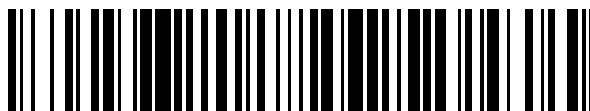


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 811 134**

51 Int. Cl.:

B01D 15/24

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.03.2016** **PCT/FR2016/000053**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.09.2016** **WO16146905**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.03.2016** **E 16721854 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.05.2020** **EP 3429717**

54 Título: **Procedimiento de separación cromatográfica energéticamente eficiente**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
10.03.2021

73 Titular/es:
PARMENTIER, FRANÇOIS (100.0%)
4 Impasse du Pontet
38400 Saint Martin d'Hères, FR

72 Inventor/es:
PARMENTIER, FRANÇOIS

74 Agente/Representante:
SÁEZ MAESO, Ana

ES 2 811 134 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de separación cromatográfica energéticamente eficiente

Campo de la invención

La presente invención es un procedimiento de separación cromatográfica energéticamente eficiente.

5 Antecedentes de la invención

La cromatografía es una técnica de separación que permite la separación poderosa de compuestos de una carga bajo el efecto de una elución en contacto con una fase estacionaria.

Sin embargo, la cromatografía presenta el inconveniente de diluir en gran medida los componentes del relleno en un tercer cuerpo, una fase líquida en la cromatografía líquida.

10 En la cromatografía preparativa, los compuestos o productos separados deben separarse de este tercer cuerpo y aislarse durante un paso adicional.

Cuando el fluido portador es un líquido, el efluente del cromatógrafo debe ser concentrado para recuperar el producto. Esto generalmente requiere la evaporación de grandes masas de solución muy diluida, a menudo a menos del 1 % molar, o incluso menos del 0,1 % molar.

15 El consumo de energía es, por lo tanto, muy alto.

El paso de separación es un paso clave para la viabilidad del procedimiento.

Por otro lado, es particularmente ventajoso llevar a cabo una cromatografía preparativa de forma continua y no secuencial.

20 En la técnica anterior, los denominados dispositivos de Lecho Móvil Simulado se utilizan esencialmente para este propósito. Se simula el desplazamiento de un empaquetamiento sólido al hacerlo secuencial en un tren de lechos fijos individuales, lechos individuales en cuyas terminales se desplaza el punto de carga y los puntos de salida de los productos. Estos dispositivos tienen una eficacia moderada y son de hecho esencialmente discontinuos en su manejo. Se utilizan principalmente en la fase líquida.

25 También se han propuesto dispositivos anulares adecuadamente continuos (en inglés CAC para Cromatografía Anular Continua, abreviada de este modo en este documento) en los cuales la separación se asegura continuamente alimentando una mezcla para separarla en una sección corriente arriba de un lecho anular giratorio alimentado sobre esta misma cara por un eluyente.

30 Sin embargo, el dispositivo CAC representa una excelente solución en principio para la implementación de la cromatografía continua en la medida en que permite una proyección espacial de la secuencia temporal de cualquier cromatograma.

La Patente US 3374607A de Fisher Robert et al. describe un procedimiento de cromatografía de gases en el cual los componentes de carga se condensan simultáneamente y luego se separan (col 3, l. 2-4, 1. 20-23). Este documento no revela ni menciona el uso de la energía liberada por la condensación de los cortes condensables para suministrar energía al procedimiento. Su consumo de energía es alto.

35 La solicitud de patente EP 1 338 316 A1 de Hamende et al. describe un procedimiento de cromatografía en fase líquida para el que se usa un vapor de solvente primario obtenido de la evaporación de un corte cromatográfico para suministrar el evaporador de solvente secundario desde otro corte cromatográfico por contacto indirecto. El procedimiento hace necesario llevar a cabo la vaporización primaria a una temperatura y una presión más altas que la vaporización secundaria. Este procedimiento indirecto no permite utilizar, por ejemplo, el vapor resultante de la evaporación de un corte para vaporizar este mismo corte, porque no se utiliza ninguna herramienta de compresión en el procedimiento descrito. Nada revela ni menciona el uso de una bomba de calor para lograr este acoplamiento de energía.

40 La solicitud de patente PCT/FR 11/000137 de Parmentier presenta un empaquetamiento para cromatografía que consiste en un material poroso monolítico multicapilar que comprende conductos capilares que son sustancialmente rectilíneos y paralelos entre sí. También describe un aparato de cromatografía anular continua axial y radial que utiliza estos empaquetamientos.

Breve descripción de la invención

50 La invención es un procedimiento para cromatografía de fase líquida, gaseosa o supercrítica en la que una carga (1) que comprende componentes para separar arrastrados por un fluido (2) portador circula en un cromatógrafo (6) que contiene una fase estacionaria, caracterizado dicho procedimiento porque:

- (a) a la salida del cromatógrafo se obtiene una pluralidad de cortes (3, 4) cromatográficos que comprenden al menos un componente de la carga y el fluido portador en una primera fase fluida,
- (b) se impone un cambio de estado en al menos uno de dichos cortes (3, 4) cromatográficos para obtener al menos un corte de fluido portador purificado en una segunda fase fluida diferente de la primera fase fluida separando dicho fluido portador el componente de carga,
- (c) se impone un cambio de estado opuesto al de la etapa (b) en al menos un corte de fluido portador purificado obtenido en la etapa (b) para obtener al menos un corte de fluido portador purificado en una tercera fase fluida diferente de la segunda fase fluida,
- y porque las energías de cambio de estado de la primera fase fluida están acopladas a la segunda fase fluida y de la segunda fase fluida a la tercera fase fluida de la misma o de otro corte de fluido portador purificado, comprendiendo dicho acoplamiento transferencia de calor usando una bomba de calor.
- En particular, el procedimiento se caracteriza porque la bomba de calor implementa una recompresión de vapor del fluido portador en un flujo de dicho fluido portador en el procedimiento de cromatografía.
- En particular, el procedimiento se caracteriza porque dicha bomba de calor utiliza la recompresión de vapor de un refrigerante distinto del fluido portador en un flujo de fluido externo al procedimiento de cromatografía.
- En particular, el procedimiento se caracteriza porque la primera fase fluida es líquida, la segunda fase fluida es gaseosa y la tercera fase fluida es líquida, la pluralidad de cortes (3, 4) cromatográficos obtenidos a la salida del cromatógrafo comprende al menos una componente de la carga y el fluido portador en estado líquido, y porque:
- en la etapa (b), al menos uno de dichos cortes cromatográficos se vaporiza para obtener, por un lado, dicho componente de la carga en el estado líquido concentrado y, por otro lado, el fluido portador purificado en el estado de vapor ,
 - en la etapa (c), dicho fluido portador purificado obtenido en la etapa (b) se condensa,
 - al menos parte de la energía de la condensación del fluido portador vaporizado se recupera y se utiliza para suministrar al menos parte de la energía necesaria para la vaporización del fluido portador de al menos un corte cromatográfico.
- En particular, el procedimiento se caracteriza porque la primera fase fluida es gaseosa, la segunda fase fluida es líquida y la tercera fase fluida es gaseosa, la pluralidad de cortes cromatográficos obtenidas a la salida del cromatógrafo comprende cada una al menos un componente de la carga y el fluido portador en estado gaseoso, y porque:
- en la etapa (b), al menos uno de dichos cortes cromatográficos se condensa para separar un componente de la carga y el fluido portador condensado,
 - en la etapa (c), el fluido portador condensado obtenido en la etapa (b) se vaporiza y dicho fluido se introduce en estado gaseoso en el cromatógrafo,
 - al menos parte de la energía liberada por la condensación de dicho al menos un corte cromatográfico se usa para suministrar al menos parte de la energía necesaria para dicha vaporización del fluido portador condensado.
- En particular, el procedimiento se caracteriza porque la primera fase fluida está en estado supercrítico, la segunda fase fluida es líquida y la tercera fase fluida está en estado gaseoso o supercrítico, comprendiendo la pluralidad de cortes cromatográficos obtenidos a la salida del cromatógrafo cada uno al menos un componente de la carga y el fluido portador en el estado supercrítico, y porque:
- en la etapa (b), al menos uno de dichos cortes cromatográficos se condensa para separar un componente de la carga y el fluido portador condensado,
 - en la etapa (c), el fluido portador condensado obtenido en la etapa (b) se vaporiza y dicho fluido se introduce en el estado supercrítico en el cromatógrafo,
 - al menos parte de la energía liberada por la condensación de dicho al menos un corte cromatográfico se usa para suministrar al menos parte de la energía necesaria para dicha vaporización del fluido portador condensado.
- En particular, el procedimiento se caracteriza porque al menos un componente de la carga y al menos parte del fluido portador son condensables simultáneamente en líquidos que son sustancialmente inmiscibles y que pueden separarse por sedimentación en las condiciones del procedimiento.
- En particular, el procedimiento se caracteriza porque la recompresión del vapor se lleva a cabo mediante un eyector, cuyo fluido de trabajo tiene una composición cercana a la del fluido arrastrado.

En particular, el procedimiento se caracteriza porque la recompresión del vapor se lleva a cabo mediante la recompresión mecánica del vapor.

En particular, el procedimiento se caracteriza porque la compresión es implementada por al menos un compresor cuya relación de compresión es menor que 3, preferiblemente menor que 1.5 y más preferiblemente menor que 1.15.

