



265446

265446

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

PATENTE DE INTRODUCCION

formulada el 7 de Marzo de 1961, con el núm. 265.446

en

ESPAÑA

por DIEZ años

a nombre de ESSO RESEARCH AND ENGINEERING COMPANY, entidad norteamericana, establecida en Elizabeth, Nueva Jersey, Estados Unidos de América, por:

" UN PROCEDIMIENTO Y UN APARATO PARA EL FRACCIONAMIENTO DE MEZCLAS GASEOSAS".

---

El presente invento tiene por objeto:

Un procedimiento y un aparato para extraer uno o varios componentes clave de una mezcla gaseosa o de una corriente gaseosa que contiene estos componentes;

5 un procedimiento y un aparato tales como los que se utilizan para separar las impurezas de una mezcla gaseosa formada por uno o varios componentes;

un procedimiento y un aparato utilizados para obtener un producto saliente, procedimiento en el cual, al quitar uno o

265446



varios componentes de la mezcla original, la concentración centesimal de los componentes más deseables es aumentada en el producto obtenido.

5 Una aplicación particular del invento concierne al secado de una mezcla gaseosa, tal como aire, por extracción del vapor de agua. Más particularmente, el invento se refiere a un procedimiento y un aparato que permiten extraer el nitrógeno de una corriente de aire atmosférico para elevar la concentración en oxígeno en la corriente del producto saliente. Además, el invento se refiere a un procedimiento y a un aparato que permiten extraer el oxígeno de una corriente de aire atmosférico, para aumentar la concentración en nitrógeno en el producto saliente. A este respecto, el invento persigue particularmente un dispositivo combinado para separar el aire en sus componentes principales, que son el nitrógeno y el oxígeno, utilizando el procedimiento y el aparato de fraccionamiento descritos en la presente memoria.

15 En numerosos procedimientos industriales, es esencial disponer de aire exento de humedad o rico en oxígeno o en nitrógeno, para procesos operativos satisfactorios. Se conocen o se han propuesto, para conseguir este resultado, numerosos procedimientos y diversas combinaciones de aparatos. Con la mayoría de ellos, o bien la puesta en práctica es complicada, o bien el aparato es costoso de instalar y de hacer funcionar. El presente invento se refiere, pues, a un procedimiento y un aparato sencillos, que se pueden utilizar al precio de modificaciones poco importantes en una multitud de casos en que se desea purificar o concentrar mezclas gaseosas. El presente invento tiene por objeto realizar: un dispositivo de separación, tal como un dispositivo de adsorción o un dispositivo



235446

de difusión para el secado del aire o de otros productos gaseosos, sin que sea necesario recurrir a una aportación de calor externo para regenerar el adsorbente utilizado en el dispositivo; un dispositivo que no exige más que cantidades relativamente pequeñas de adsorbente para un funcionamiento eficaz, y en el cual, por consiguiente, los gastos de instalación son considerablemente reducidos; finalmente, un procedimiento así como un aparato que permiten recoger productos ricos en oxígeno y/o en nitrógeno, contenidos en el aire atmosférico, sin liquidación u otros procedimientos onerosos y complicados.

Los términos "gas" o "gaseoso" tal como se utilizan en la descripción que sigue, designan no solo productos considerados por convención como gases, sino igualmente productos que se consideran por convención como vapores. Además, la expresión "componente clave" tal como se utiliza en la descripción siguiente, designa los componentes adsorbidos selectivamente en una corriente de producto gaseoso inicialmente enviada al dispositivo. Se hará referencia al dibujo anejo, en el cual:

La figura 1 es un esquema que muestra un aparato conforme al presente invento y que ilustra los conductos y los dispositivos de mando de la circulación, que convienen para la puesta en práctica del procedimiento conforme al invento;

la figura 2 es la representación gráfica de una operación en la cual se utiliza un dispositivo conforme al invento para quitar la humedad del aire atmosférico, y muestra el acondicionamiento progresivo de tal dispositivo para conseguir un gasto sensiblemente constante de aire seco, partiendo de un contenido inicial en humedad de 4.000 partes molares por millón para obtener casi una parte molar por millón; en esta figura se han llevado a las abscisas fechas (12,13,14,15,16 y

265446



17 de septiembre) y a las ordenadas el contenido de agua (en partes molares por millón) en el producto primario saliente.

Las figuras 3 a 3D ilustran esquemáticamente los medios generales del funcionamiento a los cuales se recurre en la puesta en práctica del presente invento.

