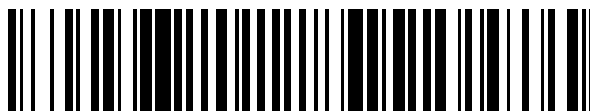


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 501 090**

51 Int. Cl.:

F17C 5/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.05.2012 E 12166496 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.07.2014 EP 2532941**

54 Título: **Procedimiento de acondicionamiento de mezclas de NO/N₂ con etapas de purga y enjuagado gaseoso previo**

30 Prioridad:

09.06.2011 FR 1155038

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

01.10.2014

73 Titular/es:

**L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR
L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES
GEORGES CLAUDE (50.0%)**

75, Quai d'Orsay

75007 Paris, FR y

AIR LIQUIDE SANTÉ (INTERNATIONAL) (50.0%)

72 Inventor/es:

DE VILLEMEUR, PIERRE;

SAMIRANT, JOËL y

ZERBINATTI, CELSO

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 501 090 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 acondicionamiento de mezclas de NO/N₂ con etapas de purga y enjuagado gaseoso previo

La invención de refiere a un procedimiento de acondicionamiento de una mezcla gaseosa de NO/N₂ en un recipiente, en particular en una o varias botellas de gas, que comprende varias etapas de purga y de enjuagado gaseosos sucesivos.

Las mezclas gaseosas de NO/N₂ son corrientemente utilizadas para tratar las vasoconstricciones pulmonares en los adultos o los niños, en particular en los recién nacidos que adolecen de hipertensión pulmonar primitiva o en los pacientes que sufren una operación de cirugía cardíaca.

Estas mezclas de NO/N₂ son usualmente acondicionadas en botellas para gas de acero. Normalmente, estas botellas contienen de 100 a 1000 ppm en volumen de NO y el resto de nitrógeno (N₂). Estas botellas tienen habitualmente una capacidad de contención de agua de 2 a 50 litros, lo que permite introducir una carga total que puede llegar hasta 15 m³ de mezcla de NO/N₂.

El acondicionamiento, es decir, la introducción de estas mezclas en botellas, se efectúa en centros de acondicionamiento de gas, como se expone, por ejemplo, en los documentos FR 2914393 y US 2003 0012709.

Sin embargo, teniendo en cuenta el pequeño contenido de NO en la mezcla, a saber, normalmente del orden de algunos centenares de ppm en volumen, el acondicionamiento de estas mezclas no siempre es fácil de realizar en plan industrial. En particular, la mezcla gaseosa de NO/N₂ es sensible a la presencia de impurezas residuales del tipo de oxígeno, susceptibles de estar presentes en las botellas durante su llenado.

En efecto, es primordial poder asegurar que las botellas han sido, antes de su llenado, correctamente desprovistas de cualesquiera impurezas gaseosas que son susceptibles de contener, en particular del oxígeno, que puede reaccionar con el NO para formar NO₂ tóxico.

Dicho de otro modo, si la purga y la limpieza del volumen interno de las botellas no son correctamente realizadas, las mezclas de NO/N₂ productos no estarán de acuerdo con las especificaciones y deberán ser rechazadas.

El problema es entonces proponer un procedimiento de acondicionamiento mejorado que permita eliminar la totalidad o casi totalidad de las impurezas, en particular el oxígeno, susceptibles de ser encontradas en una o varias botellas de gas que deben recibir una mezcla gaseosa del tipo de NO/N₂.

La solución de la invención es entonces un procedimiento de acondicionamiento de una mezcla gaseosa de NO/N₂ en al menos un recipiente, en particular en una o en varias botellas de gas, caracterizado porque, previamente a la introducción de la citada mezcla de NO/N₂, se somete el citado al menos un recipiente, es decir, el o los recipientes, al menos a:

- a) una etapa de purga durante la cual el volumen interno del recipiente es puesto en comunicación de fluido con la atmósfera ambiente,
- b) una etapa de puesta en vacío, durante la cual el volumen interno del recipiente es puesto en depresión, es decir, que la presión interna del recipiente es disminuida hasta alcanzar una presión inferior a la presión atmosférica (< 1 bar absoluto), y
- c) una etapa de enjuague gaseoso, durante la cual se introduce un gas inerte en el citado al menos un recipiente.

