
20 laminar teniendo por lo menos algunos puntos de contactos
entre las fibras adheridos. Las fibras son seleccionadas en
tre el grupo que consiste en poliolefinas, poliésteres, po
li (cloruro de vinilo), poli (cloruro de vinilideno) y copo
límeros de acrilonitrilo y cloruro de vinilo. Las capas de
25 lámina fibrosa y barreras a la radiación son envueltas alre
dedor de la vasija interna en capas alternas de manera que
proporcionan por lo menos 11 capas de barreras de radiación
laminar por centímetro (30 capas por pulgada) de espesor de
aislación de capas múltiples en posición envuelta siendo
30 realizada la envoltura en equilibrio de contacto de gas con

1 el aire atmosférico. La caja externa es posicionada alrededor de la superficie externa de la aislación de capas múltiples envueltas de manera que forma un espacio evacuable. Este último es evacuado lo suficiente como para reducir la
5 presión de este espacio a menos de 70 micrones de mercurio a temperatura ambiente en menos de 6 horas. El espacio evacuado es luego sellado.

La figura 1 es un gráfico que ilustra la presión de evacuación a temperatura ambiente para diversos dispositivos de capas múltiples compuestos y adsorbentes en función del tiempo de evacuación;

la figura 2 es una vista alzada frontal parcialmente en corte, de un recipiente de gas licuado de doble pared en el cual se puede poner en práctica la presente invención;

la figura 3 es una vista isométrica de la aislación térmica de capas múltiples compuestas en posición aplanaada con partes fragmentadas para exponer las capas subyacentes; y

la figura 4 es una vista alzada tomada en sección transversal de una aislación de capas múltiples de acuerdo con la presente invención.

Tal como se emplea aquí, "valor de recuperación de agua" es una cifra arbitraria adoptada formalmente como la recuperación a ser utilizada con el peso secado en horno al calcular el peso comercial o legal de embarques por entrega de cualquier material específico, según lo define la norma ASTM D 1909-68 (reapproved 1973). Los valores representativos enumerados en la misma incluye los siguientes:

	<u>Fibra</u>	<u>Porcentaje recuperación de agua</u>
1	Acrílico	1,5
	Hilado de algodón natural	7,0
5	Vidrio	0,0
	Cáñamo	12,0
	Nodacrílico Clase I	0,4
	Nylon (polyamida)	4,5
	Olefina	0,0
	Poliéster	0,4
10	Rayón	11,0
	Saran	0,0
	Spandex	1,3
	Vinal	4,5
	Vinyon	0,0
15	Lana	13,6

"Diámetro efectivo" es el diámetro de una fibra circular que tiene la misma área de corte transversal de material sólido que la fibra que es medida. A manera de ejemplo, si la fibra es sólida y circular, el diámetro efectivo es el diámetro tal como se mide. Si la fibra es hueca el diámetro efectivo se basa sobre la medición del material de fibra real ignorando el lumen. Si la fibra tiene una sección transversal no circular, el diámetro efectivo es determinado midiendo el área de sección transversal real y calculando el diámetro de una sección transversal circular que tiene la misma área de sección transversal. Si el diámetro de la fibra varía de un extremo al otro, el diámetro efectivo es un valor promedio.

Tal como se emplea en esta memoria, la "adsortivi

1 dad de agua" del carbón adsorbente se basa en el procedi-
miento de medición por secado en horno en la norma ASTM D
2867-70 para materiales sin compuestos orgánicos no misci-
bles en agua.

5 En el método de fabricación de acuerdo con la pre-
sente invención, tanto el posicionamiento del material ad-
sorbente de carbón como la envoltura de lámina de capa fi-
brósa-barrera de radiación son realizados en contacto de
equilibrio gaseoso con el aire atmosférico. Esto se refiere
10 al equilibrio de la presión y de la composición. A manera
de ejemplo, la fabricación se puede realizar en cualquier
espacio cerrado sin deshumedecimiento. Queda entendido que
no se requiere acondicionamiento de aire en tal espacio pa-
ra los fines de este método, pero no es excluido si es con-
15 veniente por motivos no relacionados con el mismo método.

Las láminas de fibras de acuerdo con la presente
invención se pueden producir por una variedad de métodos
bien conocidos en las artes de la fabricación del papel y
de los textiles. Se pueden producir mediante proceso en hú-
medo a partir de suspensiones de fibras para fabricación de
20 papel o fibras cortadas o depositadas en seco en forma de
fibra continua denominadas comúnmente como adhesión en hil-
do. Las fibras pueden ser homogéneas en su composición y en
sus propiedades físicas, o se pueden emplear mezclas de fi-
bras que difieren en composición y propiedades. Los aglome-
25 rantes son los utilizados comúnmente en la fabricación de
papel y resultan aceptables para los fines de la presente
invención mientras su adsorptividad de agua característica-
mente elevada no aumente el valor de recuperación de agua de
la lámina de fibras en más del 1%. El efecto perjudicial del
30

1 alto valor de recuperación de agua será analizado más adelante, y se lo demostrará por comparación de las curvas B y E en la figura 1.

5 En la adhesión por hilado las fibras individuales son fijadas en la lámina mediante una fusión térmica ocasional de puntos de contacto de fibra a fibra, tal fusión térmica entre las fibras justifica la resistencia y compacidad de la lámina y no se emplean adhesivos no fibrosos. A manera de ilustración, un método de adhesión por hilado es descrito en las patentes estadounidenses No. 3.502.538 a nombre
10 de Peterson y No. 3.296.944 a nombre de Levy, por el cual una mezcla de dos fibras que tienen diferentes puntos de ablandamiento es posada en forma de lámina continua y es subsiguientemente calentada en una corriente de gas caliente tal como el vapor de agua para adherir en conjunto a las
15 fibras. En otra técnica de adhesión por hilado, fibras homogéneas o mezcladas son adheridas térmicamente mediante rodillos calentados bajo una ligera compresión. En otro ejemplo más, la patente estadounidense No. 3.368.934 a nombre de
20 Vosburgh describe un patrón de adhesión por hilado mediante el cual las fibras son fundidas térmicamente en numerosos puntos diminutos localizados por el pasaje a través de rodillos gofrados calientes.

25 Por lo que antecede resultará evidente que al especificar que la lámina de fibra tiene por lo menos algunos puntos de contacto entre las fibras adheridos, la adhesión puede ser directamente entre fibras contiguas o a través de un aglomerante intermedio. La adhesión de fibras directas se prefiere para formar las aislaciones de capas múltiples
30 en relación alternadas con barreras a la radiación con con-

1 ductividad térmica inferior, según se reivindica en una so-
licitud de patente estadounidense "aislación térmica" pre-
sentada simultáneamente bajo el nombre de Alfred Barthel.