La figura 4 es un gráfico que muestra cómo actúa el acondicionamiento de un dispositivo conforme al presente invento para dar un resultado sensiblemente tal como se representa en la figura 2; en este gráfico, se ha llevado a las abscisas la longitud de las cámaras de adsorción (L y L') y a las ordenadas la presión parcial de vapor de agua en la corriente de aire, en mm de Hg, significando las letras E.C. "enteramente acondicionado".

La figura 5 es una representación gráfica de los resultados obtenidos en una operación conforme al presente invento, en la cual se ha utilizado el dispositivo para extraer el nitrógeno de una corriente de aire entrante, para obtener un producto saliente rico en oxígeno, mostrando esta figura particularmente el efecto obtenido cuando se modifica una de las condiciones operativas, manteniendo la otra constante; estando llevado el caudal de reflujo, en litros/minuto, a las abscisas, y estando llevado el porcentaje molecular de oxígeno en el producto primario saliente a las ordenadas;

la figura 6 muestra gráficamente el efecto producido invirtiendo las misiones de las condiciones operativas modificada y constante en la operación representada en la figura 5; se ha llevado a las abscisas la recuperación de producto primario saliente, en litros/minuto, y a las ordenadas el porcentaje molar de oxígeno en el producto primario saliente;

la figura 7 muestra gráficamente cómo se determina un re-

265446



sultado óptimo en un dispositivo que funciona en las condiciones representadas en la figura 6, en la cual se ha llevado a las ordenadas la cantidad de producto primario saliente, en litros/minuto, en función del porcentaje de enriquecimiento en oxígeno de este producto saliente, llevado a las abscisas;

la figura 8 muestra gráficamente cómo se determina un resultado óptimo en un dispositivo establecido para concentrar el nitrógeno en un producto primario saliente procedente de una mezcla gaseosa en que el nitrógeno constituye el componente principal;

en esta figura se ha llevado el caudal de producto rico en nitrógeno, en litros/minuto, a las abscisas, y el volumen por ciento de producto rico en oxígeno y en nitrógeno, a las ordenadas;

la figura 9 es una representación esquemática de un dispositivo de fraccionamiento de una mezcla gaseosa que contiene por lo menos dos componentes principales, para producir dos corrientes distintas de productos salientes, cada una de las cuales es rica en uno de estos componentes principales.

En el aparato representado en la figura 1, cada una de las referencias 1 y 2 designa un adsorbedor que forma parte de un par de estos aparatos. Cada adsorbedor puede contener un producto adsorbente y estar sensiblemente de modo completo lleno de este producto que será descrito con más detalle después. Como se puede ver, el relleno adsorbente del adsorbedor 1 se designa con la referencia 3 y el del adsorbedor 2 con la referencia 4.

Cada adsorbedor está provisto de conductos que aseguran el paso de los productos gaseosos tratados y no tratados en los adsorbedores respectivos y que sirven para hacer circular

265446



5        estos productos de cualquier otra manera en el dispositivo.  
Las referencias 5 y 6 designan respectivamente conductos combinados de entrada y de purga para los adsorbedores respectivos 1 y 2, y las referencias 7 y 8 designan de una manera correspondiente conductos de evacuación del producto primario saliente. Cada uno de los conductos 5 y 6 está unido, por su extremo exterior, a un conducto distribuidor de admisión común 9, y cada uno de los conductos 7 y 8 está unido a su vez a un conducto colector de evacuación común 10. Un conducto 11 para introducir en el dispositivo una carga inicial de producto gaseoso está unido al distribuidor de admisión 9, mientras que un conducto 12 está unido al colector de evacuación 10, para la evacuación de un primer producto que sale del dispositivo.

15        Las referencias 13 y 14 designan los elementos respectivos de dos válvulas de cambio de dirección de tres vías unidas al distribuidor 9, a uno y otro lado de su punto de unión con el conducto de alimentación 11, y colocados respectivamente entre esta unión y los conductos 5 y 6. Unas válvulas de retención 9a y 9b están colocadas igualmente en el distribuidor entre su unión con el conducto de alimentación y las válvulas respectivas 13 y 14. Estas válvulas están concebidas de manera que no permiten una circulación más que en la dirección de las válvulas 13 y 14. En estas últimas, las lumbreras están designadas con la referencia de la válvula a la cual se añaden las letras a, b y c. En cada válvula, la lumbrera a está unida a la parte del distribuidor 9 que comunica directamente con el conducto de alimentación 11; la lumbrera b está unida a la parte del distribuidor que comunica directamente con un conducto de entrada y de purga correspondiente, 5 ó 6, y la lumbrera c comunica