Según el caso, el procedimiento de la invención puede comprender una o varias de las características siguientes:

- la etapa b) de la puesta en vacío es realizada por trasiego de gas por medio de una bomba de vacío,
- se somete el citado al menos un recipiente, varias veces seguidas, a las etapas a) y c), previamente a la introducción de la citada mezcla de NO/N₂ en dicho al menos un recipiente,
- dos secuencias de etapas a) y c) sucesivas son separadas por una secuencia de etapas a), b) y c),
- la secuencia de etapas a), b) y c) es inmediatamente seguida de una secuencia de etapas a) y c) o de una secuencia de etapas a), c) y a),
- durante las etapas c), el gas inerte que sirve para realizar el enjuague gaseoso es el nitrógeno,
- se someten varios recipientes de gas simultáneamente a las etapas a) a c),
- a continuación de la puesta en práctica de al menos dos secuencias de etapas a) a c), se introduce en el o los recipientes una mezcla gaseosa formada de NO y de N₂,

- a continuación de la puesta en práctica de al menos dos secuencias de etapas a) y c), se introduce en el o los recipientes, sucesivamente:
 - i) una mezcla gaseosa previa formada de NO y de N₂ con un contenido en NO inferior a 10% en volumen hasta alcanzar una primera presión P1, siendo P1 > 1bar absoluto;
 - 5 ii) nitrógeno gaseoso hasta obtener, por mezcladura del nitrógeno con la citada mezcla previa de NO/N₂, una mezcla gaseosa final de NO/N₂ con un contenido en NO inferior o igual a 1200 ppm en volumen y una segunda presión P2 comprendida entre P1 y 800 bares,
- la etapa c) de enjuague gaseoso comprende la introducción de nitrógeno gaseoso en el o los recipientes hasta obtener una presión de enjuague comprendida entre 2 y 20 bares en el seno de del o de los citados recipientes, de preferencia entre 2 y 12 bares,
- durante la etapa a) de purga, el volumen interno del recipiente es mantenido en comunicación de fluido con la atmósfera hasta que la presión interna del recipiente es superior a una presión mínima de purga (Pmin), tal que: 3,5 bares > Pmin > 1 bar, de preferencia entre 1,1 y 3 bares, aproximadamente,
- durante al menos una etapa b) de puesta en vacío, el volumen interno del recipiente es puesto en depresión hasta alcanzar un nivel de presión inferior a 0,5 bares, de preferencia inferior a 0,2 bares,
- comprende, previamente a la etapa a), una etapa d) de puesta en vacío y una etapa c) de purga de al menos un tubo flexible que une la plataforma de llenado a un recipiente de gas,
- durante la etapa c) de enjuague gaseoso, se detiene la introducción de gas inerte en el citado al menos un recipiente hasta que la presión en el citado al menos un recipiente alcanza un valor comprendido entre 2 y 20 bares, de preferencia entre 3 y 10 bares,
- se detiene la puesta en comunicación de fluido con la atmósfera ambiente durante la etapa a) de purga cuando la presión en el volumen interno del recipiente alcanza un valor comprendido entre 1 y 1,5 bares,
- la primera presión P1 está comprendida entre 2 y 10 bares, de preferencia inferior o igual a 5 bares,
- la segunda presión está comprendida entre 100 y 700 bares, de preferencia de al menos 200 bares,
- la mezcla previa gaseosa formada de NO y de N₂ tiene un contenido de NO inferior o igual a 8% en volumen, de preferencia un contenido en NO inferior o igual a 5% en volumen,
- la mezcla previa gaseosa formada de NO y de N₂ tiene un contenido en NO del orden de 4% en volumen y la primera presión P1 es del orden de 2 a 10 bares absolutos, por ejemplo del orden de 2 a 5 bares absolutos,
- la mezcla gaseosa final de NO/N₂ tiene un contenido de NO inferior o igual a 1000 ppm en volumen, teniendo de preferencia la mezcla gaseosa final de NO/N₂ un contenido de NO comprendido entre 200 y 1000 ppm en volumen, de preferencia incluso entre 200 y 800 ppm en volumen,
- se pone en práctica mediante el sesgo de una plataforma de acondicionamiento de recipientes de gas que comprende medios de conexión que permiten llenar varios recipientes a la vez,
- el recipiente es una botella para gas, de preferencia una botella d para gas con cuerpo de acero, de aluminio o de una aleación de aluminio.