5 Como se mencionó previamente, sólo determinados
tipos de fibras orgánicas son apropiados para la práctica
de esta invención. Las poliolefinas apropiadas incluyen al
polietileno, como por ejemplo en vendido Thiokol Chemical
Corp., Waynesboro, Ohio, bajo la designación "DPL" y poli-
propileno, como por ejemplo el vendido bajo la marca regis-
10 trada "Herculon" por Hércules, Inc., Wilmington, Dela. Los
poliésteres apropiados incluyen algunos de los vendidos ba-
jo las marcas registradas Dacron (E. I. Dupont) y Kodel
(Tennessee Eastman Co., Kingsport, Tennessee). Una fibra de
poli (cloruro de vinilideno) apropiada es vendida por Amtech
15 Inc., Odenton, Md., posiblemente manufacturada para el mate-
rial obtenido de Dow Chemical Co., Midland, Mich., bajo la
marca registrada "Saran". La mayoría de las fibras del tipo
del polímero de vinilo tienen valores de recuperación de
agua que superan al 1% y son insatisfactorias. Un copolíme-
20 ro de acrilonitrilo y cloruro de vinilo apropiado es vendi-
do por Union Carbide Corporation bajo la marca registrada
"Dynel". La mayoría de las fibras del tipo acrílico tienen
valores de recuperación de agua prohibitivamente elevados.
Un poli (cloruro de vinilo) apropiado es vendido bajo el
25 nombre de "vinyon" por FMC Corp., Philadelphia, Pa.

El diámetro efectivo de las fibras individuales
que comprenden a la lámina fibrosa es de por lo menos 1 mi-
crón, preferiblemente inferior a 30 micrones, y más preferi-
blemente de 3 a 30 micrones. Las fibras con diámetro efecti-
30 vo inferior a 1 micrón probablemente no requieren ser adhe-

1 ridas y las fibras relativamente grandes aumentan excesiva-
mente la transferencia de calor por la conducción del sólido,
y también el espesor de la lámina fibrosa. Esta última
característica reduce el número de protección contra la ra-
5 diación que pueden ser instaladas por unidad de espesor de
la aislación de capas múltiples. Sin embargo las fibras de
diámetro más grandes tienden a ser menos costosas. El mar-
gén mencionado precedentemente es un equilibrio de estas ca-
racterísticas.

10 Como se expresó precedentemente, las capas de lá-
mina fibrosa presente pesan menos de 21 gramos por metro
cuadrado, preferiblemente menos de 16 gramos por metro cua-
drado. Esto parcialmente se debe a que la aislación térmica
de capas múltiples de acuerdo con la presente invención de-
15 be ser muy eficaz para llevar al mínimo la transferencia de
calor total por la conducción sólida y la radiación. El uso
de láminas delgadas y livianas separa efectivamente las ba-
rreras de radiación adyacentes mientras que las láminas fi-
brosas más densas emplean más fibras y aumentan la transfe-
20 rencia de calor por la conducción de sólidos. Como se estu-
dia más adelante en mayor detalle y se ilustra en la figu-
ra 4, las fibras individuales se cree que "flotan" u ondu-
lan en contacto de punto a punto entre barreras de radia-
ción adyacentes, y las láminas más gruesas reducirían estas
25 características. Además, el uso de láminas fibrosas delga-
das de baja densidad permiten un mayor número de proteccio-
nes contra la radiación por unidad de medida sin comprimir
indebidamente a las láminas fibrosas.

30 Todo material adsorbente de carbón activado que
tenga adsorptividad de agua inferior al 2% ponderal es apro-

1 piado (preferiblemente inferior al 1%), y muchos están dis-
 5 disponibles en el comercio presentando un área superficial de
 800 a 1.200 metros cuadrados por gramo. Los adsorbentes de
 carbón son fabricados por ejemplo a partir de material básic
 5 co de petróleo o carbón y se pueden comprar de la Union Car-
 bide Corporation como calidades "Columbia" JXC, MBV y MBU.
 También un carbón activado apropiado es vendido por Witco
 Chemicals Company, New York City, New York, como calidad
 337.

10 Volviendo ahora a la figura 1, las curvas A a E
 ilustran las características de relación de presión de evua-
 cuación contra tiempo de evacuación de diversos dispositi-
 vos compuestos de capas múltiples y adsorbentes incluso los
 de la técnica anterior y la presente invención. En cada ca-
 15 so la aislación de capas múltiples fue envuelta en la misma
 forma orbital (y a la misma densidad) descrita en la paten-
 te estadounidense No. 3.504.820 a nombre de Barthel sin una
 envoltura en espiral simultánea, alrededor de una vasija
 idéntica de 29 litros. La barrera laminar a la radiación
 20 fue de hoja de aluminio blando, de 0,0762 milímetro de es-
 pesor y 76,2 milímetros de ancho, y la lámina fibrosa perma-
 nentemente compactada fue de 85,72 milímetros de ancho. Los
 diversos dispositivos de aislación térmica y adsorbentes de
 láminas de fibras de capas múltiples y hoja de aluminio son
 25 los siguientes:

TABLA I

<u>Curva</u>	<u>Aislación de fibra</u>	<u>Adsorbente</u>
A	rayón	tamiz molecular 5A
B	rayón	carbón activado
30 C	poliéster	tamiz molecular 5A

1	<u>Curva</u>	<u>Aislación de fibra</u>	<u>Adsorbente</u>
	D	poliéster más flóculos flóculos manila	tamiz molecular 5A
	E-1	poliéster	carbón activado
5	E-2	poliolefina	carbón activado

En la mayoría de los casos la curva de la figura 1 son valores medios basados en los rendimientos individuales de diversos dispositivos idénticos. La curva E ilustra a los dispositivos de carbón activado de poliéster E-1 y poliolefina E-2 puesto que sus rendimientos experimentales fueron substancialmente idénticos para los fines de esta comparación.