20

25

30



265446

con un conducto de evacuación de un segundo producto saliente  
procedente de uno de los adsorbedores. Como se puede ver, las  
lumbreras 13a y 14a están unidas de manera que comunican, por  
medio del distribuidor 9, con el conducto de alimentación 11;  
5 las lumbreras 13b y 14b están unidas de manera que comunican,  
por el distribuidor 9, con los conductos 5 y 6, respectiva-  
mente, y las lumbreras 13c y 14c están unidas a los conductos  
de descarga 15 y 16, respectivamente, para evacuar un producto  
saliente secundario de los adsorbedores respectivos 1 y 2. Los  
10 conductos 15 y 16 comunican a su vez con un conducto de des-  
carga común 17 por medio de un colector 18.

Las válvulas 13 y 14 están establecidas de preferencia  
para un funcionamiento automático y cíclico, para unir alter-  
nativamente uno de los adsorbedores 1 y 2 por medio de sus  
15 conductos de unión respectivos 5 y 6 y del distribuidor 9, ya  
sea al conducto de alimentación 11, ya sea a los conductos de  
unión 15 y 16 para el producto saliente, respectivamente. En  
el dibujo, las válvulas 13 y 14 están representadas equipadas  
para un funcionamiento automático, por ejemplo con ayuda de  
20 los solenoides 19 y 20, respectivamente. Igualmente, tal como  
están así equipados, los solenoides 19 y 20 son excitados de  
preferencia por un dispositivo tal como un dispositivo de man-  
do cíclico no representado.

En el aparato representado, se ha accionado la válvula  
25 13 para dejar salir los productos de purga del adsorbedor 1  
por los conductos 5, 9 y 15, por medio de las lumbreras 13b  
y 13c. Al mismo tiempo, o un poco antes, la válvula 14 ha si-  
do accionada para dejar entrar una carga gaseosa en el adsor-  
bedor 2 por los conductos 11, 9 y 6, por medio de las lumbrere-  
30 ras 14a y 14b. El funcionamiento ulterior de las válvulas se-



26544E

gún un ciclo regular, como se explicará más adelante, determinará una posición mútua inversa de las válvulas con relación a sus conductos respectivos y a los adsorbedores con los cuales comunican.

5 Si se hace referencia de nuevo a los conductos de unión que comprenden los conductos 7 y 8 y el colector 10, tales como están representados, se ve que este último tiene una ramificación de unión 21, en la cual se encuentra una válvula de regulación 21a que distiende la presión. Esta válvula puede  
10 ser una válvula de regulación diferencial, concebida para mantener una diferencia de presión relativamente constante entre sus lumbreras de entrada y de salida. La circulación en la válvula se hace siempre en la dirección indicada por las flechas.

La referencia 22 designa un conducto de unión transversal que se extiende entre los conductos 7 y 8; este conducto  
15 de unión transversal comprende válvulas de retención 22a y 22b, cuya misión es cerrarse para impedir el paso, desde los conductos 7 y 8, y abrirse para permitir el paso hacia los conductos respectivos 7 y 8. Las válvulas de retención 7a y 8a impiden respectivamente el paso por los conductos 7 y 8 hacia los  
20 adsorbedores respectivos 1 y 2 con los cuales comunican estos conductos.

En lo que concierne al relleno adsorbente designado en los adsorbedores 1 y 2 con las referencias 3 y 4, respectivamente, se mencionará que puede estar constituido por un adsorbente cualquiera dotado de afinidad selectiva para uno o varios  
25 de los componentes de la mezcla gaseosa enviada al dispositivo por el conducto 11. Como se ha representado, el producto adsorbente es uniforme y continuo de un extremo a otro de cada adsorbedor. Sin embargo, si se desea, los adsorbedores pueden estar  
30

265446



l  
5 llenos de un cierto número de adsorbentes diferentes, dispues-  
tos en capas. En este caso, se prefiere que las capas estén  
materialmente separadas. Se pueden insertar, por ejemplo, pla-  
cas de separación, de manera que se extiendan diametralmente  
en el adsorbedor, o bien se puede agrupar previamente cada ad-  
sorbente en un recipiente apropiado e introducir los diversos  
recipientes para formar una serie de un extremo del adsorbedor  
al otro.