- 5 La invención también es un sistema de cromatografía de fase líquida, gaseosa o supercrítica que comprende un cromatógrafo (6) que contiene una fase estacionaria destinada a la circulación de una carga (1) que comprende componentes que se separarán arrastrados por un fluido portador (2) y a obtener una pluralidad de cortes cromatográficos que comprenden al menos un componente de la carga y el fluido portador en una primera fase fluida, caracterizándose dicho sistema porque comprende:
 - 10 - medios adecuados para imponer un primer cambio de estado en al menos uno de dichos cortes (3, 4) cromatográficos para purificar el fluido portador en una segunda fase fluida diferente de la primera fase fluida separándolo del componente de la carga,
 - un medio adaptado para imponer en al menos un corte de fluido portador purificado un segundo cambio de estado opuesto al primero para obtener una tercera fase fluida diferente de la segunda fase fluida, y
 - 15 - una bomba de calor adaptada para acoplar las energías del primer y segundo cambio de estado.

Breve descripción de los dibujos

- La figura 1 es un diagrama de un procedimiento de acuerdo con la invención que usa un cromatógrafo de fase líquida continua.
- La figura 2 es un diagrama de un procedimiento de acuerdo con la invención que usa un cromatógrafo de fase líquida continua caracterizado porque el circuito de refrigerante es externo a los flujos del procedimiento.
- La figura 3 es un diagrama de un procedimiento de acuerdo con la invención que usa un cromatógrafo continuo de fase líquida caracterizado porque el fluido portador se purifica en una columna de destilación que comprende un circuito de RMV.
- La figura 4 es un diagrama de un procedimiento de acuerdo con la invención que usa un cromatógrafo continuo de fase líquida caracterizado porque el fluido portador se purifica en una columna de destilación que comprende un circuito de RMV externo a las corrientes del procedimiento.
- La figura 5 representa un ejemplo del procedimiento de acuerdo con la invención con un gas portador condensable y que sirve como refrigerante.

Descripción detallada de la invención

- 30 En un procedimiento de cromatografía, el flujo de fluido eluyente es generalmente predominante sobre el flujo de carga por separar, en términos de flujo molar en particular.

La dilución molar de la molécula de interés en el fluido de elución puede alcanzar un factor de 10, o incluso un factor de 100 o 1000. Cuanto más difícil sea la separación, mayor será la dilución.

En general, parece difícil separar estas soluciones diluidas de manera eficiente y a bajo coste.
- 35 La recuperación de esta molécula de interés generalmente requiere una etapa de concentración adicional, llevada a cabo por un procedimiento de membrana, por ejemplo, pero más generalmente por una simple evaporación del solvente en un procedimiento de cromatografía en fase líquida.

Por lo tanto, el gasto de energía relacionado con la vaporización de grandes masas de líquido de elución para concentrar los productos resultantes de la separación es alto.
- 40 La invención es un procedimiento para cromatografía de fase líquida, gaseosa o supercrítica en la que una carga que comprende componentes por separar arrastrados por un fluido portador circula en un cromatógrafo que contiene una fase estacionaria, caracterizándose dicho procedimiento porque:
 - (a) se obtiene una pluralidad de cortes cromatográficos que comprenden al menos un componente de la carga y el fluido portador en una primera fase fluida en la salida del cromatógrafo,
 - 45 (b) se impone un cambio de estado en al menos uno de dichos cortes cromatográficos para obtener al menos un corte de fluido portador purificado en una segunda fase fluida diferente de la primera fase fluida separando dicho fluido portador del componente de la carga ,

(c) se impone un cambio de estado opuesto al de la etapa (b) en al menos un corte de fluido portador purificado obtenido en la etapa (b) para obtener al menos un corte de fluido portador purificado en una tercera fase fluida diferente de la segunda fase fluida,

- 5 y porque las energías de cambio de estado de la primera fase fluida están acopladas a la segunda fase fluida y de la segunda fase fluida a la tercera fase fluida de la misma o de otro corte de fluido portador purificado, comprendiendo dicho acoplamiento transferencia de calor usando una bomba de calor.

Esta invención se puede lograr en particular de tres formas preferidas:

Caso 1/ La primera fase fluida es líquida, la segunda fase fluida es gaseosa y la tercera fase fluida es líquida.

- 10 La invención es, en particular, un procedimiento de cromatografía en fase líquida en el cual una carga que comprende componentes por separar arrastrados por un fluido portador en estado líquido circula en un cromatógrafo que contiene una fase estacionaria, caracterizándose dicho procedimiento porque:

- se obtiene una pluralidad de cortes cromatográficos que comprenden al menos un componente de la carga y el fluido portador en estado líquido a la salida del cromatógrafo.

- 15 - al menos uno de dichos cortes cromatográficos se vaporiza para concentrar al menos un componente de la carga en estado líquido y para obtener el fluido portador purificado en estado de vapor,

- el fluido portador gaseoso se condensa,

- la energía de condensación contenida en el fluido portador vaporizado se recupera durante su condensación y se utiliza para suministrar directa o indirectamente la energía necesaria para la vaporización de al menos un corte cromatográfico mediante un circuito de bomba de calor.

- 20 Caso 2/ La primera fase fluida es gaseosa, la segunda fase fluida es líquida y la tercera fase fluida es gaseosa.

La invención también es en particular un procedimiento de cromatografía en fase gaseosa en el cual circula, en un cromatógrafo que contiene una fase estacionaria, una carga que comprende componentes que se separan arrastrados por un fluido portador en estado gaseoso, siendo el fluido portador condensable en un líquido bajo las condiciones del procedimiento, caracterizado dicho procedimiento porque:

- 25 - se obtiene una pluralidad de cortes cromatográficos a la salida del cromatógrafo, cada una de las cuales comprende al menos un componente de la carga y el fluido portador en estado gaseoso.

- al menos uno de dichos cortes cromatográficos se condensa para separar un componente de la carga y el fluido portador condensado,

- el fluido portador condensado se vaporiza y dicho fluido se introduce en estado gaseoso en el cromatógrafo,

- 30 - la energía liberada por la condensación de dicho al menos un corte cromatográfico se usa para suministrar directa o indirectamente la energía necesaria para dicha vaporización del fluido portador condensado

Caso 3/ La primera fase fluida está en estado supercrítico, la segunda fase fluida es líquida y la tercera fase fluida está en estado gaseoso o supercrítico.

- 35 La invención también es en particular un procedimiento de cromatografía de fase supercrítica en el cual circula, en un cromatógrafo que contiene una fase estacionaria, una carga que comprende componentes que se separan arrastrados por un fluido portador en el estado supercrítico, siendo el fluido portador condensable en un líquido bajo las condiciones del procedimiento, dicho procedimiento se caracteriza porque:

• se obtiene una pluralidad de cortes cromatográficos a la salida del cromatógrafo, cada una de las cuales comprende al menos un componente de la carga y el fluido portador en el estado supercrítico.

- 40 • al menos uno de dichos cortes cromatográficos se condensa para separar un componente de la carga y el fluido portador condensado,

• el fluido portador condensado se vaporiza y dicho fluido se introduce en estado supercrítico en el cromatógrafo,

• la energía liberada por la condensación de dicho al menos un corte cromatográfico se usa para suministrar directa o indirectamente la energía necesaria para dicha vaporización del fluido portador condensado

- 45 Por bomba de calor se entiende un medio para transferir energía térmica de una fuente fría a una fuente caliente.

Se pueden citar entre otros como sistemas calificados como bomba de calor:

• La máquina de recompresión de vapor (o bomba de calor habitual)

- La bomba de calor por absorción de gas
- La bomba de calor de efecto Peltier
- La bomba de calor por compresión de gas o Stirling en frío.
- La bomba de calor termoacústica.

5 • La bomba de calor por calor termomagnético.

En particular, esta transferencia de calor se lleva a cabo por medio del denominado refrigerante en estado líquido a baja presión, llevado al punto de ebullición por contacto con una fuente de calor frío y condensado a presión más alta en contacto con un pozo térmico caliente. La fuerza impulsora detrás del procedimiento es la recompresión del vapor refrigerante entre la vaporización y la condensación.

10 La condensación y la vaporización del fluido portador se acoplan térmicamente.

La compresión se realizará ventajosamente por compresión mecánica de vapor. Se entiende que esto significa un medio de elevar la presión de un fluido gaseoso mediante una acción mecánica, como por ejemplo un compresor rotativo o alternativo, un supresor axial, uno o más ventiladores, un eyector.

15 Ventajosamente, este procedimiento de acuerdo con la invención se caracteriza porque el vapor es comprimido por un eyector que funciona con el refrigerante gaseoso bajo presión como fluido de arrastre. Esto proporciona una operación particularmente simple y un bajo coste de inversión.

El término corte cromatográfico significa los cortes distintos que contienen los diferentes componentes de la carga separada y el fluido portador eluido, cortes hechos en el fluido portador a la salida del cromatógrafo.

20 Según una realización de la invención, la transferencia de calor desde la fuente fría a la fuente caliente se lleva a cabo mediante una compresión realizada sobre el fluido portador del procedimiento cromatográfico en estado gaseoso. Ventajosamente, esta operación se lleva a cabo en un circuito para reciclar el flujo del fluido portador en el procedimiento de cromatografía, es decir, en los flujos internos del procedimiento a los flujos del procedimiento cromatográfico.