La lámina de fibras de rayón de las curvas A y B pesó aproximadamente 9 gramos por metro cuadrado, compuesta de fibras que tenían una conductividad térmica intrínseca de 0,12-0,21 Btu/hr.pie.²F, y un diámetro efectivo de 12 micrones y un valor de recuperación de agua del 11% ponderal. La lámina de fibra de poliéster de las curvas C y E-1 pesó aproximadamente 13,5 gramos por metro cuadrado compuesta de fibras que tenían una conductividad térmica intrínseca de 0,095 Btu/hr.pie.²F, y un diámetro efectivo de 17 micrones y un valor de recuperación de agua de 0,4% ponderal. Esta lámina de fibra de poliéster fue del tipo adherido por hilado comprada de E.I.DuPont de Nemours and Co., Wilmington, Delaware, bajo la marca registrada "Reemay". La lámina de la fibra de poliolefina de la curva E-2 pesó aproximadamente 14,5 gramos por metro cuadrado, compuesta de fibras que tienen una conductividad térmica intrínseca de 0,0725 Btu/hr.pie.²F, y un diámetro efectivo de 27 micrones y un valor de recuperación de agua inferior a 0,01% ponderal. Esta lá

1 mina de poliolefina era de polipropileno del tipo de adhe-
sión por hilado comprado de Acme Mills Company, 5151 Lorai-
ne Avenue, Detroit, Michigan bajo la marca registrada "Fi-
bertex", estilo 9. Al inspeccionar la lámina de fibra fue
5 fundida térmicamente en un patrón cuadrado de áreas locali-
zadas diminutas cada una de aproximadamente 0,64 milímetro
cuadrado y separadas aproximadamente en 30 centímetros de
modo que aproximadamente el 16% del área superficial de la
fibra fue fundida. La lámina de poliéster más fibra de ma-
10 nila de la curva D pesó aproximadamente 9,2 gramos por me-
tro cuadrado, compuesta de fibras que tenían un diámetro
efectivo de 13 micrones y un valor de recuperación de agua
de 1,6% ponderal. Esta lámina fue formada a partir de fi-
bras de poliéster al 90% ponderal con una recuperación de
15 agua de 0,4% ponderal y flóculos de fibra de manilla al 10%
ponderal con una recuperación de agua del 12% ponderal, por
consiguiente el valor de recuperación de agua de la lámina
de fibra era de $0,4 + 0,1 (12) = 1,6\%$ ponderal. Esta lámina
de fibras fue preparada mediante el método "húmedo" usado
20 en la fabricación de papel con los flóculos de fibra como
aglomerante. Fue comprada de James R. Crampton and Bros.
Ltd., Elton Paper Mills, Bury, Lancashire, BL82AS, Great
Britain.

25 El adsorbente de tamiz molecular 5A fue zeolita
cálcica A bajo la forma de comprimidos aglomerados con arcilla
de 1,59 milímetros de diámetro por 3,17 milímetros manu-
facturados por la Union Carbide Corporation, New York. El
carbón activado fue derivado de un material de base de pe-
tróleo con un área superficial de 1.250 m^2 por gramo y una
30 adsorptividad de agua de 1% ponderal. Fue manufacturado por

1 la Union Carbide Corporation y es vendido bajo la marca registrada de carbón Columbia JXC.

Una comparación de las curvas de la figura 1 revela que para el dispositivo adsorbente de lámina de fibra de rayón y tamiz molecular 5A usado comercialmente ilustrado por la curva A la presión después de 4 horas de evacuación seguía siendo de aproximadamente 120 micrones Hg. Si se usa adsorbente de carbón activado en lugar de tamiz molecular 5A, la presión de evacuación después de 4 horas es aún más elevada, aproximadamente 160 micrones Hg según lo ilustra la curva B. Esto se debe a la adsorptividad mucho más baja del carbón activado para el aire y el agua.

Cuando se usa láminas de fibra de poliéster con adsorbente de tamiz molecular 5A, la característica de evacuación es grandemente mejorada según lo ilustran las curvas C y D. Después de 4 horas de evacuación, el dispositivo de lámina de fibra de poliéster y tamiz molecular 5A proporciona una presión de solamente alrededor de 5,4 micrones Hg (curva C) y el dispositivo de poliéster más flóculos de fibra de manila y tamiz molecular 5A proporciona una presión de aproximadamente 15 micrones Hg (curva D). La diferencia en el rendimiento entre estos dos materiales se atribuye a los valores de recuperación de agua, es decir, 0,4% para la curva C y 1,6% para la curva D.

Para los dispositivos de lámina de fibra de poliéster o poliolefina y adsorbente de carbón activado de acuerdo con esta invención ilustrados por la curva E de la figura 1, la presión después de 4 horas de evacuación fue de aproximadamente 26 micrones Hg. Esto es entre el rendimiento del presente dispositivo comercial de la curva A (120 mi-

1 crones Hg) y la evidente mejora de las curvas de lámina de
fibra de poliéster C y D (5,4 y 14 micrones Hg).

Parecería por las comparaciones de presión-tiempo
de evacuación descritas precedentemente que el dispositivo
5 ideal para los recipientes de almacenamiento criogénico se-
ría un adsorbente de lámina de fibras de poliéster o polio-
lefina y tamiz molecular 5A. A pesar de lo que antecede, se
ha descubierto inesperadamente que el dispositivo de lámi-
na de fibra de poliéster o poliolefina y adsorbente de car-
10 bón activado es muy superior a lo demostrado por otra serie
de pruebas. En las últimas los dispositivos de láminas de
fibras-adsorbentes descritos precedentemente fueron sella-
dos después de 4 horas de evacuación y se midió la tasa de
evaporación normal (NER) de cada recipiente. Esto fue rea-
15 lizado colocando al recipiente sobre una balanza de brazos
y llenando al mismo con aproximadamente 13,6 kgs. de nitró-
geno líquido. Se dejó entonces al recipiente enfriarse por
al menos 2 días para alcanzar condiciones de estado estable
en la tasa de transferencia de calor. Después del enfria-
20 miento la presión de vacío fue medida y se tomaron dos lec-
turas separadas por al menos dos días. La pérdida de peso
entre las dos lecturas sirvió como base para calcular el
NER por día con los siguientes resultados:

TABLA II

25 Curva	NER (Nitrógeno líquido kgs/día)	Presión de Vacío (mm Hg)		
A	0,139	1,95	0,6	1,11
B	0,148	0,45	0,25	0,34
C	0,131	0,08	0,07	0,07
30 E-1	0,112	0,02	0,02	0,02

Curva	NER (Nitrógeno líquido kgs/día)	Presión de Vacío (mm Hg)		
E-2	0,116	0,22	0,037	0,06

En las pruebas de la Tabla II, los valores de NER son promedios aritméticos de diversos rendimientos individuales de varios dispositivos idénticos. Una comparación revela que el dispositivo de lámina de fibra de rayón-tamiz molecular 5A de la curva A (que tipifica la presente práctica comercial) fue aproximadamente 19% más bajo que el dispositivo de lámina de fibra de poliolefina-carbón activado E-2 y aproximadamente 24% más bajo que el dispositivo de lámina de fibra de poliéster y carbón activado de la curva E-1 de acuerdo con la presente invención. El rendimiento NER del dispositivo de rayón-carbón activado de la curva B fue inferior al dispositivo empleado comercialmente de la curva A. Aún cuando el dispositivo de lámina de fibra de poliéster-adsorbente de tamiz molecular 5A de la curva C tenía la presión más baja al final de la evacuación de 4 horas (figura 1), su NER fue significativamente inferior de acuerdo con la presente invención. A manera de una comparación directa es aproximadamente 13% más bajo que el dispositivo E-2 y aproximadamente 17% más bajo que el dispositivo E-1. Las pruebas de la Tabla II son de gran significación económica, particularmente cuando se las compara con la práctica comercial actual basada en el dispositivo de láminas de fibra de rayón-tamiz molecular 5A descrito precedentemente. En la fabricación comercial del recipiente de 29 litros de capacidad ya mencionado con su dispositivo de aislación térmica-adsorbente, se ha encontrado que es necesario evacuar el espacio intermedio durante un período de por