10 De acuerdo con lo que se propone realizar, el adsorbente  
utilizado puede ser elegido entre los siguientes carbón acti-  
vado, alúmina, gel de sílice, lana de vidrio, algodón adsor-  
bente e incluso papel de seda. Diversos óxidos metálicos, ar-  
cillas, tierra de batán, negro de hueso, etc., tienen igualmen-  
te propiedades adsorbentes que se pueden utilizar conforme al  
15 presente invento. Todavía otro adsorbente que tiene las propie-  
dades consideradas es el que se conoce con la marca de comer-  
cio "Mobilbeads" que es un cuerpo silicioso que adsorbe la hu-  
medad.

20 Otros productos adsorbentes utilizables conforme al pre-  
sente invento comprenden los que son conocidos con el nombre  
de tamices moleculares. Esta categoría de productos comprende  
algunas zeolitas, tanto naturales como sintéticas, cuya estruc-  
tura es cristalina y que contienen un gran número de pequeñas  
cavidades unidas entre sí por numerosos agujeros todavía más  
25 pequeños o poros, siendo estos últimos de dimensiones excepcio-  
nalmente uniformes. El diámetro de los poros puede variar des-  
de 3 a 5 unidades Angstrom hasta 12 a 15 o más. Sin embargo,  
para un tamiz molecular determinado, las dimensiones de los  
poros son sensiblemente uniformes y, por consiguiente, el pro-  
30 ducto será designado normalmente por la dimensión característi-

265446



ca de sus poros.

La acción adsorbente de las zeolitas naturales y sintéticas es bien conocida. Entre las zeolitas naturales que poseen esta propiedad de tamiz, se pueden mencionar las cabasias y la analcima.

5 Se puede realizar la síntesis de tamices moleculares con dimensiones de poros uniformes de 4 a 5 unidades Angstrom mezclando una solución acuosa de un silicato metálico alcalino en que la relación óxido de metal alcalino/SiO<sub>2</sub> es de 0,8 a 1 aproximadamente, o más, con una solución de aluminato de sosa en que la relación de Na<sub>2</sub>O a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> está comprendida entre 1/1 y 3/1, efectuándose esta mezcla entre 71 y 102° C., en proporciones tales que la relación SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en la mezcla esté comprendida entre 0,5 y 3/1. Se mantiene la mezcla a las temperaturas indicadas durante un lapso de tiempo suficiente para formar un silico-aluminato de sosa cristalino que constituye un tamiz molecular con poros de dimensiones uniformes de 4 unidades Angstrom aproximadamente. Se puede obtener en este producto un grosor de poros de 5 unidades Angstrom aproximadamente por cambio de bases, con un metal alcalino térreo tal como calcio, por ejemplo, en forma de cloruro de calcio. En uno u otro caso se lava con agua el tamiz molecular obtenido, y luego se activa calcinándolo.

15 Se puede realizar la síntesis de un tamiz molecular con poros de 13 Angstrom aproximadamente, mezclando una solución acuosa de un silicato de un metal alcalino, en que la relación óxido de metal alcalino/SiO<sub>2</sub> es igual a aproximadamente 1/1 o más, con una solución de aluminato de sosa cuya relación Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> está comprendida entre 1/1 y 3/1, entre 71 y 121° C., en proporciones tales que la relación SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en la mezcla esté

265446



comprendida entre 3/1 y 10/1. Se mantiene entonces esta mezcla a la temperatura indicada durante una hora por lo menos, y de preferencia durante más tiempo, y se obtiene así el tamiz molecular deseado. El tamiz molecular recogido se lava con agua y luego se activa por calcinación.

Los tamices moleculares de 4Å, 5Å y 13Å, tienen ciertas afinidades características para tipos determinados de hidrocarburos. Desde este punto de vista, las características de adsorción de los tamices moleculares de 4Å, 5Å y 13Å figuran en la tabla siguiente:

	Adsorbidos sobre 4Å y 5 Å	Adsorbidos sobre 5 Å pero no sobre 4Å	No adsorbidos ni sobre 4Å ni sobre 5 Å	Adsorbidos sobre 13Å
1	Etano	Propano e hidrocarburos n-parafínicos superiores	Hidrocarburos isoparafínicos	Todos los hidrocarburos que hierven en la gama de las gasolinas.
2	Etileno	Butenos y n-olefinas superiores	Hidrocarburos aromáticos	Hidrocarburos aromáticos fuertemente adsorbidos
3	Propileno	.....	Todos los hidrocarburos cíclicos con 4 átomos o más en el núcleo	Diolefinas fuertemente adsorbidas.