En el marco de la presente invención, las presiones dadas son presiones absolutas.

La invención se comprenderá mejor gracias a la descripción dada a continuación haciendo referencia a las figuras adjuntas, en las cuales:

- la figura 1 esquematiza un modo de realización de un ciclo de acondicionamiento según la presente invención, y
- la figura 2 representa el esquema de una instalación de puesta en práctica del procedimiento de la invención.

La figura 1 es un esquema de un modo de realización de un ciclo de acondicionamiento aplicable en el marco del procedimiento de acondicionamiento de la mezcla gaseosa de NO/N₂ de la presente invención.

Como se ve, este ciclo de acondicionamiento comprende varias etapas sucesivas, escalonándose en el tiempo de T0 a T13, que son aplicadas a cada botella y detalladas a continuación. Las etapas a) a c) sucesivas del procedimiento de la invención han sido indicadas en la figura 1.

Entre T0 y T1, los tubos flexibles de la instalación son vaciados al aire libre, es decir, que el volumen interno de los

tubos flexibles de llenado es puesto en comunicación de fluido con la atmósfera ambiente para evacuar cualquier sobrepresión residual eventual. Durante esta fase, son cerradas la o las espitas de recipientes de gas conectados a los tubos flexibles, por lo que no tiene lugar ningún intercambio de gas con el o los recipientes. Esto corresponde a la etapa d) del procedimiento.

- 5 Entre T1 y T2 se utiliza una bomba de vacío para poner el interior de los tubos flexibles en depresión de derivación, es decir, a una presión inferior a la presión atmosférica, por ejemplo del orden de 0,15 bares, lo que permite evacuar el gas residual y/o el aire que se encuentren allí. Esta fase es pues realizada también con la espita cerrada. La puesta en vacío de los tubos flexibles es una seguridad que permite verificar la buena conexión de todos los tubos flexibles y la ausencia de fugas. En efecto, en caso de fuga o de conexión incorrecta de un tubo flexible, no será establecido el vacío de manera estable. Esto corresponde a la etapa e) del procedimiento esquematizado en la figura 1.

- 10 Entre T2 y T3, el operador abre la espita de cada una de las botellas y la presión residual presente en cada botella asciende entonces hasta el captador de presión, el cual detecta el citado ascenso de presión. Típicamente, la presión residual de la botella es del orden de 3 a 4 bares absolutos, aproximadamente. Después de T2, no ha tenido lugar todavía ningún enjuague gaseoso del recipiente con el nitrógeno. Esto corresponde a la etapa f) del procedimiento esquematizado en la figura 1.

- 15 Entre T3 y T4 comienza el tratamiento propiamente dicho de cada botella. De manera más precisa, cada botella se pone a la atmósfera, es decir, que se deja que se escape el gas contenido en la botella hacia la atmósfera exterior bajo el simple efecto de la diferencia de presiones entre el interior y el exterior de la botella de manera que la presión interna de la botella se hace igual a la presión atmosférica. Esto corresponde a la etapa a) del procedimiento de la invención. A T4, la presión interna de la botella de gas es por tanto sensiblemente igual a la presión atmosférica (1 atm = aproximadamente a 1 bar absoluto), es decir, el orden de 1 a 1,5 bares absolutos.