1 lo menos 60 horas para lograr un NER comercialmente acepta-
ble de 123 gramos de nitrógeno líquido/día. La Tabla II de-
muestra que esta invención logra el mismo nivel de rendi-
miento en no más de 4 horas de tiempo de evacuación, es de-
5 cir, un décimo del tiempo requerido por el dispositivo de
fibra orgánica de la técnica anterior. También demuestra la
posibilidad de lograr un NER significativamente inferior que
los dispositivos de fibra orgánica previamente obtenibles.
Esto significa un "tiempo de permanencia" más prolongado pa-
10 ra almacenar productos a temperatura criogénica. A manera
de ejemplo, muestras biológicas tales como cultivos bacte-
rianos, tejidos celulares malignos, sangre entera y médula
ósea son mantenidos a $-195,5^{\circ}\text{C}$. (78°K) para investigaciones
médicas. El tiempo de permanencia para el recipiente de 29
15 litros de capacidad sobre la base de un NER de 0,272 es de
aproximadamente 190 días. Con la presente invención y sobre
la base de un NER 0,248 de la curva E-1, el tiempo de perma-
nencia puede ser aumentado hasta 208 días antes de que el
recipiente necesite ser rellenado con nitrógeno líquido,
20 que es más de 2 semanas de mejora.

En los dibujos, la figura 3 ilustra una aislación
térmica de capas múltiples 10 que comprende una pluralidad
de delgadas barreras de radiación de lámina flexible 11 sos-
tenidas por y en relación alternativa con capas de lámina
25 fibrosa orgánica poco conductora 12 en forma permanentemen-
te precompactada. Las barreras de radiación 11 son preferi-
blemente hojas de aluminio de 0,00635 a 0,0127 mm de espesor
con emisividad de aproximadamente 0,035. Sin embargo, los
clásicos chapados con metal tal como el tereftalato de po-
30 lietileno doblemente aluminizado también se pueden usar co-

1 mo barreras para la radiación.

La aislación de capas múltiples 10 es aplicada a la pared de la vasija interna con baja compresión preferiblemente de manera que provea una relación equilibrada entre
5 barreras de radiación suficientes como para reducir en gran medida la transferencia de calor, por una parte, pero no con suficiente compresión como para aumentar en gran medida la transferencia de calor por la conducción de sólidos. A
10 manera de ejemplo, cada aislación de capas múltiples se caracteriza por una curva de rendimiento térmico que es un trazado de conductividad térmica en función de la densidad de capa, por ejemplo el número de protecciones de radiación por centímetro en el estado tal como está instalado. La curva exhibe un mínimo de conductividad térmica en algún valor
15 de densidad de capa, y por esta invención la aislación de capas múltiples 10 es de por lo menos 11,8 protecciones de radiación por centímetro (30 por pulgada) de espesor instalados preferiblemente entre 15,7 y 31,4 protecciones de radiación por centímetro de espesor instalado (15,7 y 31,4 pro
20 tecciones de radiación por pulgada).

La figura 4 es una vista ampliada de la aislación térmica 10 que se cree ilustra la relación de transferencia de calor entre las capas individuales. Las capas de lámina fibrosa delgada permanentemente precompactada 12 no llenan
25 el espacio entre las protecciones de radiación 11 como lo hace el separador en forma de lámina continua esponjosa del tipo descrito en la patente estadounidense No. 3.009.601 de Matsch, pero en lugar de esto ondula dentro del espacio entre protecciones de radiación adyacente a través de una distancia
30 substancialmente más ancha que su espesor, haciendo

1 contacto primero con una protección 11a que la otra protec-
ción enfrentada 11b. Por ejemplo, en una aislación de capas
múltiples de 70 protecciones de radiación por pulgada (25,4
mm), el espacio ocupado por hojas delgadas de aluminio de
5 0,00635 mm es de $70 \times 0,00635 = 0,445$ mm. La altura de la
pila sin comprimir de 70 capas de lámina fibrosas delgadas
permanentemente precompactadas 12 típicamente será de apro-
ximadamente 12,7 mm. De este modo, los espesores combinados
de las hojas delgadas de aluminio y las láminas fibrosas
10 justifican solamente $0,44$ más $12,7 =$ aproximadamente $13,1$
mm de la dimensión total de una pulgada o sea 25,4 mm. Es
evidente por lo que antecede que el mecanismo de transporte
de calor entre las protecciones de radiación adyacentes 11a
y 11b comprende otra modalidad además de la bien conocida
15 del flujo de calor de una fibra a la otra en los puntos de
contacto cruzados a fin de atravesar el espesor de las lámi-
nas fibrosas 12. El calor debe hacer un recorrido adicional
en distancias muy extendidas en toda la longitud de las fi-
bras a fin de atravesar lateralmente la ondulación desde las
20 zonas de contacto entre las láminas fibrosas y las protec-
ciones de radiación enfrentadas 11a y 11b.

Este mecanismo modificado es ventajoso en cuanto
al que el trayecto de transferencia de calor desde una pro-
tección a la otra es extendido en mucho lo que tiende a re-
ducir el transporte de calor por la conducción de sólidos a
25 través de capas múltiples. La tendencia a reducir la conduc-
ción de sólidos es mayor cuando las fibras están compuestas
de sustancias orgánicas con baja conductividad intrínseca
inferior a $0,2$ Btu/hr.pie.²F. En el uso de relativamente po-
cas fibras de gran diámetro (por lo menos 1 micrón) para
30

1 componer la lámina 12 que pesan menos de 21 gramos por me-
tro cuadrado, el mecanismo de transferencia de calor modifi-
cado es particularmente ventajoso porque permite el uso de
cantidades discretas de aglomerante para obtener la delga-
5 dez y la resistencia sin incurrir en un gran castigo por
conducción de sólidos. En efecto, la extensión del trayecto
del flujo de calor a lo largo de la longitud de la fibra
tiende a subordinar la importancia de la resistencia en con-
tacto cruzado entre las fibras. De este modo, el efecto ge-
10 neral es llevado al mínimo al adherir algunos de los puntos
de contacto cruzado en conjunto.