Como muestra esta tabla, se pueden utilizar el procedimiento y el aparato conforme al presente invento para separar productos tales como el etano, el etileno o el propileno, contenidos en una mezcla con propano e hidrocarburos parafínicos normales superiores, o con butenos u olefinas normales superiores, con ayuda de tamices de 4 Å. Igualmente, se pueden se-

265446



parar hidrocarburos isoparafínicos, aromáticos y todos los hidrocarburos cíclicos que tienen 4 átomos o más en el núcleo, de uno cualquiera de los hidrocarburos enumerados más arriba, con ayuda de un tamiz molecular de 4 Å o de 5 Å.

5           Como se ha indicado más arriba, muchos de los adsorbentes enumerados más arriba son selectivos para más de un solo componente clave.

10           En la puesta en práctica del procedimiento conforme al presente invento, se hace pasar una corriente de una mezcla gaseosa bajo una presión positiva, de una manera cíclica y en orden alterno, en cada uno de los dos adsorbedores montados por pares, siendo mantenida la atmósfera ambiente de los adsorbedores sensiblemente a una temperatura tal que la carga y los productos salientes permanezcan en fase de vapor o en fase  
15           gaseosa. La corriente introducida en cada uno de los adsorbedores pasa sobre una masa de un adsorbente que se encuentra en el adsorbedor y atraviesa este adsorbente que posee una afinidad selectiva para al menos un componente clave de la mezcla. En el curso del paso de la carga de mezcla inicial por un adsorbedor, este adsorbedor funciona en ciclo de adsorción. En  
20           el curso de este ciclo, se mantiene la presión en el adsorbedor sensiblemente igual a la de la carga inicial que se introdujo en él. Después de haber atravesado el adsorbedor, un producto gaseoso saliente es evacuado del mismo a la misma presión que la corriente inicial.  
25

30           Mientras uno u otro de los adsorbedores funciona en ciclo de adsorción, se reduce la presión en el otro adsorbedor del par, por ejemplo poniéndolo en comunicación con la atmósfera, o con otro aparato bajo presión reducida. En estas condiciones, el otro adsorbedor funciona en ciclo de desorción.



265446

Sensiblemente en el mismo momento, una parte del producto primario saliente procedente del adsorbedor que trabaja entonces en ciclo de adsorción, es separada de la corriente primaria saliente total, y esta parte separada es introducida en el adsorbedor bajo presión reducida, que trabaja entonces en ciclo de desorción, para pasar sobre la masa de adsorbente que se encuentra en él y a través de ésta. El paso de esta parte separada por el adsorbedor en ciclo de desorción, se efectúa en sentido inverso del paso de la corriente inicial que atraviesa este adsorbedor cuando trabaja en ciclo de adsorción. Tal como es así introducido, el producto primario saliente está relativamente exento de componente o de componentes claves retenidos por el adsorbente contenido en el adsorbedor en ciclo de desorción, y que se encuentran en este adsorbente. Además, el adsorbente contenido en esta zona habrá sido calentado ligeramente por el calor de adsorción desprendido en el curso de un ciclo de adsorción precedente. Regulando convenientemente las duraciones de los ciclos de adsorción y de desorción, el calor de adsorción desprendido durante el ciclo bajo presión es conservado y permanece disponible para contrarrestar los efectos de refrigeración creados en el curso del ciclo de desorción.

Una ventaja importante del presente procedimiento reside en el hecho de que el calor desprendido en el curso del ciclo de adsorción es conservado. Dado que el ciclo de adsorción dura poco, el calor no tiene tiempo de desprenderse a través del lecho y a través de las paredes del aparato, para pasar a la atmósfera circundante. Al pasar rápidamente del ciclo de adsorción al ciclo de desorción en los adsorbedores respectivos, el ciclo de desorción utiliza casi completamente el calor producido en el curso del ciclo de adsorción. Esto es debido al poco  $\Delta T$



4413

obtenido y al hecho de que el calor de adsorción no tiene tiempo de disiparse. De hecho, los lechos funcionan como cambiadores de calor de perlas, con elevado rendimiento y cuyo ciclo es recorrido rápidamente. En general, la duración del ciclo de adsorción, conforme al presente invento, no excede de 2 a 3 minutos y es de preferencia inferior a un minuto. Una duración muy deseable del ciclo de adsorción es inferior a 20 segundos y es, por ejemplo, de 10 segundos.