- 20 Entre T4 y T5 la botella sufre un enjuague con nitrógeno, durante el cual su presión interna es llevada a 10 bares, aproximadamente. La aportación del nitrógeno se efectúa a través de una canalización de gas y/o un almacenamiento de nitrógeno a presión de manera que se lleva la presión interna de la botella al valor deseado. Esto corresponde a la etapa c) del procedimiento de la invención.

- 25 Entre T5 y T6 el nitrógeno contenido en la botella es expulsado de nuevo a la atmósfera, lo que permite eliminar las impurezas eventualmente presentes en la botella. Esto corresponde a una nueva etapa a) del procedimiento de la invención.

- 30 Entre T6 y T7 la botella es purgada mediante la puesta en depresión de su volumen interno mediante el trasiego del gas residual que se encuentra en el mismo, por medio de una bomba de vacío hasta obtener una depresión interna inferior a 0,2 bares absolutos, de preferencia inferior a 0,1 bares, por ejemplo del orden de 0,05 bares. Esto corresponde a una nueva etapa b) del procedimiento de la invención.

- 35 Entre T7 y T8 la botella sufre un nuevo enjuague con nitrógeno hasta llevar su presión interna a 10 bares, aproximadamente, como entre T4 y T5. Esto corresponde a una nueva etapa c) del procedimiento de la invención.

- Entre T8 y T9 la botella sufre un nuevo escape hacia la atmósfera ambiente, como durante los tiempos T5 y T6. La presión residual gaseosa es mantenida entonces a 1,35 bares, aproximadamente, para evitar una entrada intempestiva de contaminantes atmosféricos. Esto corresponde a una nueva etapa a) del procedimiento de la invención.

- 40 Entre T9 y T10 la botella sufre todavía un enjuague suplementario con el nitrógeno hasta llevar la presión interna a 10 bares aproximadamente, como anteriormente. Esto corresponde a una nueva etapa c) del procedimiento de la invención.

- 45 Entre T10 y T11, el nitrógeno es expulsado a la atmósfera, como entre T8 y T9 y entre T5 y T6, pero manteniendo esta vez una presión residual interna del orden de 3 bares. Esto corresponde a una nueva etapa a) del procedimiento de la invención.

- 50 Entre T11 y T12 se introduce en la botella una mezcla previa gaseosa formada de NO y de N₂ que tiene un contenido de NO inferior a 10% en volumen hasta alcanzar una primera presión de llenado P1, siendo P1 > 1 bar, normalmente una presión P1 del orden de 2 a 10 bares absolutos, preferiblemente de 3 a 5 bares absolutos, aproximadamente. Ventajosamente, la mezcla previa gaseosa formada de NO y de N₂ tiene un contenido de NO del orden de 4% en volumen.

- Entre T12 y T13 se introduce seguidamente, en el recipiente que contiene la mezcla previa de NO/N₂ a la primera presión P1, nitrógeno gaseoso hasta obtener una mezcla gaseosa final de NO/N₂ que tiene un contenido de NO inferior o igual a 1200 ppm en volumen, por ejemplo un contenido final de NO de 200 a 800 ppm, y una segunda presión P2 comprendida entre P1 y 800 bares, por ejemplo, aquí una presión de 180 a 200 bares.

- 55 Este procedimiento puede ser puesto en práctica por medio de una instalación de acondicionamiento como la

esquematzada en la figura 2, equipada de una plataforma 14 de acondicionamiento de recipientes de gas, es decir, de botellas de gas, que comprende medios de conexi3n 15 que permiten llenar varios recipientes 11 a 13 a la vez, t3picamente de 2 a 20 botellas simult3neamente.