25 La multiplicidad de cortes cromatográficos resultantes del procedimiento hace delicado y difícil el manejo de los flujos de vapor recolectados en diferentes puntos del procedimiento, obtenidos bajo diferentes presiones y a diferentes temperaturas, y suministrando una multiplicidad de separadores auxiliares e intercambiadores de calor. La optimización energética exhaustiva de una red compuesta por una multiplicidad de calderas y condensadores acoplados puede resultar inestable y difícil de realizar, cuando el circuito de refrigerante está conectado y se comunica directamente con el circuito de procedimiento mediante un flujo de material.

30 Por otro lado, el fluido portador utilizado para la separación cromatográfica no tiene ningún motivo para constituir un refrigerante de elección termodinámicamente efectivo y fácil de comprimir, salvo de manera accidental. En particular, la energía eléctrica que debe suministrar el compresor puede minimizarse mediante una elección juiciosa del fluido portador de calor o refrigerante, lo que resulta en ahorros en energía noble y costosa y menores inversiones.

35 El fluido portador es generalmente inflamable, a menudo tóxico, y térmicamente inestable y corrosivo. Las mezclas de solventes de elución son frecuentes en la cromatografía, no comportándose estas mezclas como fluidos puros y llegan a ebullición en un rango de temperaturas que corresponde a composiciones variables. Esto constituye una dificultad adicional cuando se trata de su uso directo como refrigerante y hace que los compresores e intercambiadores sean demasiado grandes.

40 Finalmente, las trazas de solutos de la carga residual en el fluido portador gaseoso corren el riesgo de alterar el procedimiento, por su acumulación en los condensadores (posible formación de sólido, ruptura de mezcla líquido-líquido), o su descomposición térmica, por el riesgo de corrosión que pueden representar, etc.

45 De manera ventajosa, el acoplamiento puede realizarse mediante un refrigerante distinto del fluido portador en un circuito de fluido externo a los flujos del procedimiento de cromatografía. Esto limita la complejidad del procedimiento, manteniendo la elección del refrigerante que se puede seleccionar de manera óptima por sus cualidades termodinámicas y por sus características óptimas en términos de estabilidad, toxicidad e inflamabilidad.

Según la invención, este intercambio de calor se lleva a cabo para reducir el consumo de energía térmica por el procedimiento.

50 Se observará que la gran dilución de los cortes cromatográficos inherentes a la cromatografía significa que los puntos de ebullición y condensación del fluido portador puro y del fluido portador que contiene una baja concentración de compuesto de la carga procedente del cromatógrafo están muy cerca. Esta diferencia puede ser del orden de unos pocos grados o incluso menos de 1 grado centígrado. Esta particularidad hace que el procedimiento de optimización

de energía que comprende una recompresión mecánica de vapor o RMV en cromatografía sea extremadamente eficiente.

De hecho, una bomba de calor podrá funcionar con una diferencia de temperatura muy baja entre la zona fría y la zona caliente y, por lo tanto, con relaciones de compresión muy bajas.

- 5 Por lo tanto, será posible obtener un rendimiento energético excelente, superior al de un evaporador de diez efectos o cuarenta efectos, o incluso cien efectos, por ejemplo, y hacer que la separación cromatográfica sea económica en términos de costes operativos.

La concentración molar del fluido concentrado suministrado a la salida del procedimiento puede alcanzar, por ejemplo, entre un pequeño % y unas pocas decenas de % del producto procedente de la carga.

- 10 En particular, puede ser entre 1 % y 70 % molar del producto procedente de la carga. Más particularmente, puede ser entre 3 % y 30 % molar del producto procedente de la carga. Preferiblemente, puede ser entre 5 % molar y 15 % molar del producto procedente de la carga.

Se obtiene así un considerable ahorro de energía.

- 15 La presión de vapor del fluido portador por encima de una solución concentrada del mismo puede ser aproximada por la ley de Raoult. Una dilución del 70 % generalmente significa una presión de vapor cercana al 70 % de la de dicho fluido puro. La relación de compresión del compresor será, por lo tanto, baja.

Ventajosamente, las relaciones de compresión del (de los) compresor(es) son menores de 3, preferiblemente menores de 1,5, e incluso más preferiblemente menores de 1,15.

Ventajosamente, una sola etapa de compresión es suficiente.

- 20 Ahora se examinarán con mayor precisión las condiciones para llevar a cabo el caso 1.

Ventajosamente, la energía de condensación del fluido portador evaporado que se origina a partir de la concentración de un corte cromatográfico particular se usa para evaporar el fluido portador de dicha sección diluida.

De hecho, las cargas térmicas se igualan y una variación en la velocidad se compensa automáticamente.

- 25 La transferencia de energía conduce, mediante dicha vaporización, a la separación de una fase concentrada en al menos un compuesto de la carga y de un fluido portador purificado.

Según la invención, este intercambio de calor se lleva a cabo para reducir el consumo de energía térmica por el procedimiento. Se entiende que esto significa que la energía requerida para calentar o vaporizar un corte cromatográfico en estado líquido se toma del fluido portador en su circuito de retorno al cromatógrafo, o que la energía producida durante el enfriamiento o la condensación de un corte cromatográfico de vapor se transfiere en su circuito de retorno al cromatógrafo al fluido portador que proviene de él.

- 30 La necesidad de energía térmica inherente al calentamiento o vaporización del corte cromatográfico se reduce así mediante dicho acoplamiento, al recuperar esta energía en un flujo donde es accesible.

Según la invención, este intercambio de calor conduce a una mejor separación de los componentes de la carga presente en el corte cromatográfico junto con la purificación del fluido portador.

- 35 Por fluido portador que suministra el cromatógrafo se entiende en particular el fluido portador purificado en diversos grados en el circuito de procedimiento que suministra el cromatógrafo.

El cambio de fase entre un líquido y un vapor es un fenómeno que consume mucha energía y se usa ampliamente en las técnicas de purificación de moléculas.

En particular, el fluido portador puede estar en un estado líquido cercano al punto crítico en el cromatógrafo.

- 40 De hecho, se sabe que cerca del punto crítico el calor latente de vaporización es muy bajo.

Por lo tanto, es posible producir efluentes muy puros a bajo coste de energía.

Preferiblemente, este acoplamiento de energía se lleva a cabo mediante una recompresión mecánica de vapor (o RMV) llevada a cabo alrededor del circuito del fluido portador para mejorar la eficiencia energética del procedimiento.

- 45 Ventajosamente, este RMV permite acoplar la energía necesaria para la vaporización de uno o más cortes cromatográficos y la energía liberada por la recondensación del fluido portador gaseoso.

La recompresión mecánica del vapor puede realizarse en particular directamente sobre el fluido portador vaporizado al volver a comprimir este último o indirectamente utilizando una bomba de calor auxiliar.

- El procedimiento consiste en particular en vaporizar total o parcialmente el flujo del fluido portador y del producto que sale del cromatógrafo en un evaporador al involucrar la condensación de un fluido refrigerante presurizado, que transfiere su energía térmica al fluido portador. Este refrigerante puede alimentar en particular el segundo lado de un intercambiador de calor de contacto indirecto. Los coeficientes de transferencia de calor en condensación y evaporación son excelentes, la superficie de intercambio necesaria será pequeña y el evaporador compacto y eficiente.
- El refrigerante líquido producido por la etapa anterior se evapora en un calderín a una presión inferior a la presión que prevalece en el evaporador, condensando el fluido portador gaseoso. El fluido portador de líquido después de la condensación finalmente vuelve a suministrar el cromatógrafo.
- El refrigerante puede estar constituido por el propio fluido portador. En particular, el fluido portador vaporizado separado de las moléculas de la carga se condensa bajo presión en los intercambiadores que sirven para vaporizar los cortes cromatográficos obtenidos del cromatógrafo, se condensa y suministra al cromatógrafo líquido portador puro.
- Con tal esquema, es posible realizar una recuperación y reciclaje muy completos del fluido portador que se ejecutará en el procedimiento de circuito cerrado.
- Ventajosamente, todos los cortes de líquido portador líquido del cromatógrafo se evaporan bajo la acción de un solo compresor en el procedimiento.
- Ventajosamente de acuerdo con la invención, la fase portadora líquida se purifica a la salida del cromatógrafo por destilación en una columna de destilación para recuperar la carga en el fondo de la columna y el fluido portador puro en la cabeza de la columna, la energía necesaria para la vaporización de la columna. el líquido en la parte inferior de la columna y la energía producida por la condensación del fluido portador vaporizado en la cabeza de la columna se acoplan mediante recompresión mecánica de vapor.
- Este RMV se llevará a cabo en el flujo del procedimiento, o en un flujo separado mediante una bomba de calor que trabaje con un refrigerante que no sea la fase eluyente.
- Ventajosamente, este acoplamiento se lleva a cabo mediante un circuito de fluido externo a los flujos del procedimiento de cromatografía.
- Ventajosamente, los componentes resultantes de la carga se separan en el estado líquido del líquido portador concentrado en las condiciones del procedimiento.
- Ventajosamente en este caso se separan por asentamiento.
- Se puede agregar al procedimiento un simple paso de purificación del fluido portador vaporizado y recondensado después de la recuperación o el acoplamiento de energía con los cortes cromatográficos, tal como extracción de vapor, destilación, extracción líquido-líquido, evaporación instantánea, decantación, separación por membrana (pervaporación, ósmosis inversa, nanofiltración...) etc.
- Se puede agregar al procedimiento un simple paso de purificación del fluido portador vaporizado, como destilación, extracción gas-líquido, etc.
- En particular, cuando esta purificación se lleve a cabo mediante el arrastre por el vapor del fluido portador líquido, la producción del vapor necesario se puede hacer recuperando la energía transferida al fluido portador o al refrigerante vaporizado por el compresor. Esto da como resultado un sobrecalentamiento y, por lo tanto, un calor sensible que se puede recuperar para evaporar el fluido portador en forma líquida.
- Según una variante de este procedimiento, es posible realizar un ciclo de bomba de calor por RMV alrededor de esta columna de arrastre. Ventajosamente, este circuito alrededor de la columna y el circuito fluido portador alrededor del cromatógrafo usarán el mismo compresor.
- Ventajosamente, los componentes de la carga obtenidos del cromatógrafo son condensables en sólidos en un fluido portador líquido concentrado por evaporación en las condiciones del procedimiento.
- Ventajosamente, estos sólidos se separan por extracción en un solvente inmiscible con el fluido portador líquido.
- Ventajosamente, este solvente se introduce en la mezcla corriente arriba del nivel o al nivel de vaporización del fluido portador procedente del cromatógrafo.
- Se puede agregar al procedimiento un simple paso de purificación de la carga condensada y separada, tal como destilación, extracción con vapor, extracción líquido-líquido, evaporación instantánea, cristalización, separación por membrana (pervaporación, ósmosis inversa, etc.) para separarla de las últimas trazas de fluido portador.
- Estas trazas de fluido portador se recuperarán y reciclarán ventajosamente.