En esta descripción, el producto que sale de un adsorbedor que funciona en ciclo de adsorción se denomina "producto primario saliente", mientras que el producto que sale de un adsorbedor que funciona en ciclo de desorción se denomina "producto secundario saliente". En el producto primario saliente, la concentración en componente o componentes clave es mínima. En el producto secundario saliente, la concentración en componente o componentes clave es máxima.

El resultado del lavado a contracorriente para la descripción del o de los componentes claves de los adsorbedores es que en las mezclas gaseosas los componentes del producto secundario saliente corresponden en un cierto grado a los de la carga inicial. El producto primario saliente constituye normalmente el producto hacia el cual está orientado el procedimiento. Cuando el producto secundario saliente no tiene utilidad particular, como en el caso en que los componentes clave adsorbidos pueden ser tales como vapor de agua y pequeñas cantidades de anhídrido carbónico, en el curso del ciclo de desorción se puede evacuar a la atmósfera el producto saliente de uno u otro de los aparatos o bien desembarazarse de él como de un producto residual. Cuando el producto secundario saliente puede ser tal que garantice la recuperación de los componentes clave adsorbidos, se le



265443

puede enviar a un acumulador o a un aparato de almacenamiento, o bien enviarlo directamente a un aparato de tratamiento o de recuperación de cualquier manera conveniente.

El aparato del presente invento, ilustrado en la figura 1, es particularmente útil en un procedimiento tal como el que se describe de una manera general más arriba para secar aire. En una aplicación semejante, un cronc-desenganchador cíclico (no representado) está unido eléctricamente de manera que ponga en circuito los solenoides 19 y 20, y que haga funcionar así las válvulas 13 y 14 a intervalos de tres minutos, estando "abierta" cada válvula durante este tiempo, mientras que la otra está "cerrada" durante el mismo tiempo.

Cuando una válvula está "abierta", permite el paso entre el conducto de entrada 11 y uno de los adsorbedores, por la válvula y los conductos de unión. En el dibujo, la válvula 14 está "abierta" y permite así el paso por las partes 14 A y 14 B y el conducto 6, hacia el adsorbedor 2. La otra válvula 13 está representada "cerrada"; en esta posición permite el paso entre el adsorbedor 1 y el conducto de salida 17, por el distribuidor 9 y las lumbreras 13b y 13c. En el curso de la operación descrita, estas posiciones corresponden en sentidos opuestos de una válvula a otra.

Cada uno de los adsorbedores utilizados mide aproximadamente 0 m 30 de longitud y aproximadamente 37 mm de diámetro; cada uno de ellos tiene una capacidad tal que contiene aproximadamente 453 gramos de "Mobilbeads" de que cada uno está provisto para la operación cuya descripción se da. Tales como se utilizan, los "Mobilbeads" miden de 2,38 a 6,35 mm.

En este género de operación considerada, una corriente de aire a presión, cuyo contenido en humedad es de aproximadamente

265446



4.000 partes moleculares por millón de partes de aire, es enviada por el conducto 11. Gracias a la excitación regulada en el tiempo de los solenoides 19 y 20, se hace funcionar las válvulas 13 y 14 para hacer pasar alternativamente aire húmedo a cada uno de los adsorbedores 1 y 2. Mientras dura el trabajo en ciclo, se evacúa un producto primario saliente del adsorbedor que trabaja en ciclo por el conducto de evacuación que desemboca allí. Se regula el gasto de admisión de aire húmedo por el conducto 11, con ayuda de las válvulas 21a y 23 para conseguir un caudal total de producto primario saliente de aproximadamente 28,3 litros/minuto. En la corriente que entra en el adsorbedor en ciclo, se mantiene la presión en la proximidad de 3,8 kg./cm<sup>2</sup>. La atmósfera ambiente del dispositivo se encuentra casi a la temperatura ordinaria.

Mientras uno u otro de los adsorbedores está fuera de ciclo, se separa una parte del producto primario saliente procedente del otro adsorbedor, y se la hace pasar por un conducto de salida tal como el conducto 8 de la figura 1. Esta parte sale, por ejemplo, por los conductos 21 y 22, por medio de la válvula 21a y de la válvula de retención 22a y luego por el conducto 7 pasa al adsorbedor fuera de ciclo, en el presente caso el adsorbedor 1. El producto primario saliente sale de los conductos 7 y 8 automáticamente por el juego de la válvula de regulación 21a y de la presión diferencial en la válvula, a causa de que las válvulas 13 ó 14 están cerradas, lo que tiene por efecto unir los adsorbedores 1 y 2, respectivamente, según un orden cíclico regulado en el tiempo con el conducto de evacuación 17 para el producto secundario saliente.