5 El nitr3geno es almacenado en el dep3sito 1 en estado l3quido, despu3s es llevado en estado l3quido por una bomba criog3nica 2 que lo comprime a una presi3n del orden de 100 a 300 bares, antes de enviarlo hacia un calentador atmosf3rico 3, donde es vaporizado de manera que se obtiene nitr3geno gaseoso. Como se aprecia, aquel comprende una canalizaci3n o tuber3a principal 20 que permite transportar el nitr3geno desde un dep3sito 1 hasta la
10 plataforma 14 de acondicionamiento. De hecho, la presi3n en la tuber3a var3a entre unos 100 bares inmediatamente por debajo de la disminuci3n de la capacidad tamp3n en las botellas y aproximadamente 260 bares, que corresponde a un umbral de parada de la bomba.

El gas nitr3geno es a continuaci3n conducido por la tuber3a 20 hacia un dispositivo de purificaci3n 6 que permite eliminar las trazas de O₂ y de H₂O, por ejemplo un tamiz molecular adaptado, por ejemplo del tipo de zeolita, gel de s3lice, 3lmina o similar, o sus mezclas.

15 Es de observar que la tuber3a 20 est3 tambi3n unida fluidamente a una capacidad tamp3n 4 que permite almacenar una parte del nitr3geno gaseoso, as3 como a bastidores de ayuda 5, cada uno de los cuales comprende varias botellas de nitr3geno.

Por otra parte, la instalaci3n comprende igualmente un armario 16 que tiene varias botellas 9 de una mezcla previa de NO/N₂ que contiene aqu3 el 4% en volumen de NO, cuyas botellas 9 est3n unidas en comunicaci3n de fluido a la tuber3a 20 por medio de una tuber3a de alimentaci3n 22 de mezcla previa de NO/N₂. De hecho, las tuber3as de NO/N₂ 22 y de nitr3geno 20 no est3n unidas directamente una a otra, sino que est3n unidas al bloque de v3lvulas 8 que est3, a su vez, unido por medio de la tuber3a 21 a la o las plataformas 14. Las v3lvulas del bloque de v3lvulas 8 permiten elegir el fluido con el cual se llenan las botellas 11 a 13 de la plataforma 14. Las tuber3as de nitr3geno 20 y de mezcla previa de NO/N₂ 22 est3n por tanto unidas de manera fluida en primer lugar por medio del bloque de v3lvulas 8 y despu3s mediante un tramo com3n 21 a la plataforma de llenado 14. El bloque de v3lvulas 8 comprende
20 v3lvulas, elementos de control gobernados por el dispositivo de control 10...

Unos medidores de caudal 7 permiten medir la cantidad de N₂ y de NO que circula por las tuber3as 20 y 22, y transmitir las informaciones medidas a un dispositivo de control 10, tal como un ordenador o similar.

30 La instalaci3n comprende igualmente una tuber3a 17 de comunicaci3n con la atm3sfera que permite evacuar los gases hacia la atm3sfera ambiente, particularmente durante la o las etapas de purga, durante las cuales el volumen interno del recipiente es puesto en comunicaci3n de fluido con la atm3sfera ambiente.

Una bomba de vac3o (no mostrada) permite efectuar la o las puestas en vac3o de los recipientes, es decir, hacer disminuir su presi3n interna hasta obtener una presi3n inferior a la presi3n atmosf3rica, es decir, < 1 bar absoluto.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de acondicionamiento de una mezcla gaseosa de NO/N₂ en al menos un recipiente, caracterizado porque, previamente a la introducción de la citada mezcla de NO/N₂, se somete el citado al menos un recipiente al menos a:
5 a) una etapa de purga, durante la cual el volumen interno del recipiente es puesto en comunicación de fluido con la atmósfera ambiente,

 b) una etapa de puesta en vacío, durante la cual el volumen interno del recipiente es puesto en depresión, y