El circuito de procedimiento del fluido portador puede operar a cualquier presión requerida por los requisitos del procedimiento, y en particular en la vecindad del punto crítico.

De hecho, se sabe que cerca del punto crítico el calor latente de vaporización es muy bajo.

5 De esta manera, es posible en particular tratar cortes cromatográficos que son muy diluidos en componentes de la carga.

La separación de un componente de la carga y el fluido portador puede facilitarse si la diferencia en el punto de ebullición entre estos dos cuerpos es grande.

En particular, será ventajosamente mayor que 40°C.

10 La separación de la carga y el fluido portador se puede facilitar si este último consiste en moléculas con carbono. En particular, puede ser un solvente orgánico.

Ventajosamente, una molécula del fluido portador comprende un esqueleto de carbono y uno o más átomos elegidos entre cloro, hidrógeno, flúor, en cualquier combinación.

En particular, puede ser una mezcla de solventes orgánicos o de solventes orgánicos y de otras sustancias volátiles.

15 En particular, puede ser una mezcla que consiste principalmente de sustancias no polares o no muy polares y de modificadores polares minoritarios.

En particular, puede ser una mezcla que consiste principalmente en sustancias polares y modificadores menores no polares.

Estas mezclas son bien conocidas en el estado de la técnica.

20 Entre las sustancias polares o modificadores polares, mencionaremos agua, alcoholes de cadena corta, nitrilos livianos, éteres livianos, cloroformo, etc.

Entre las sustancias o modificadores no polares o ligeramente polares, se mencionarán los hidrocarburos alifáticos y aromáticos, los halocarbonos como los freones, etc.

Tal procedimiento de acuerdo con cualquiera de sus variantes será tanto más efectivo ya que la caída de presión en el procedimiento y en particular a través del cromatógrafo, que es la causa principal del mismo, será baja.

25 Ventajosamente, la caída de presión del fluido portador líquido que se eluye en el cromatógrafo es inferior a 20 bares, preferiblemente inferior a 5 bares, y aún más preferiblemente inferior a 2 bares.

De acuerdo con una realización preferida de la invención, se elegirá usar en el cromatógrafo un relleno que comprende en su masa pasajes vacíos o macroporos que ofrecen poca resistencia al flujo de un fluido y permiten su contacto estrecho con una fase estacionaria.

30 Por pasajes vacíos se entiende pasajes relacionados desprovistos de material líquido o sólido capaces de obstruir la etapa del gas portador y generar una caída de presión.

Pueden ser preferiblemente poros, hendiduras o canales sustancialmente rectilíneos.

Pueden ser poros como los presentes en una tela del tipo tejido o no tejido o cualquier otra estructura fibrosa.

Ventajosamente, el tamaño de estos poros o canales será mayor que 5 µm, y preferiblemente mayor que 50 µm.

35 Ventajosamente, este empaquetamiento comprende un empaquetamiento multicapilar, que tiene una caída de presión muy baja.

Se denomina empaquetamiento multicapilar un empaquetamiento que tiene una multiplicidad de canales contiguos vacíos, rectilíneos, paralelos, homogéneos y regulares, y que se abre a ambos lados del empaquetamiento.

40 Se observará que un aspecto preferido de la invención consiste en la combinación y la selección de un empaquetamiento multicapilar y de un cromatógrafo anular continuo para llevar a cabo la separación cromatográfica, y de un fluido portador líquido vaporizable junto con la optimización de energía mediante recompresión mecánica del vapor alrededor de la vaporización del fluido portador. Esta selección hace posible obtener un procedimiento cromatográfico continuo altamente eficiente a bajo coste de energía.

45 Preferiblemente, se usará un cromatógrafo o una disposición de columnas cromatográficas que permite un flujo casi continuo de fluido portador.

Se puede utilizar un lecho móvil simulado.

De manera ventajosa, se utilizará un cromatógrafo anular continuo del tipo axial, es decir, el flujo del cual se lleva a cabo a lo largo del eje del cromatógrafo, o radial, es decir, el flujo se realiza radialmente en el aparato de cromatografía.

Se examinará con mayor precisión las condiciones para llevar a cabo el caso 2.

- 5 Preferiblemente en este caso, el acoplamiento de energía se lleva a cabo mediante recompresión mecánica de vapor, o RMV, llevada a cabo en el circuito del fluido portador gaseoso para mejorar la eficiencia energética del procedimiento.

La recompresión mecánica del vapor puede llevarse a cabo, en particular, directamente sobre el fluido portador volviendo a comprimir este último, o indirectamente utilizando una bomba de calor auxiliar.

Tal procedimiento de acuerdo con cualquiera de sus variantes será tanto más efectivo ya que la caída de presión en el procedimiento y en particular a través del cromatógrafo, que es la causa principal del mismo, será baja.

- 10 Ventajosamente, la caída de presión del gas de elución en el cromatógrafo es inferior a 2 bares, preferiblemente inferior a 0,5 bares e incluso más preferiblemente inferior a 0,2 bares.

En particular, el fluido portador puede estar en un estado gaseoso cercano a las condiciones críticas en el cromatógrafo.

En particular, el fluido portador puede estar en un estado cercano al punto crítico durante su vaporización.

- 15 Por cercano al punto crítico se entiende una zona entre 0.8 y 1.2 veces la presión crítica, y entre 0.8 y 1.2 veces la temperatura crítica simultáneamente.

Por cercano al punto crítico se entiende más particularmente una zona entre 0.9 y 1.1 veces la presión crítica, y entre 0.9 y 1.1 veces la temperatura crítica simultáneamente.

De hecho, se sabe que cerca del punto crítico el calor latente de vaporización es muy bajo.

- 20 También se sabe que la productividad del cromatógrafo aumenta al aumentar su presión de trabajo, y particularmente en la vecindad del punto crítico.

También se sabe que la compresión de un fluido será tanto más económica y fácil cuando la relación de compresión requerida sea menor y cuando su densidad sea alta.

- 25 Por lo tanto, es posible, al operar el procedimiento cerca del rango crítico, condensar y evaporar el fluido portador bajo el efecto de la transferencia de potencias moderadas al nivel de un intercambiador de condensación de fluido portador, comprimir bajo bajas relaciones de compresión de los fluidos densos, reducir el tamaño y el coste de la instalación, y mejorar su rendimiento energético.

De esta manera, es posible en particular tratar cortes cromatográficos que son muy diluidos en componentes de la carga.

- 30 De acuerdo con una realización preferida de la invención, se elegirá usar en el cromatógrafo un relleno que comprende en su masa pasajes vacíos o macroporos que ofrecen poca resistencia al flujo de un fluido y permiten su contacto cercano con una fase estacionaria.

Por pasajes vacíos se entiende pasajes relacionados desprovistos de material líquido o sólido capaces de obstruir la etapa del gas portador y generar una caída de presión.

- 35 Pueden ser preferiblemente poros, hendiduras o canales sustancialmente rectilíneos.

Pueden ser poros como los presentes en una tela del tipo tejido o no tejido o cualquier otra estructura fibrosa.

- 40 Ventajosamente, el tamaño de estos poros o canales será mayor que 5 μm , y preferiblemente mayor que 50 μm . Ventajosamente, este empaquetamiento comprende un empaquetamiento multicapilar, que tiene una caída de presión muy baja. De hecho, la cantidad de energía requerida para la recompresión mecánica del vapor se reduce considerablemente al reducir la diferencia entre las presiones requeridas en el lado caliente y el lado frío de un intercambiador de calor que sirve para recuperar la energía de vaporización del fluido portador. Por lo tanto, el relleno multicapilar tiene una aptitud excepcional para llevar a cabo este procedimiento, lo que lo hace seleccionar de preferencia.

- 45 Como antes, se denomina empaquetamiento multicapilar, un empaquetamiento que tiene una multiplicidad de canales contiguos, rectilíneos, paralelos, homogéneos y regulares, y que se abre a ambos lados del empaquetamiento.

Preferiblemente, se usará un cromatógrafo o una disposición de columnas cromatográficas que permite un flujo casi continuo de fluido portador.

Se puede utilizar un lecho móvil simulado.