El producto primario saliente es separado a razón de 14,15 litros/minuto. El producto saliente residual sale por el conduc-



255446

8 JUN

to 17. El producto separado, después de haber atravesado el adsorbente en uno u otro de los adsorbedores 1 y 2, y después de haber purgado sensiblemente el adsorbente que allí se encuentra de la humedad procedente del período de funcionamiento en ciclo anterior, sale del dispositivo como producto secundario saliente, por los conductos 5 y 6, las válvulas 13 y 14, los conductos 15 y 16, el colector 18 y el conducto de salida 17 correspondientes para pasar a una zona de presión más baja constituida, en el presente caso, por la atmósfera.

Si se considera como sensiblemente típicos el procedimiento y los aparatos descritos en el caso particular del secado de una corriente de aire húmedo, una vez alcanzadas condiciones de funcionamiento estables, se puede calcular la condición de funcionamiento estabilizado, aplicando la fórmula siguiente:

$$R = \frac{(R+D)}{P_1/P_0}$$

En esta ecuación, R = el caudal de reflujo, de reciclado o de purga en litros/minuto; D = el producto primario saliente seco, recogido en la instalación, en litros por minuto, y  $P_1/P_0$  = la relación entre la presión en el ciclo de adsorción y la presión en el ciclo de desorción, en valores absolutos. Conforme a esta ecuación, cuando el caudal de purga y el producto primario salientes recogidos satisfacen la ecuación, la humedad arrastrada en el producto secundario saliente en cada ciclo de desorción es igual a la humedad arrastrada del gas de carga en el curso del ciclo de adsorción.

Si en la ecuación anterior, el volumen de producto primario saliente recogido, conforme al ejemplo práctico dado más arriba, sustituye a D en la operación, siendo las relaciones de presio-



255446

nes las que se indican, la ecuación se escribe:

$$R = \frac{(R + 0,5)}{3,7} = 5,24 \text{ litros/minuto.}$$

En otros términos, cuando se alcanza una condición operativa estable, se precisa de un caudal de purga de 5,24 litros/minuto para mantener esta condición. Como se puede ver refiriéndose a las condiciones operativas expuestas en el ejemplo anterior, el caudal de purga es allí un poco superior al que se exige de acuerdo con la ecuación. Este exceso de caudal de purga es esencial al principio, para acelerar el establecimiento del equilibrio material deseado. A partir de esto, se puede recoger, regulando la válvula 2la, una cantidad más importante de producto primario saliente o, cuando las circunstancias lo exigen, adaptarse a un súbito aumento del contenido en componente clave en la corriente de alimentación.

La figura 2 representa gráficamente el resultado obtenido haciendo funcionar el dispositivo de la manera descrita más arriba. El aire enviado al dispositivo tiene un contenido inicial en humedad de 4.000 partes molares por millón. Después de un día de funcionamiento continuo, con inversión cíclica del caudal en los adsorbedores para conseguir un intervalo de trabajo en ciclo y fuera de ciclo de tres minutos para cada adsorbedor, el contenido en humedad del producto saliente en los conductos 7 y 8 se reduce hasta entre 15 y 30 partes molares por millón. Durante los cuatro días siguientes, y manteniendo sensiblemente constantes las condiciones iniciales de funcionamiento, el contenido en humedad del producto primario que sale de los adsorbedores 1 y 2 se reduce a aproximadamente una parte molar por millón y se estabiliza a este valor.



265446

Si se desea, se puede disminuir considerablemente la duración necesaria para alcanzar condiciones de funcionamiento estabilizadas, separando o desviando la totalidad del producto primario que sale de un adsorbedor que está en ciclo para enviarla hacia el que está fuera de ciclo. Se puede aumentar la capacidad de los adsorbedores aumentando la relación entre las presiones durante el funcionamiento en ciclo y fuera de ciclo de los adsorbedores. También se puede aumentar reduciendo la duración del ciclo aunque, en el secado del aire, se prefiere una duración de ciclo comprendida entre uno y cinco minutos aproximadamente, constituyendo un cambio demasiado rápido del sentido de circulación una mala utilización de la carga. Sin embargo, en el caso en que se trata de eliminar vapor de agua y anhídrido carbónico de una corriente de aire, es preferible utilizar alúmina activada con dimensiones comprendidas entre 2,38 mm y 6,35 mm y un ciclo de cambio de dirección de la corriente de medio minuto aproximadamente. También se puede aumentar, naturalmente, la capacidad de los adsorbedores aumentando su volumen y, por consiguiente, la cantidad de adsorbente que contienen. En general, la capacidad aumenta proporcionalmente al volumen de adsorbente. Por ejemplo, si el volumen de adsorbente se dobla, la capacidad se dobla.