El método de fabricación de acuerdo con la presen-
te invención será ahora entendido más plenamente en rela-
ción con la siguiente descripción para el armado del reci-
15 piente de la figura 2. La vasija interna 15 está provista
de una sección de tubos de cuello alargado 16 para el ingre-
so y egreso, y el retén adsorbente 17 puede ser colocado
sobre la parte superior de la vasija interna 15 en relación
conocéntrica al tubo del cuello. Una cantidad de material
20 predeterminado adsorbente de carbón activado 18, preferible-
mente en forma granulada, es vertido a través de la abertu-
ra con forma de anillo 19 entre el retén 17 y la pared ex-
terna del tubo de cuello 16. El adsorbente 18 es así posi-
cionado en relación de contigüidad con la pared externa de
25 la vasija interna 15 y este paso de armado es realizado en
un ambiente que está en contacto de equilibrio gaseoso con
el aire atmosférico.

A continuación la aislación de capas múltiples 10
es envuelta alrededor (y sobre) el retén adsorbente 17 y la
30 vasija interna 15 en la densidad de aislación deseada. Para

1 lograr la eficiencia de aislación térmica del orden de magni-
tud requerida para el almacenamiento a baja temperatura
(aproximadamente 2×10^{-5} Btu/hr.pie.²F), por lo menos se re-
quieren 30 capas de barreras de radiación por cada 25,4 mm
5 de aislación en capas instaladas 10 (es decir por cada 25,4
de espesor de aislación). La envoltura de aislación también
se realiza en un ambiente que está en contacto de equilibrio
gaséoso con el aire atmosférico. La envoltura se puede efec-
tuar de cualquier manera conveniente, por ejemplo por el
10 procedimiento orbital solamente, o por movimiento simultá-
neo orbital y espiral de tiras de aislación separadas alre-
dedor de la vasija interna, o por envoltura espiral solamen-
te. Si se emplea esto último puede ser conveniente cortar
una multiplicidad de barreras de radiación y láminas fibro-
15 sas en forma de disco y posicionar las mismas por debajo y
por encima de la vasija interna 15. Si se lo desea, una mul-
tiplicidad de protecciones térmicamente conductoras 20 del
tipo descrito en la patente estadounidense No. 3.133.422 a
nombre de Paivanas y otros y la patente estadounidense No.
20 3.341.052 a nombre de Barthel se pueden posicionar en ubica-
ciones o intervalos seleccionados durante la envoltura de
la aislación de capas múltiples.

25 Cuando se emplea la envoltura orbital, las protec-
ciones conductoras son provistas convenientemente simplemen-
te suspendiendo la aplicación del separador fibroso por una
capa completa de la lámina metálica alrededor de la vasija
interna. Tal método de aplicar protecciones metálicas con-
ductoras fue usado para el recipiente de prueba de 29 li-
tros descrito previamente, siendo resumidos los resultados
30 de la prueba en la figura 1 más las Tablas I y II. La apli-

1 cación de protecciones conductivas por envoltura orbital de
tira de lámina metálica solamente requiere una especial dis-
posición para lograr un buen contacto térmico con el tubo
de cuello 16. Para tal fin, secciones cónico truncadas 20
5 de metal conductor delgado tal como el aluminio son sujetas
en forma convenientemente apretadas alrededor del tubo 16
con su superficie que se extiende hacia afuera en contacto
contiguo con la capa de lámina metálica. En las pruebas des-
critas previamente, tres secciones cónico truncadas forma-
10 das de láminas de aluminio de 0,79 mm de espesor en forma
de discos de 158,7 mm de diámetro fueron usados como protec-
ciones conductoras de calor según lo descrito en la paten-
te estadounidense No. 3.341.052 a nombre de Barthel. El
procedimiento de envoltura fue aplicar primeramente 24,36
15 órbitas de aislación de lámina de fibra-lámina metálica,
luego aplicar varias capas de lámina metálica simple (sin
la lámina de fibra) uniéndolas térmicamente a la primera
protección térmica, luego aplicar 40 a 70 órbitas de la lá-
mina de fibra-lámina metálica seguida por capas de lámina
20 de aluminio simple ulteriores térmicamente unidas a la se-
gunda protección, luego 60-76 órbitas de la fibra-lámina
metálica seguida por ulteriores capas de lámina de aluminio
simple térmicamente unidas a la tercera protección térmica,
y finalmente 72-90 de lámina de fibra-lámina metálica. Esto
25 dió como resultado un promedio de 55 capas de la aislación
de capas múltiples de lámina de fibra-lámina de aluminio.

Siguiendo con la envoltura de aislación, la caja
externa 21 es armada alrededor de la superficie externa de
la aislación 10 para formar un espacio libre de carga inter-
medio evacuable 22. En su empleo en esta memoria "libre de
30

1 carga" significa que las paredes de la vasija interna 15 y
la caja externa 21 son autoportantes y no transmiten presión
a la aislación 10. El espacio 22 es evacuado a través del
conductor 23 lo suficiente para reducir la presión en el
5 mismo hasta por debajo de 70 micrones Hg a temperatura ambien
te. Este nivel de evacuación es necesario para proveer un
recipiente de doble pared que tenga suficiente efectividad
de aislación térmica para el almacenamiento de material a
baja temperatura. El espacio 22 es preferiblemente evacuado
10 lo suficiente para hacer descender la presión en el mismo
hasta entre 10 y 40 micrones Hg como un equilibrio entre la
efectividad de aislación térmica en el alto nivel contra la
energía de evacuación y el tiempo en el bajo nivel. Como se
analizó previamente, de acuerdo con el método presente tal
15 evacuación es realizada en menos de 6 horas, preferiblemen
te en menos de 4 horas para llevar al mínimo la energía y
el tiempo de evacuación mientras que aún se alcanzan una al
ta efectividad aislante a baja temperatura, es decir, NER
bajo. En dos recipientes con un dispositivo de aislación de
20 curva E-1, los tiempos de evacuación fueron reducidos a 20
minutos. A pesar de este tiempo extremadamente corto los ni
veles de vacío durante el servicio en frío fueron bajos:
0,02 micrón Hg (alto), 0,005 micrón Hg (bajo), y 0,008 mi
crón Hg (medio). El NER promedio fue de 0,012 kgs/días de
25 nitrógeno líquido.

Se comprenderá que no todos los componentes del
aire son inmovilizados por adsorbentes y rarefactores cuan
do están en servicio. Los vestigios de elementos tales como
el helio y el neón no son adsorbidos efectivamente a la tem
30 peratura del nitrógeno líquido ni quedan químicamente liga-

1 dos por los rarefactores. Aunque están presentes en solamen
te cantidades diminutas en el aire, pueden contribuir a una
fracción substancial de los gases móviles libres bajo las
condiciones de servicio. Por lo tanto, es necesaria la eva-
5 cuación a una baja presión absoluta independientemente de
la cantidad o actividad de adsorbente, a fin de remover ta-
les vestigios de componentes hásta niveles residuales tole-
rables.