De manera ventajosa, se utilizará un cromatógrafo anular continuo del tipo axial, es decir, el flujo del cual se lleva a cabo a lo largo del eje del cromatógrafo, o radial, es decir, el flujo se realiza radialmente en el aparato de cromatografía.

Ventajosamente, los componentes de la carga que provienen del cromatógrafo pueden condensarse en sólidos con el fluido portador condensado en las condiciones del procedimiento.

- 5 Ventajosamente, estos sólidos se separan por extracción en un solvente inmiscible con el fluido portador condensado.

Ventajosamente, este solvente se introduce en la mezcla corriente arriba del nivel o al nivel de la condensación del fluido portador procedente del cromatógrafo.

En particular, se pueden introducir en un intercambiador de calor para evitar su incrustación por cristalización o depósito de sólidos en la superficie de intercambio de calor.

- 10 Ventajosamente, este solvente se introduce en estado gaseoso en la mezcla corriente abajo de la condensación del fluido portador procedente del cromatógrafo antes o después de un compresor mecánico de recompresión de vapor.

De esta manera, el solvente sirve para modificar las características de elución del fluido portador en el cromatógrafo.

Ventajosamente, el procedimiento de acuerdo con la invención se caracteriza porque los componentes de la carga son incondensables bajo las condiciones del procedimiento.

- 15 Ventajosamente en este caso se separan por asentamiento.

Ventajosamente, los componentes resultantes de la carga son condensables en estado líquido bajo las condiciones del procedimiento.

- 20 La invención consiste en particular en utilizar, como fluido portador de un cromatógrafo preparativo, un vapor condensable inmiscible en estado líquido con los productos de la carga separados, asociados con un acoplamiento energético entre la condensación de la carga y la evaporación del portador fluido a partir de su estado líquido para mejorar la economía y el rendimiento energético del procedimiento al tiempo que ofrece una gran facilidad de uso. Preferiblemente, este acoplamiento se lleva a cabo mediante una recompresión mecánica del vapor realizada alrededor del fluido portador para mejorar la eficiencia energética del procedimiento.

- 25 La recompresión mecánica del vapor se puede llevar a cabo en particular directamente en el gas portador al volver a comprimir este último, o indirectamente utilizando una bomba de calor auxiliar que funciona con un fluido distinto del fluido de elución.

- 30 Por lo tanto, el procedimiento consiste en condensar total o parcialmente el flujo de gas portador y del producto obtenido del cromatógrafo mediante la evaporación de un refrigerante. Esto puede suministrar en particular el segundo lado de un intercambiador de calor de contacto indirecto. Los coeficientes de transferencia de calor en condensación y evaporación son excelentes, la superficie de intercambio necesaria será pequeña y el intercambiador compacto y eficiente.

Un refrigerante se vuelve a comprimir y sirve para evaporar el fluido portador condensado y separado de la etapa anterior, que vuelve a alimentar el cromatógrafo.

- 35 El refrigerante puede estar formado por el propio fluido portador, lo que limita las inversiones necesarias. En particular, el fluido portador gaseoso condensado y separado por decantación de las moléculas de la carga se evapora a presión reducida en los intercambiadores que sirven para condensar los cortes cromatográficos obtenidos del cromatógrafo, se vuelve a comprimir y suministra al cromatógrafo gas portador puro.

Será posible obtener un rendimiento energético excelente, superior al de un evaporador de diez o cuarenta efectos, por ejemplo, y hacer que la separación cromatográfica sea económica en términos de costes operativos e inversiones.

- 40 Se obtiene así un considerable ahorro de energía.

Ventajosamente, todas las fracciones de gas portador condensadas y opcionalmente purificadas se evaporan bajo la acción de un único compresor en el procedimiento.

La separación de la carga y el gas portador se puede facilitar si este último consiste en moléculas con carbono.

- 45 En particular, puede ser una o una mezcla de moléculas con carbono cuyo campo de aplicación es el de los ciclos de refrigerante, como los freones (marca DuPont de Nemours), que comprende uno o más átomos elegidos entre el cloro, hidrógeno, flúor, en cualquier combinación.

- 50 Según un procedimiento preferido para llevar a cabo la invención, descrito a continuación, los compuestos resultantes de la carga y el fluido portador son inmiscibles en el estado condensado y son líquidos al final de la etapa de condensación del fluido portador a la salida del cromatógrafo. Su separación puede ser excelente y fácil cuando son altamente inmiscibles.

Este es particularmente el caso con agua e hidrocarburos alifáticos, nafténicos, aromáticos, aceites naturales y sintéticos, y numerosas sustancias orgánicas artificiales y naturales. La separación se lleva a cabo de una manera extremadamente simplificada en un matraz de sedimentación de muy bajo coste, por ejemplo.

- 5 Se puede agregar al procedimiento un simple paso de purificación del gas portador condensado decantado y separado, como arrastre de vapor, destilación, extracción líquido-líquido, evaporación instantánea, separación por membrana (pervaporación, ósmosis inversa, nanofiltración...) etc.

- 10 En particular, cuando esta purificación se lleva a cabo mediante el arrastre por el vapor del fluido portador condensado, la producción del vapor necesario se puede hacer recuperando la energía transferida al gas portador por el compresor. Esto da como resultado un sobrecalentamiento y, por lo tanto, un calor sensible que se puede recuperar para evaporar el fluido portador en forma líquida.

Según una variante de este procedimiento, es posible realizar un ciclo de bomba de calor por RMV alrededor de esta columna de arrastre. Ventajosamente, este circuito alrededor de la columna y el circuito fluido portador alrededor del cromatógrafo usarán el mismo compresor.

- 15 Podemos agregar al procedimiento un paso simple de purificación de la carga condensada y separada, como la destilación, el entrenamiento con vapor, la extracción líquido-líquido, la evaporación instantánea, la separación por membrana (pervaporación, ósmosis inversa, etc.) para separarlo de las últimas trazas de fluido portador.

Estas trazas de fluido portador se recuperarán y reciclarán ventajosamente.

- 20 Ventajosamente, el vapor de agua opcionalmente sobrecalentado con cargas orgánicas no polares o ligeramente polares, o hidrocarburos alifáticos opcionalmente sobrecalentados con cargas polares o que contienen enlaces de hidrógeno, se elegirán como gas portador. Los hidrocarburos alifáticos se elegirán preferiblemente lineales.

Ventajosamente, el producto de la carga resultante de la separación tendrá un punto de ebullición más alto que el gas portador, preferiblemente al menos 40 ° C más alto que este último, para hacer que la temperatura de ebullición del azeótropo binario del producto y el fluido portador sea cercana a la del fluido portador puro.

- 25 El ciclo del procedimiento puede completarse recuperando la energía de un fluido no condensado proveniente de los condensadores para evaporar la carga. Este puede ser el objetivo de un segundo ciclo RMV.

- 30 Se observará que un aspecto privilegiado de la invención consiste en la combinación y la selección de un empaque multicapilar y de un cromatógrafo anular continuo para llevar a cabo la separación cromatográfica, de un gas portador condensable e inmiscible en la carga en el estado líquido, y separación por decantación de este último después de su condensación, junto con la optimización de energía por recompresión mecánica del vapor alrededor de la producción del gas portador. Esta selección permite obtener un procedimiento cromatográfico altamente eficiente a bajo coste de energía.

- 35 El gas portador en el cromatógrafo puede operar a cualquier temperatura requerida por los puntos de ebullición de las especies presentes. En el caso de que esta temperatura sea mucho más alta que la temperatura de condensación del gas portador, una inyección de líquido portador líquido en la salida del cromatógrafo y corriente arriba de los condensadores, o el atemperamiento, puede ayudar a reducir la superficie de intercambio de calor requerido corriente abajo. Alternativamente, se puede implementar un economizador en forma de un intercambiador de calor sensible entre las corrientes de entrada y salida del cromatógrafo.

El circuito de procedimiento rotativo del fluido portador podrá operar a cualquier presión requerida por los requisitos del procedimiento.

- 40 La figura 1 representa un ejemplo de un procedimiento de acuerdo con la invención con un portador líquido que sirve como refrigerante. El cromatógrafo es alimentado por la carga 1 líquida y el fluido 2 líquido portador. Los efluentes 3, 4 líquidos son admitidos a través de las válvulas 9 de control sometidas a la presión corriente abajo en un lado de los intercambiadores 8 de calor donde se vaporizan. Los fluidos parcialmente vaporizados se decantan en los globos 7 de tres fases. La fase líquida liviana es, por ejemplo, el producto 13. El vapor 12 se comprime en el compresor 5 y vuelve al otro lado de los intercambiadores 8. La fase de vapor comprimido se condensa. bajo presión en los intercambiadores 8 al servir para la vaporización de los cortes 3 y 4 cromatográficos con el fin de mejorar la eficiencia energética del procedimiento mediante la recompresión mecánica de vapor (RMV). La bomba 10 transporta el fluido condensado al cromatógrafo. La referencia 14 es una adición de portador líquido. Se observará que el dispositivo 5 al que se hace referencia en este texto como un compresor puede ser cualquier dispositivo capaz de aumentar la presión de un fluido de procedimiento gaseoso, como por ejemplo un compresor rotativo o alternativo, un amplificador axial, uno o más ventiladores, un eyector. No hace falta decir que se podrían agregar al diagrama de flujo purificaciones adicionales de las diversas fases saturadas entre sí. El procedimiento puede controlarse como se describe brevemente en la figura, PIC para control e indicación de presión, PDIC para control e indicación de presión diferencial, LIC para control e indicación de nivel.
- 50

La figura 2 representa un ejemplo del procedimiento de acuerdo con la invención con una bomba de calor externa a los flujos del procedimiento. El cromatógrafo es alimentado por la carga 1 líquida y el fluido 2 líquido portador. Los efluentes 3, 4 líquidos son admitidos a través de válvulas 9 de control sometidas a la presión corriente abajo en un lado de los intercambiadores 8 de calor de contacto indirecto donde se vaporizan condensándose un refrigerante 21. Los fluidos parcialmente vaporizados se decantan en los globos 7. La fase líquida es, por ejemplo, el producto 13. El vapor 12 se condensa en el intercambiador 20, haciendo que el refrigerante llegue a ebullición a presión reducida mediante el compresor 5 y vuelva al cromatógrafo. La bomba 10 transporta el fluido portador condensado al cromatógrafo. El refrigerante vaporizado regresa a los intercambiadores 8. Se observa que el fluido portador funciona en dicho procedimiento a una temperatura más baja que las temperaturas que experimenta en el circuito del ejemplo 1, donde se comprime en el compresor 5. Se observa que el control de un tal circuito de procedimiento tan complejo que tiene varios cortes cromatográficos es independiente del circuito de fluido en el lado del procedimiento, lo que hace que su operación sea más simple y más eficiente.