10 c) una etapa de enjuague gaseoso, durante la cual se introduce un gas inerte en el citado al menos un recipiente.
2. Procedimiento según la reivindicación precedente, caracterizado porque se somete al citado al menos un recipiente varias veces consecutivas a las etapas a) y c), previamente a la introducción de la citada mezcla de NO/N₂ en dicho al menos un recipiente.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dos secuencias de etapas a) y c) sucesivas están separadas por una secuencia de etapas a), b) y c).
15
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque una secuencia de etapas a), b) y c) es seguida inmediatamente de una secuencia de etapas a) y c) o una secuencia de etapas a), c) y a).
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque, durante las etapas c), el gas inerte que sirve para efectuar el enjuague gaseoso es nitrógeno.
20
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque varios recipientes de gas son sometidos simultáneamente a las etapas a) a c).
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque, a continuación de la puesta en práctica de al menos dos secuencias de etapas a) y c), se introduce en el o los recipientes una mezcla gaseosa formada de NO y de N₂.
25
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque, a continuación de la puesta en práctica de al menos dos secuencias de etapas a) y c), se introduce en el o los recipientes, sucesivamente:

30 i) una mezcla previa gaseosa formada de NO y de N₂ que tiene un contenido de NO inferior a 10% en volumen, hasta alcanzar una primera presión P1, siendo P1 > 1 bar absoluto;

 ii) nitrógeno gaseoso hasta obtener, mediante mezclado del nitrógeno con la citada mezcla previa de NO/N₂, una mezcla gaseosa final de NO/N₂ con un contenido en NO inferior o igual a 1200 ppm en volumen y una segunda presión P2 comprendida entre P1 y 800 bares.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la etapa c) de enjuague gaseoso comprende la introducción de nitrógeno en el o los recipientes hasta obtener una presión de enjuague comprendida entre 2 y 20 bares en el seno del o de los citados recipientes, de preferencia entre 2 y 12 bares.
35
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque, durante la etapa a) de purga, el volumen interno del recipiente es mantenido en comunicación de fluido con la atmósfera mientras la presión interna del recipiente sea superior a una presión mínima de purga (Pmin) tal que: 3,5 bares > Pmin > 1 bar, de preferencia entre 1,1 y 3 bares, aproximadamente.
40
11. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque, durante al menos una etapa b) de puesta en vacío, el volumen interno del recipiente es puesto en depresión hasta alcanzar un valor de presión inferior a 0,5 bares, de preferencia inferior a 0,2 bares.
12. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque comprende, previamente a la etapa a), una etapa d) de puesta en vacío y una etapa e) de purga de al menos un tubo flexible que une la plataforma de llenado a un recipiente de gas.
45
13. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la mezcla gaseosa final de NO/N₂ tiene un contenido de NO inferior o igual a 1000 ppm en volumen, teniendo de preferencia la mezcla gaseosa final de NO/N₂ un contenido de NO comprendido entre 200 y 1000 ppm en volumen, de preferencia incluso entre 200 y 800 ppm en volumen.
50

14. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque durante la etapa c) de enjuague gaseoso, se detiene la introducción de gas inerte en el citado al menos un recipiente cuando la presión en el citado al menos un recipiente alcanza un valor comprendido entre 2 y 20 bares, de preferencia entre 3 y 10 bares.
- 5 15. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se detiene la puesta en comunicación de fluido con la atmósfera ambiente durante la etapa a) de purga cuando la presión en el volumen interno del recipiente alcanza un valor comprendido entre 1 y 1,5 bares.