Después de la evacuación el espacio 22 es sellado
10 herméticamente a los gases por ejemplo apretando el conec-
tor 23 en su extremo externo 24 como se ilustra en la figu-
ra 2a. Aunque no es ilustrado también se puede proveer ma-
terial rarefactor en comunicación gaseosa con el espacio
evacuado 22, como por ejemplo lo descrito en la patente es-
15 tadounidense No. 3.108.706 de Matsch ya mencionada. A dife-
rencia del adsorbente, la cápsula de material rarefactor de-
be ser unida a la caja externa caliente 21 en lugar de la
Vasija interna fría 15.

Las ventajas notables de la presente invención en
20 comparación con otros dispositivos de aislación y adsorben-
tes de lámina de fibra y protección a las radiaciones se de-
ben a una combinación de características. Como se mencionó
previamente la fibra de rayón y muchas fibras orgánicas
tienen una fuerte afinidad por el agua. Por otra parte, las
25 fibras orgánicas seleccionadas para esta invención poseen
baja afinidad por el agua, teniendo valores de recuperación
de agua inferiores al 1% ponderal, preferiblemente inferio-
res a 0,5%. Cuando el rayón y otras fibras hidrófilas simi-
lares, son evacuadas, el agua adsorbida es desprendida pro-
30 fusamente en una amplia gama de presiones y durante períodos

1 prolongados de tiempo. A diferencia de esto, el desprendi-
miento de agua de las fibras orgánicas seleccionadas para
la presente invención es mucho menos profuso y los vestigios
remanentes de agua que quedan después de un corto período
5 de evacuación pueden ser fácilmente removidos por el adsor-
bente de carbón activado cuando es enfriado por el líquido
criogénico contenido en la vasija interna 15.

Si bien el adsorbente de tamiz molecular 5A tiene
una fuerte afinidad por el aire (por ejemplo 15 cm³ de aire
10 por gramo de adsorbente), el adsorbente de carbón activado
usado en la presente invención tiene una afinidad por el
aire muy inferior, adsorbiendo típicamente sólo 5 a 8 cm³
de aire por gramo de adsorbente. Además, el aire adsorbido
es retenido muy "sueitamente" de modo que se desprende en
15 pocos minutos durante un corto período de evacuación.

Después que el dispositivo de aislación es sella-
do, un adsorbente de tamiz molecular 5A activo adsorberá se-
mipermanentemente la porción principal del agua que se des-
prende de la fibra durante la evacuación debido a la fuerte
20 afinidad del tamiz por el agua. De este modo, el tamiz mole-
cular ayuda en la evacuación de la vasija y una cantidad
"extra" de tamiz debe ser provista en el recipiente para
dar lugar a esta adsorción de agua de modo que hay disponi-
ble una capacidad adicional suficiente para inmovilizar los
25 gases que no sean vapor de agua durante el servicio. A dife-
rencia de esto, el carbón activado tiene una afinidad tan
baja por el agua a temperatura y presión ambientes (menos
del 2% ponderal), preferiblemente menos del 1% ponderal, que
no requiere pre-secado o precauciones de manipuleo especia-
30 les durante el armado del recipiente. Puede ser instalado a

1 la atmósfera normal con contenido de agua en equilibrio.
Además su contenido de agua típicamente bajo es retenido
muy flojamente a temperatura ambiente de modo que todo el
agua se desprende libre y rápidamente durante un período
5 muy corto de evacuación.

Los descubrimientos y conclusiones precedentes son aquí aplicados a cada uno de los dispositivos analizados previamente en relación con la figura 1. La curva A (fibra de rayón y adsorbente de tamiz molecular 5A), desciende
10 rápidamente en su presión cuando comienza la evacuación debido a la ayuda inicial del adsorbente en la remoción del agua desprendida de la fibra. El desprendimiento continuado a largo plazo de agua de la fibra y el aire del adsorbente de tamiz molecular 5A impiden que se obtenga una baja presión durante la evacuación y requieren un período de evacuación prolongado para la remoción efectiva de aire y agua.
15 La curva C (fibra de poliéster y adsorbente molecular 5A) desciende rápidamente en presión hasta un bajo nivel cuando comienza la evacuación debido a la gran reducción en el desprendimiento de agua de la fibra esencialmente "seca". Sin embargo, se produce cierta adsorción de agua por el adsorbente de tamiz molecular 5A y un desprendimiento continuado a largo plazo de aire del adsorbente 5A requieren un período prolongado de evacuación para la remoción eficaz del aire adsorbido para activar adecuadamente al adsorbente 5A.
20 La curva E (fibra de poliéster o poliolefina y adsorbente de carbón activado) desciende rápidamente en presión cuando comienza la evacuación porque hay muy poca agua que se desprenda de las fibras y del adsorbente de carbón activado.
25 La presión alcanzada durante la evacuación prolongada es
30

1 muy inferior que para la curva A porque el desprendimiento
de agua de las fibras hidrófobas y el adsorbente de carbón
activado combinado de la curva E es muy inferior que la fi-
bra de rayón de la curva A dado que había muy poca agua pre-
5 sente desde el comienzo. Sin embargo, la presión de evacua-
ción prolongada para la curva E es superior que para la cur-
va C porque el neto desprendimiento de agua para la curva
C es inferior, reflejando la ayuda por el adsorbente 5A en
el último dispositivo. A pesar de esta ventaja evidente de
10 estar presente, el adsorbente de tamiz 5A siempre debe ser
evacuado durante un largo período para remover las moléculas
de gas retenidas tenazmente. La combinación de la curva
B (fibra de rayón y adsorbente de carbón activado) produce
una curva por encima de la curva A porque el desprendimien-
15 to de agua es el mayor desde este dispositivo que combina
una fibra "húmeda" y un adsorbente que no toma agua.

Es importante tener en cuenta que el paso de eva-
cuación no puede ser abreviado significativamente por el au-
mento del tamaño o la capacidad de la bomba de evacuación.
20 Excepto por un corto período inicial de evacuación, la tasa
de remoción de gas es controlada por la lenta tasa de desor-
ción de gas dentro del espacio de aislación. En la presente
invención el gas adsorbido no solamente es reducido en su
cantidad, sino que tal gas es también retenido mucho menos
25 tenazmente sobre la superficie que lo hospedan. Los gases
quedan desorbidos fácilmente a temperatura ambiente y son
removidos con rapidez por la evacuación.