La figura 3 representa un diagrama de procedimiento para el cual el líquido portador se introduce a la salida del cromatógrafo 6 en una columna 30 de destilación y se separa de uno o más componentes de la carga 1. La columna comprende un calderín 31, 35, un condensador 35 y un matraz 36 de reflujo. El calentador y el condensador están acoplados. El fluido portador líquido se evapora en un lado del calderín 35 y la corriente de procedimiento gaseosa que proviene de la cabeza de la columna presurizada por el compresor 34 se condensa para evaporar la carga en el otro lado del calderín 35. La referencia 33 es el flujo de vapor en la cabeza de la columna. El fluido 2 portador condensado y purificado vuelve al cromatógrafo mediante una bomba 50. La carga concentrada y purificada se recupera en el fondo de la columna 38.

La figura 4 representa un diagrama de procedimiento para el cual el líquido portador se introduce a la salida del cromatógrafo 6 en una columna 30 de destilación y se separa de uno o más componentes de la carga 1. La columna comprende un calderín 31, 35, un condensador 33, y un matraz 32 de reflujo. El calentador y el condensador están acoplados por una bomba de calor usando un circuito de 37 refrigerante. El fluido portador líquido se evapora en un lado del calentador 35 condensando el refrigerante 37 gaseoso bajo presión en el compresor 34 y el flujo de procedimiento gaseoso que sale de la cabeza de la columna se condensa evaporando el refrigerante líquido colocado al vacío en la succión del compresor 34. El fluido portador 2 condensado y purificado vuelve al cromatógrafo mediante una bomba 50. La carga concentrada y purificada se recupera en el fondo de la columna 38.

La figura 5 representa un ejemplo del procedimiento de acuerdo con la invención con un gas portador condensable y que sirve como refrigerante. Los fluidos son tales que la carga líquida es inmisible con el gas portador condensado en estado líquido. El cromatógrafo es alimentado por la carga 101 vaporizada y el gas 102 portador. Los efluentes 103, 104 gaseosos son admitidos a través de las válvulas 109 de control sometidas a la presión corriente abajo en los intercambiadores 108 de calor donde se condensan. Los vapores parcialmente condensados se decantan en los matraces 107 de tres fases. La fase líquida liviana es, por ejemplo, el producto 113. La fase 111 pesada es, por ejemplo, el gas portador condensado. El vapor no condensado 112 se envía al procedimiento corriente abajo. La fase 111 pesada se evapora a presión reducida en los intercambiadores 108, sirviendo para la condensación de los cortes 104 y 105 cromatográficos con el fin de mejorar la eficiencia energética del procedimiento mediante recompresión mecánica de vapor (RMV). El compresor 110 asegura esta depresión, y hace posible superar la caída de presión del cromatógrafo, las válvulas de control y los intercambiadores de calor. Se observará que el dispositivo 110 al que se hace referencia en este texto como un compresor podría ser cualquier dispositivo capaz de aumentar la presión de un fluido de procedimiento gaseoso, como por ejemplo un compresor rotativo o alternativo, un amplificador axial, uno o más ventiladores, un eyector. Se notará que la energía contenida en la corriente 112 de vapor puede usarse para vaporizar la carga 101 usando otra RMV. La fuente de energía para el procedimiento se vuelve completamente eléctrica. La corriente 114 constituye una posible composición de fase pesada. No hace falta decir que se podrían agregar al diagrama de flujo purificaciones adicionales de las diversas fases saturadas entre sí. El procedimiento puede controlarse como se describe brevemente en la figura, PIC para control e indicación de presión, PDIC para control e indicación de presión diferencial, LIC para control e indicación de nivel.

Se observará que una bomba de calor puede integrarse en la misma planta de optimización de energía en diferentes cortes de procedimiento, algunos concentrados en un solo matraz instantáneo, otros en columnas de destilación. Esta planta funcionará con un solo compresor.

Las estructuras y dispositivos descritos en este texto pueden usarse en todos los campos de la química, la industria petrolera, nuclear y farmacéutica.

Ejemplo

La siguiente tabla ejemplifica el uso de diferentes refrigerantes para recuperar energía por RMV durante la concentración de un efluente de un procedimiento cromatográfico utilizando como fluido portador una mezcla de heptano (60 % en peso) y etanol (40 % en peso).

Refrigerante	Productividad relativa	Potencia del compresor por kg de producto (% relativo)
Heptano 60 Etanol 40	1	100

Refrigerante	Productividad relativa	Potencia del compresor por kg de producto (% relativo)
CH ₂ Cl ₂	3.79	108,08
CHCl ₃	1.65	91,74

Para una instalación de recuperación de energía de dimensiones idénticas en tamaño (capacidad de volumen de los compresores y las superficies de intercambio de calor), el uso del solvente del procedimiento como refrigerante conduce a una productividad mediocre, 3.8 veces menor que la permitida sustituyendo por diclorometano, y 1,65 veces menos que la permitida por el cloroformo.

Este rendimiento debe compararse con la potencia de compresión requerida por unidad de masa del producto fabricado y, por lo tanto, con la energía eléctrica consumida, 10 % más baja cuando se usa cloroformo como refrigerante.

La elección final tiene en cuenta las características de inflamabilidad y toxicidad en función de las necesidades del procedimiento, ya que el diclorometano no es inflamable ni tóxico, el cloroformo no es inflamable y es más tóxico pero más eficiente. El diclorometano se elegirá para aplicaciones alimentarias, el cloroformo para aplicaciones en especialidades químicas, por ejemplo.

La siguiente tabla muestra el número de efectos disponibles en función de la relación de compresión máxima en el circuito de refrigerante para diclorometano.

Tasa de compresión	Numero de efectos	Superficie de los intercambiadores (índice 1 para una relación de compresión de 3,0)
1,3	16,99	10
1,5	11,08	5
3,0	3,95	1

Los 11 efectos son accesibles con una relación de compresión de 1,5, rendimiento inaccesible por un efecto múltiple convencional sin recompresión mecánica de vapor.

El número de efectos es la relación entre el consumo de energía del procedimiento necesario para la evaporación del fluido portador líquido y la cantidad de energía de vaporización latente necesaria para la evaporación del fluido portador líquido.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de cromatografía líquida, gaseosa o supercrítica en el cual una carga (1) que comprende componentes por separar arrastrados por un fluido (2) portador se hace circular en un cromatógrafo (6) que contiene una fase estacionaria, caracterizado dicho procedimiento porque:
 - 5 (a) se obtiene una pluralidad de cortes (3, 4) cromatográficos a la salida del cromatógrafo que comprenden al menos un componente de la carga y el fluido portador en una primera fase fluida,
 - (b) se impone un cambio de estado en al menos uno de dichos cortes (3, 4) cromatográficos para obtener al menos un corte de fluido portador purificado en una segunda fase fluida diferente de la primera fase fluida separando dicho fluido portador del componente de la carga,
 - 10 (c) se impone un cambio de estado inverso al de la etapa (b) en al menos un corte de fluido portador purificado obtenido en la etapa (b) para obtener al menos un corte de fluido portador purificado en una tercera fase fluida diferente de la segunda fase fluida,

y porque las energías de cambio de estado se acoplan desde la primera fase fluida a la segunda fase fluida y desde la segunda fase fluida a la tercera fase fluida de la misma o de otro corte de fluido portador purificado, comprendiendo dicho acoplamiento una transferencia de calor usando una bomba de calor.

- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la bomba de calor implementa una recompresión de vapor del fluido portador en un flujo de dicho fluido portador en el procedimiento de cromatografía.
- 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha bomba de calor implementa una recompresión de vapor de un refrigerante diferente del fluido portador en un flujo de fluido externo al procedimiento de cromatografía.
- 20 4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la primera fase fluida es líquida, la segunda fase fluida es gaseosa y la tercera fase fluida es líquida, comprendiendo la pluralidad de cortes (3, 4) cromatográficos obtenida a la salida del cromatógrafo al menos un componente de la carga y el fluido portador en estado líquido, y porque:
 - en la etapa (b), al menos uno de dichos cortes cromatográficos se vaporiza para obtener, por un lado, dicho componente de la carga en el estado líquido concentrado y, por otro lado, el fluido portador purificado en el estado de vapor,
 - en la etapa (c), se condensa dicho fluido portador purificado obtenido en la etapa (b),
 - al menos parte de la energía de la condensación del fluido portador vaporizado se recupera y se utiliza para suministrar al menos parte de la energía necesaria para la vaporización del fluido portador de al menos uno se corta por cromatografía.
 - 30 5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la primera fase fluida es gaseosa, la segunda fase fluida es líquida y la tercera fase fluida es gaseosa, comprendiendo la pluralidad de cortes cromatográficos obtenida a la salida de un cromatógrafo al menos un componente de la carga y el fluido portador en estado gaseoso, y porque:
 - en la etapa (b), al menos uno de dichos cortes cromatográficos se condensa para separar un componente de la carga y el fluido del vector condensado,
 - en la etapa (c), el fluido portador condensado obtenido en la etapa (b) se vaporiza y dicho fluido se introduce en estado gaseoso en el cromatógrafo,
 - al menos parte de la energía liberada por la condensación de dicho al menos un corte cromatográfico se usa para suministrar al menos parte de la energía necesaria para dicha vaporización del fluido portador condensado.
 - 40 6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la primera fase fluida está en estado supercrítico, la segunda fase fluida es líquida y la tercera fase fluida está en estado gaseoso o supercrítico, comprendiendo la pluralidad de cortes cromatográficos obtenida en la salida del cromatógrafo cada uno al menos un componente de la carga y el fluido portador en el estado supercrítico, y porque:
 - en la etapa (b), al menos uno de dichos cortes cromatográficos se condensa para separar un componente de la carga y el fluido del vector condensado,
 - en la etapa (c), el fluido portador condensado obtenido en la etapa (b) se vaporiza y dicho fluido se introduce en el estado supercrítico en el cromatógrafo,
 - al menos parte de la energía liberada por dicha condensación de al menos un corte cromatográfico se usa para proporcionar al menos parte de la energía necesaria para dicha vaporización del fluido portador condensado.
 - 50

7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 5 o 6, caracterizado porque al menos un componente de la carga y al menos parte del fluido portador son condensables simultáneamente en líquidos que son sustancialmente inmiscibles y separables por decantación en las condiciones del procedimiento.
- 5 8. Procedimiento según la reivindicación 2 o 3, caracterizado porque la recompresión del vapor se lleva a cabo mediante un eyector cuyo fluido de trabajo tiene una composición cercana a la del fluido arrastrado.
9. Procedimiento según la reivindicación 2 o 3, caracterizado porque la recompresión del vapor se realiza mediante recompresión mecánica del vapor.
- 10 10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 9, caracterizado porque la compresión es implementada por al menos un compresor cuya relación de compresión es menor que 3, preferiblemente menor que 1.5 y más preferiblemente menor que 1.15.
11. Sistema de cromatografía líquida, gaseosa o supercrítica que comprende un cromatógrafo (6) que contiene una fase estacionaria destinada a la circulación de una carga (1) que comprende componentes por separar arrastrados por un fluido (2) portador y a la obtención de una pluralidad de cortes cromatográficos que comprenden al menos un componente de la carga y el fluido portador en una primera fase fluida, caracterizado dicho sistema porque comprende:
- 15 - medios adaptados para imponer un primer cambio de estado en al menos uno de dichos cortes (3, 4) cromatográficos para purificar el fluido portador en una segunda fase fluida diferente de la primera fase fluida separándolo del componente de la carga ,
- medios adaptados para imponer en al menos un corte de fluido portador purificado un segundo cambio de estado opuesto al primero para obtener una tercera fase fluida diferente de la segunda fase fluida, y
- 20 - una bomba de calor adaptada para acoplar las energías del primer y segundo cambios de estado.