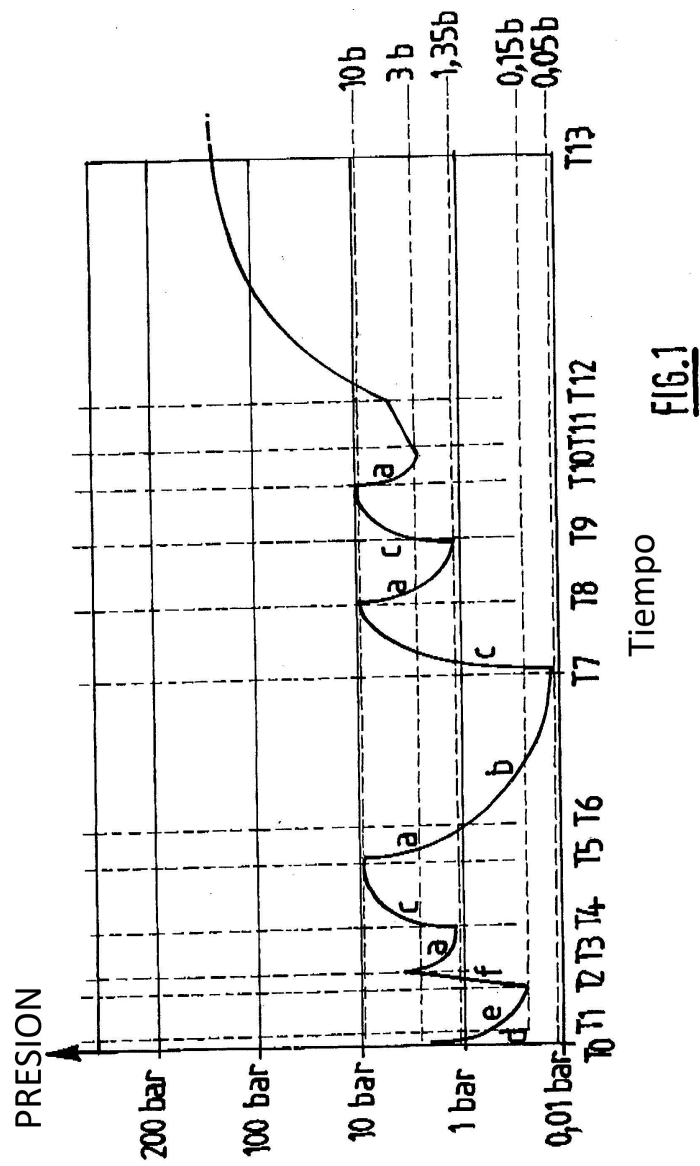


FIG.1

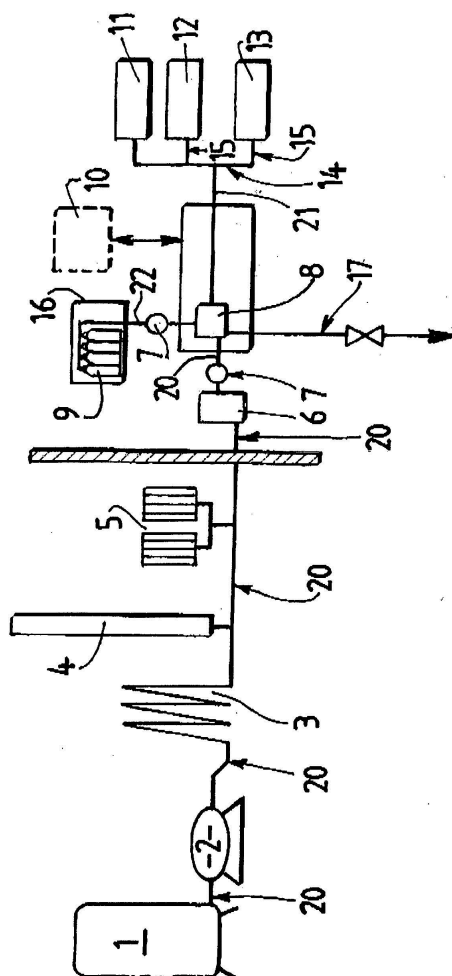


FIG. 2