Además del tiempo de evacuación muy reducido, la
presente invención ofrece otras ventajas muy importantes.
30 Como se mencionó previamente, el adsorbente de tamiz molecu-

1 lar debe ser pre-secado (típicamente entre 315 y 425°C. o
sea 588 y 698°K) y protegido cuidadosamente de la atmósfera
durante el manipuleo, instalación y armado de la vasija.
Esto se realiza preenvasando el adsorbente activado en un
5 laminado metálico y plástico impermeable, instalando el en
vase y perforando el laminado inmediatamente antes de la
aplicación de la aislación lo que a su vez debe ser segui-
do inmediatamente por el cierre final de la caja externa
del recipiente. Este procedimiento es obviado por completo
10 con el adsorbente de carbón activado. Este último puede ser
manipulado e instalado en exposición directa a la atmósfera
normal sin detrimento para el rendimiento del recipiente
durante el almacenamiento de materiales a baja temperatura.
Esta falta de sensibilidad del carbón para adsorber agua
15 es una característica distintiva importante de este adsor-
bente. Aún cuando el carbón esté substancialmente saturado
con humedad bajo condiciones atmosféricas normales, su ca-
pacidad adsortiva para los gases permanece elevada bajo con-
diciones de servicio, es decir temperatura orlogénica y
20 fuerte vacío. En comparación, si el tamiz molecular 5A fue-
ra substancialmente saturado con humedad bajo condiciones
atmosféricas normales, su capacidad adsortiva a condiciones
de servicio queda virtualmente destruida.

También se manifestó que se debe introducir tamiz
25 molecular 5A "extra" a fin de proporcionar capacidad no so-
lamente para remover los componentes del aire durante el
servicio a baja temperatura sino también para adsorber ine-
vitablemente grandes cantidades de agua desprendidas de una
fibra húmeda durante la evacuación. Las necesidades totales
30 de adsorbente de carbón en la práctica de la presente inver-

1 ción es de solamente un tercio de la cantidad necesaria de
tamiz molecular 5A. La diferencia de cantidades de adsorben
te es significativa dado que tanto el peso como el espacio
son consideraciones importantes en los pequeños recipientes
5 criogénicos.

Finalmente, la adsorbencia del agua por el rayón
y las fibras orgánicas similares que tienen valores de recu
peración de agua que superan el 1% es demasiado elevada pa
ra permitir que este tipo de fibra sea empleado como aisla
10 ción del vacío sin ser presecada. En la fabricación comer
cial actual de los recipientes de doble pared, las láminas
de fibra de rayón del tipo de curva A y B son "horneadas"
en un horno eléctrico, luego almacenadas en una atmósfera
de nitrógeno absolutamente seco y envueltas alrededor de la
15 vasija interna en un salón "seco" especial. Estos procedi
mientos previos al procesamiento son costosos, prolongados
y aumenta substancialmente la posibilidad de cantidades exco
sivas de recipientes inaceptables en la producción. Los se
paradores de fibra de acuerdo con esta invención no requie
20 ren un pretratamiento especial y son instalados en el esta
do en que se reciben. Debido a la ausencia de hornos para
secado, salones especiales con controles complicados de tem
peratura y humedad, y los tiempos de evacuación muy reduci
dos, el consumo de energía asociado con el manipuleo de la
25 aislación se puede reducir entre el 80% y el 90% con esta
invención en comparación con el estado presente del arte.

Aunque se han descrito en detalle modalidades pre
feridas de la invención, se considera que es posible hacer
modificaciones y que algunas características pueden ser
30 empleadas sin hacerlo con otras, todo ello dentro del espíri

1 tu y el alcance de la presente invención.

5

- REIVINDICACIONES -

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15 1ª.- Mejoras introducidas en un método de fabricación de recipientes de doble pared para almacenar materiales a baja temperatura que tienen una vasija interna para contener dicho material, una caja hermética a los gases externa más grande que tiene paredes autoperforantes rígidas alrededor de dicha vasija interna de tamaño tal como para formar un espacio intermedio evacuado libre de carga a una presión absoluta inferior a aproximadamente 0,5 micrón de mercurio; material absorbente en dicho espacio en relación de contigüidad con la superficie externa de dicha vasija interna y aislación térmica de capas múltiples también en dichos espacios envuelta alrededor de dicha vasija interna comprendiendo barreras a la radiación de láminas delgadas flexibles que son soportadas por, y en relación alternada con, capas de lámina fibrosa orgánica de baja conductividad en forma permanentemente precompactada, cuyas mejoras se caracterizan por comprender los pasos de: posicionar material adsorbente

20

25

30

SA

1 de carbón activado que tiene adsorptividad de agua inferior
al 2% ponderal en relación de contigüidad con la superficie
externa de la vasija interna en contacto de equilibrio con
el aire atmosférico; proveer como dichas capas fibrosas,
5 lámmina que tiene un valor de recuperación de agua inferior
al 1% ponderal, que pesan menos de aproximadamente 21 gra-
mos por metro cuadrado y estando comprendidas de fibras que
tienen una conductividad térmica intrínseca inferior a 0,2
Btu/hora.pie.²F, y un diámetro efectivo de por lo menos 1
10 micrón, dispuestas dichas fibras en relación de cruce super-
puesto al azar en planos paralelos a la superficie laminar
con por lo menos algunos de los puntos de contactos adhe-
ridos en conjunto, siendo seleccionadas dichas fibras entre
el grupo que consiste en poliolefinas, poliésteres, poli
15 (cloruro de vinilo), poli (cloruro de vinilideno) y copolí-
meros de acrilonitrilo y cloruro de vinilo; envolver dicha
lámmina de capas fibrosas y dichas barreras a la radiación
alrededor de dicha vasija interna en capas alternadas de
manera que provean por lo menos 11,8 capas de barrera a la
20 radiación laminares por centímetro (30 capas por pulgada)
de espesor de aislación de capas múltiples en posición en-
vuelta con dicha envoltura realizada en contacto de equili-
brio con el aire atmosférico; posicionar dicha caja externa
alrededor de la superficie externa de la aislación de capas
25 múltiples envuelta de manera que forma dicho espacio evacua-
ble; y evacuar dicho espacio lo suficiente como para redu-
cir la presión en el mismo hasta debajo de 70 micrones de
mercurio a temperatura ambiente en menos de 6 horas; y pos-
teriormente sellar el espacio evacuado.

30 2ª.- Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1ª,

~~30~~

1 caracterizadas porque dicha lámina de capas fibrosas y di-
chas barreras a la radiación están envueltas alrededor de
dicha vasija interna de manera que proveen entre 15,7 y 30,8
5 capas de barrera de radiación laminares por centímetro (40
y 80 capas por pulgada) de espesor de aislación de capas
múltiples.