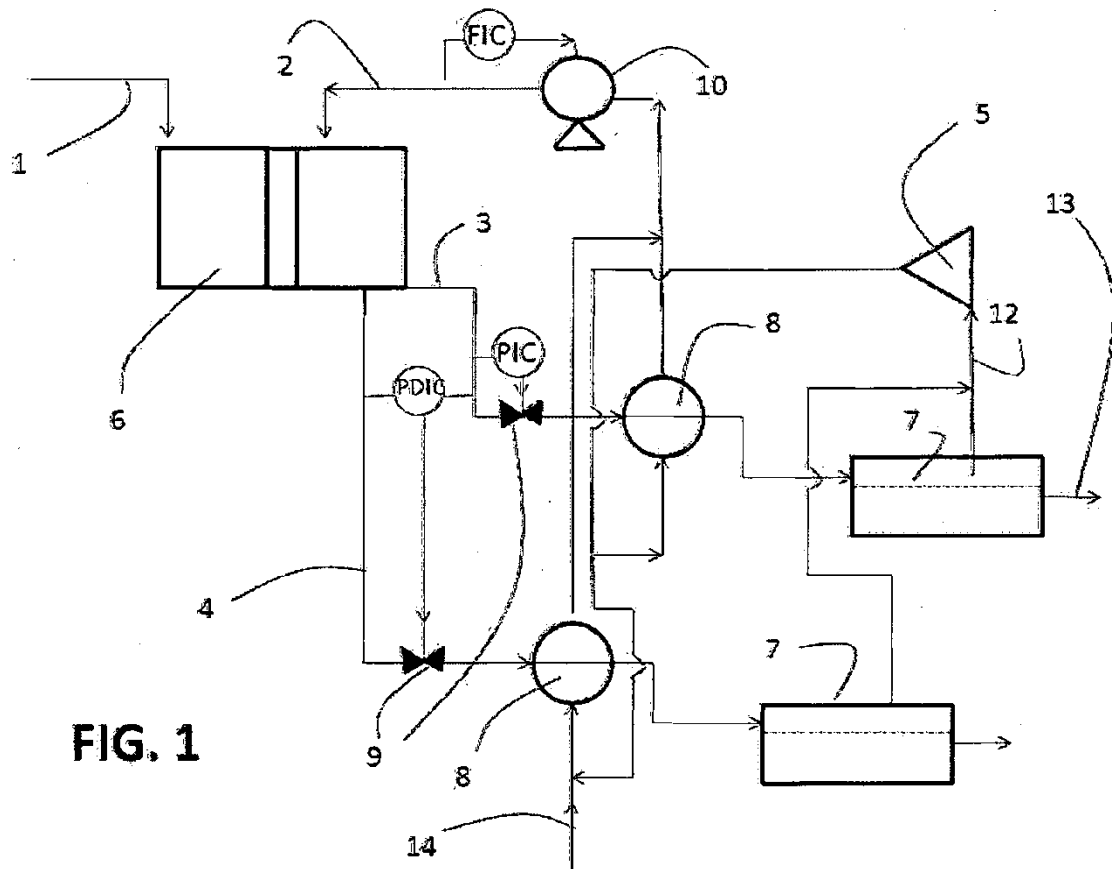


FIG. 1

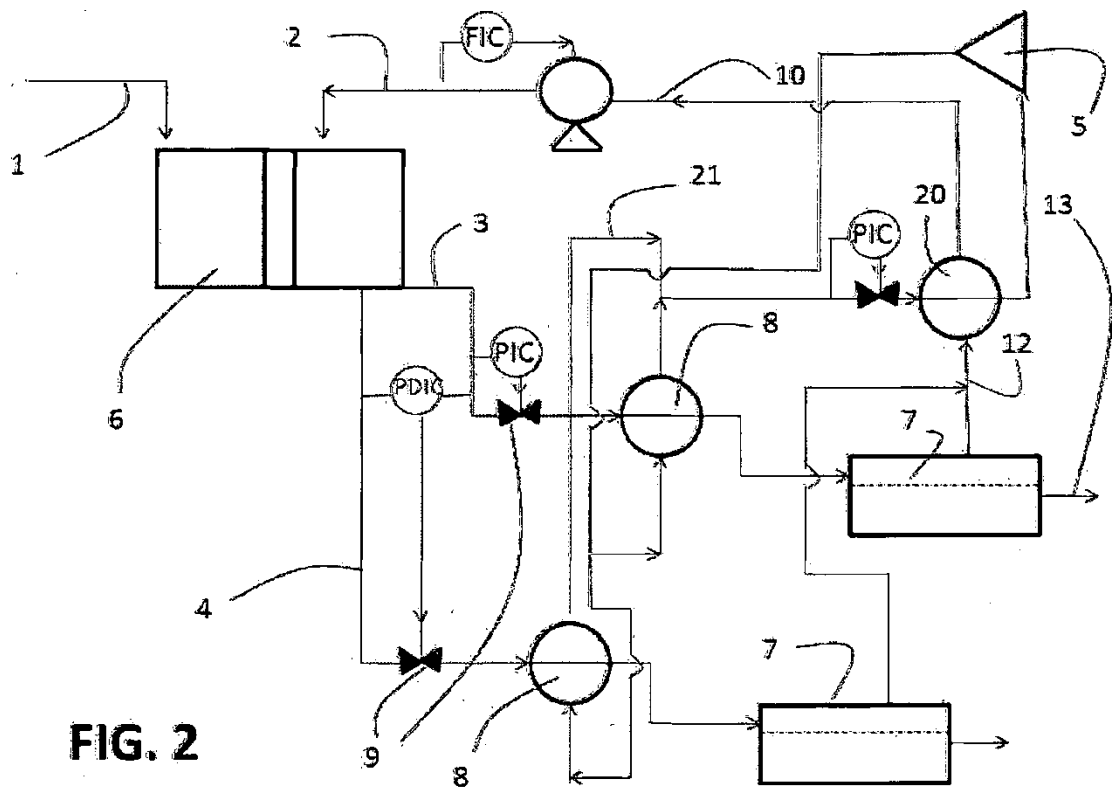


FIG. 2

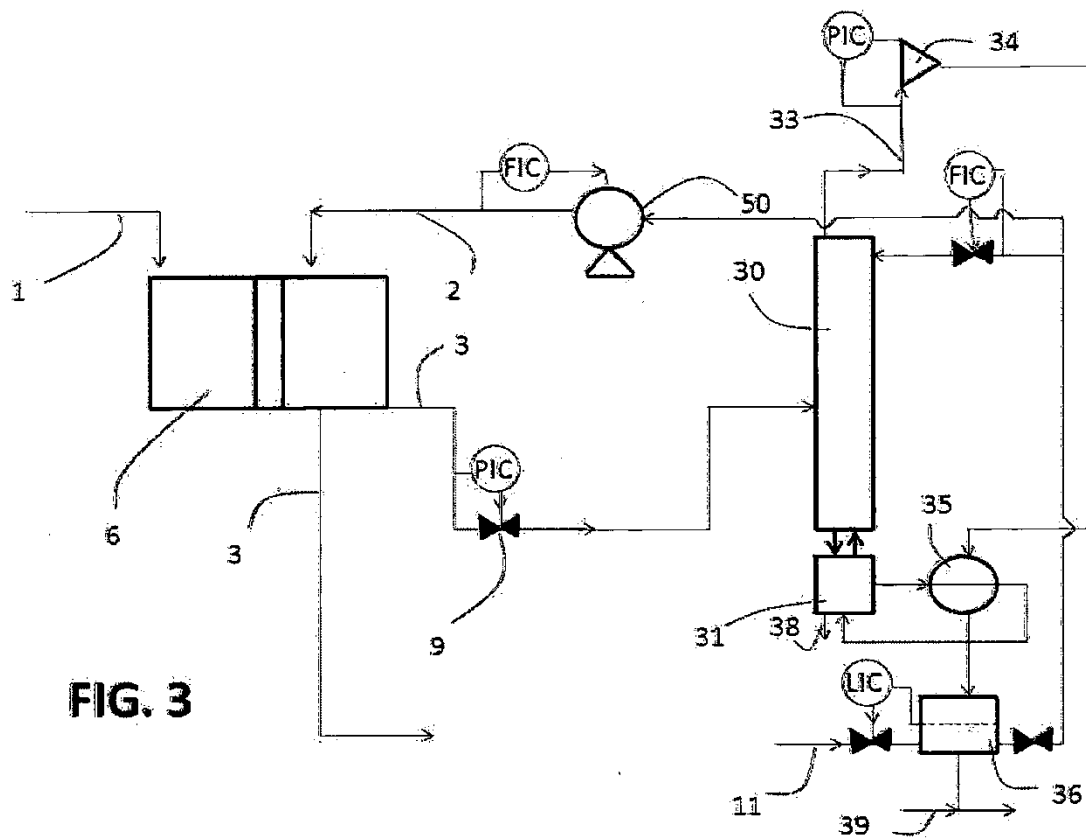


FIG. 3

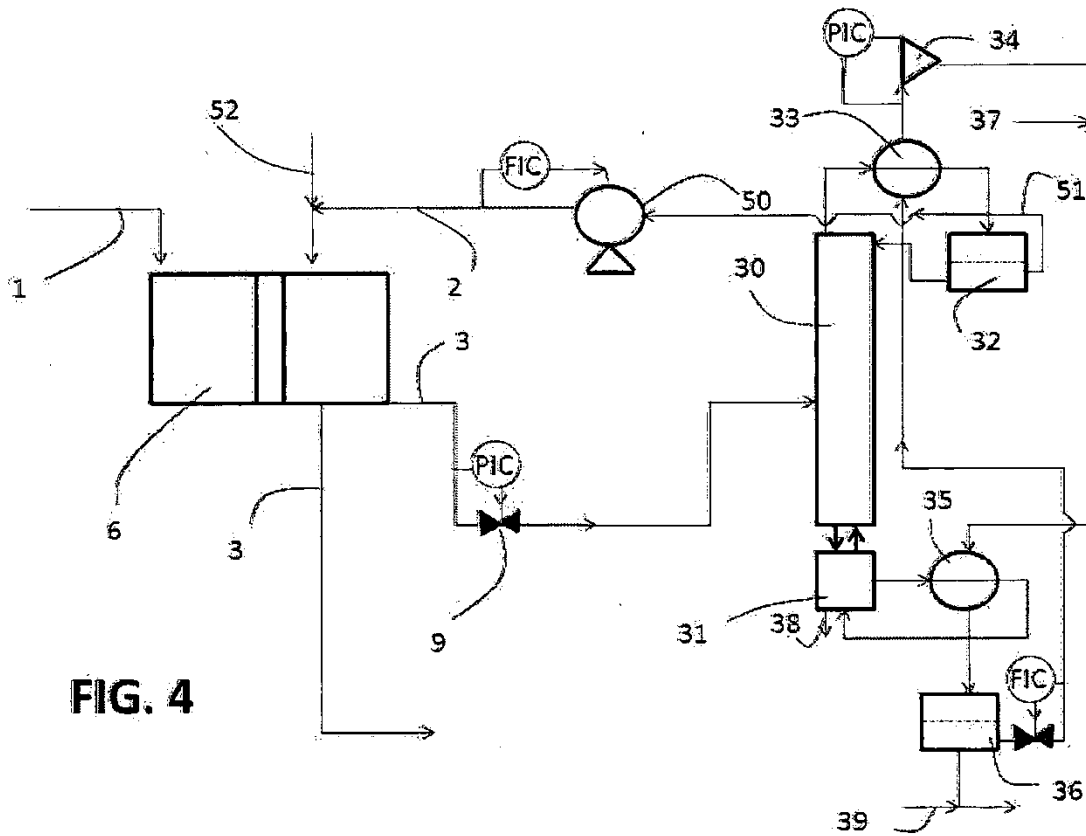


FIG. 4

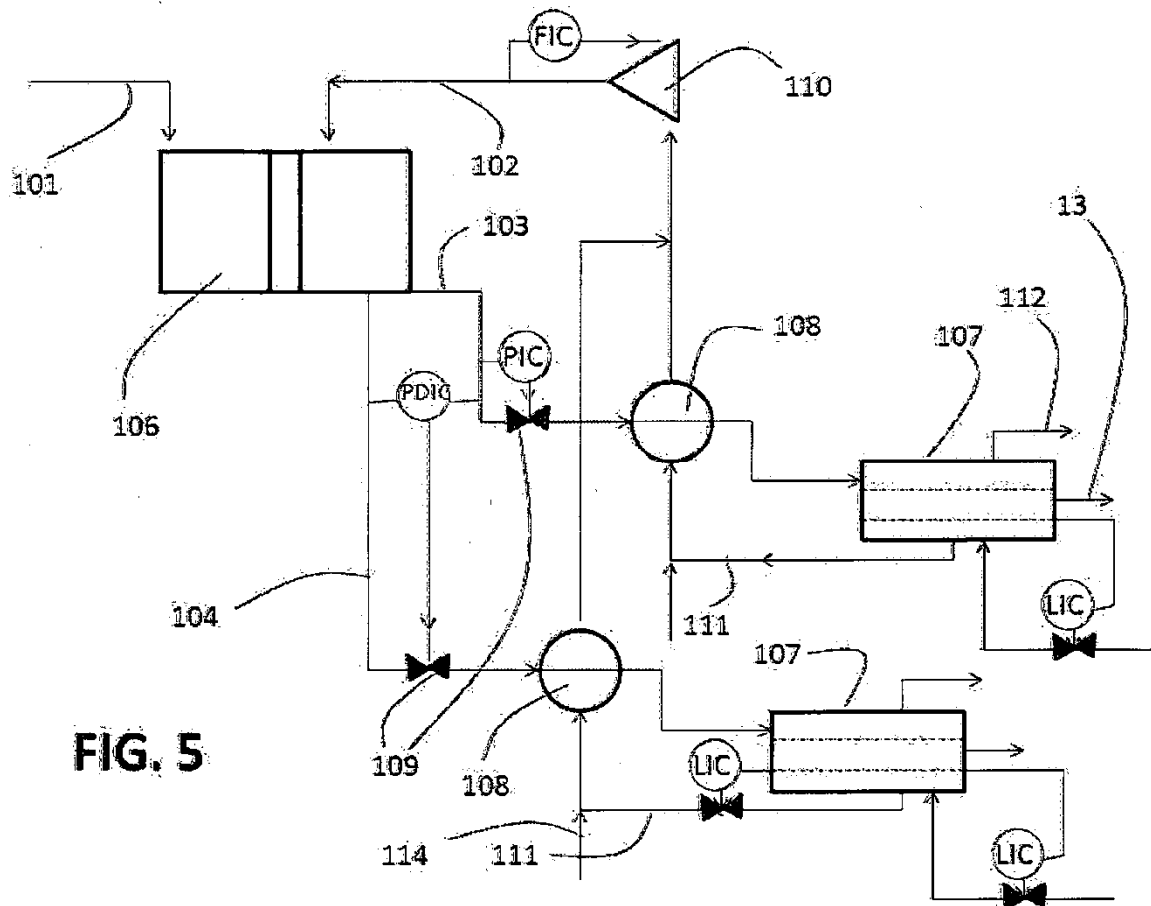


FIG. 5