3ª.- Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1ª,
caracterizadas porque dicho espacio es evacuado lo suficien-
te como para reducir la presión en el mismo hasta entre 10
10 y 40 micróenes Hg.

4ª.- Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1ª,
caracterizadas porque dicho espacio es evacuado durante un
período inferior a las 4 horas.

5ª.- Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1ª,
15 caracterizadas porque las fibras de dichas capas de lámina
fibrosa son adheridas técnicamente en conjunto sin aglome-
rante externo en dichos puntos de cruce.

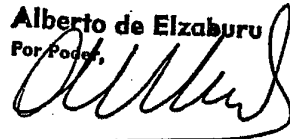
6ª.- Mejoras introducidas en un método de fabrica-
ción de recipientes de doble pared para almacenar materia-
20 les a baja temperatura.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-
cede, representado en los dibujos que se acompañan y con los
fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de treinta y ocho hojas escri-
25 tas a máquina por una sola cara.

Madrid, 21.03.1977

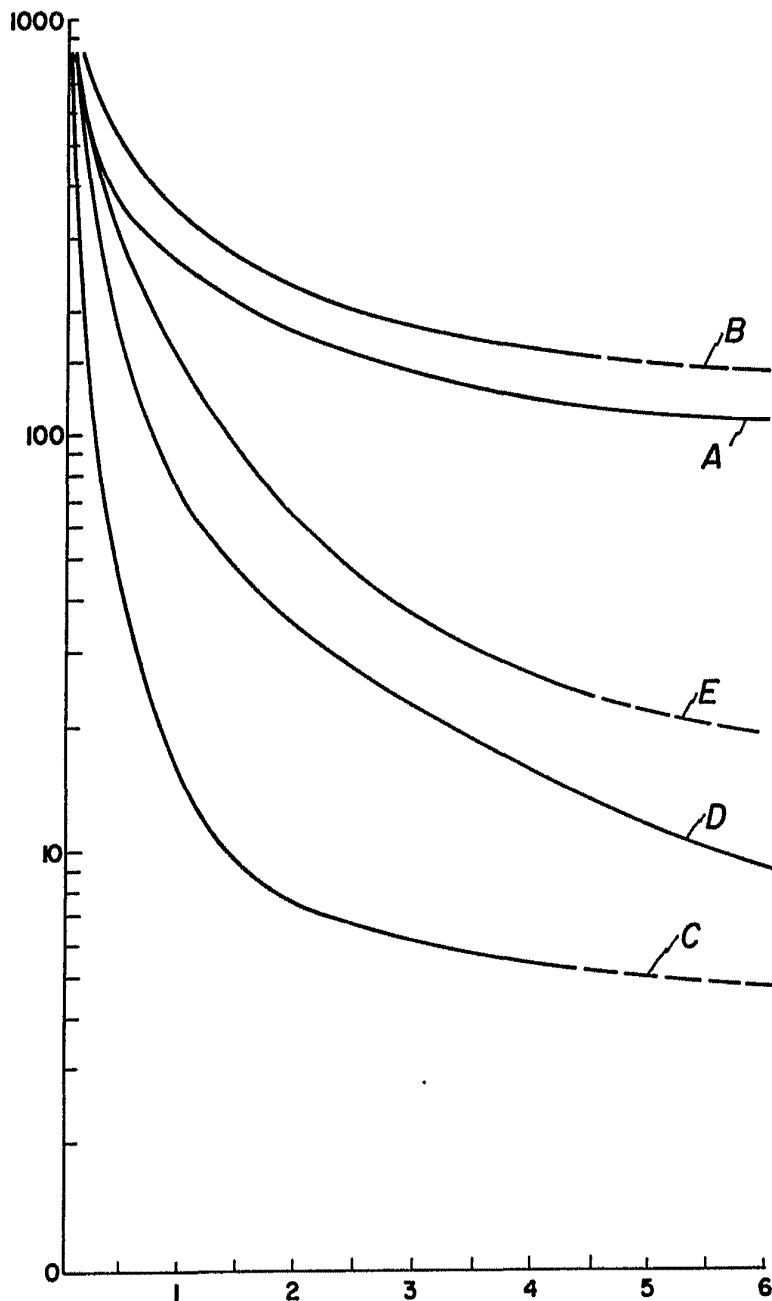
P.A. Alberto de Elizaburu
Por Poder,



DNM 30



FIG. 1



Alberto de la Cruz
Alberto de la Cruz
En Poder,

FIG. 2

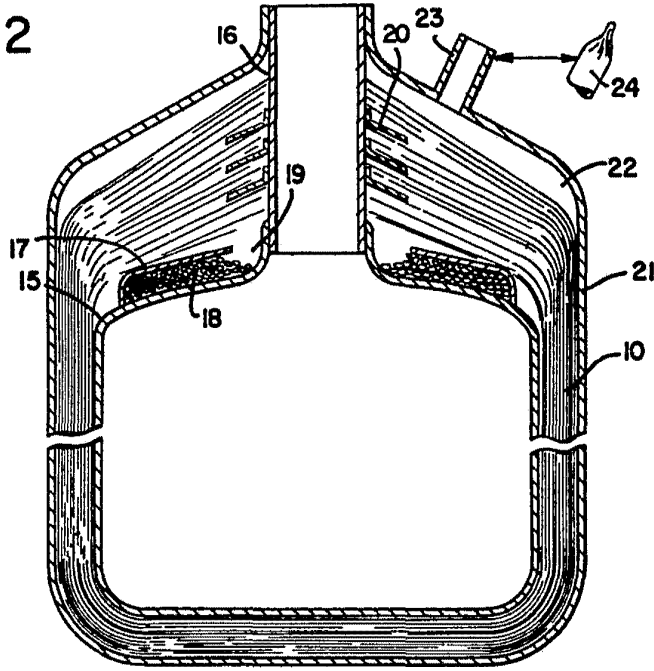


FIG. 3

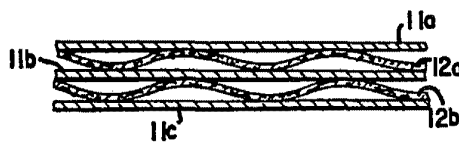
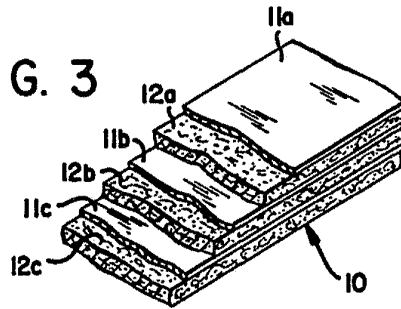


FIG. 4

Alberto de Elzaburu
Por Poder,