En una operación tal como la descrita, utilizando como adsorbente perlas de 2,38 a 6,35 mm. para adsorber el vapor de agua contenido en el aire, un caudal volumétrico máximo preferido en los adsorbedores es de aproximadamente 15 veces el volumen bruto del adsorbente, durante cada ciclo. Cuando se utiliza como adsorbente lana de vidrio fina, el caudal volumétrico máximo en los adsorbedores es de preferencia de 0,9 veces aproximadamente el volumen bruto de adsorbente. Cuando

265446



5 los componentes clave a eliminar simultáneamente son el anhídri-  
do carbónico y el vapor de agua, y se utiliza a este efecto alú-  
mina activada, el caudal volumétrico máximo en los adsorbedores  
es de preferencia igual a 2,6 veces aproximadamente el volumen  
bruto del adsorbente. Todas estas condiciones de caudal están  
aplicadas y calculadas para la temperatura y para la presión  
del ciclo de adsorción, y en las condiciones de temperatura am-  
biente para el dispositivo, temperatura que es sensiblemente la  
de la atmósfera.

10 Como se ha indicado más arriba, la figura 3 y las figuras  
3A a 3D muestran esquemáticamente cómo se pueden conseguir con-  
diciones de marcha estables con un dispositivo tal como el que  
se considera. Entre estas figuras, la figura 3 representa un  
dispositivo de adsorción sencillo, constituido por una sola cá-  
15 mara, con objeto de mostrar la idea fundamental de base sobre  
la cual descansa la puesta en práctica del presente invento.  
Las figuras 3A a 3D ilustran la aplicación de esta idea a un  
dispositivo de adsorción con dos cámaras, tal como el que se  
representa en la figura 1; en este caso, el dispositivo está  
20 inicialmente estabilizado o acondicionado para un reciclado a  
contracorriente repetido, de una cámara a otra, de la totali-  
dad del producto primario saliente. Estas figuras muestran igual-  
mente el carácter progresivo de tal proceso de acondicionamien-  
to, comprendido el nacimiento de un frente de humedad o de ten-  
25 sión de vapor en el lecho de adsorbente de cada cámara.

Se hará referencia ahora a la figura 3 y se supondrá que  
la cámara adsorbente 31 está llena de un lecho 33 de un adsor-  
bente selectivo para un componente clave tal como vapor de agua  
contenido en el aire. Si se hace pasar una corriente de aire  
30 que contiene vapor de agua con una tensión de vapor de 16 mm

265446

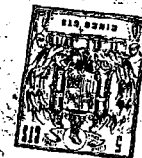


de mercurio para una presión absoluta de  $4,2 \text{ kg/cm}^2$ , a la cámara y al adsorbente que contiene, por los conductos de entrada y de salida 35 y 37, respectivamente, con un caudal constante en litros por minuto, el agua retenida por el adsorbente alcanza finalmente una tensión de vapor en equilibrio con la del aire que pasa sobre el adsorbente, en el cual tiene una tensión de vapor de 16 mm de mercurio.

Ahora bien, si la presión absoluta de la corriente de aire entrante se reduce a  $1,05 \text{ kg/cm}^2$ , permaneciendo constantes el caudal ponderal y la concentración en vapor de agua, el vapor de agua en la corriente tiene una presión parcial de 4 mm de mercurio. Sin embargo, en el momento del cambio de presión, el agua retenida por el adsorbente tiene todavía una presión de vapor de 16 mm de mercurio. Expuesta a un medio de 4 mm de mercurio, el agua retenida se pondrá en las condiciones de este medio, cediendo vapor de agua al aire que pasa sobre el adsorbente. El adsorbente se hace así más seco. Inicialmente, el producto que sale de la cámara contiene vapor de agua a una presión parcial de 16 mm de mercurio. A medida que la circulación continua, esta presión disminuye hasta un punto de equilibrio final a 4 mm de mercurio.

Si la presión absoluta de la corriente de aire entrante retorna entonces a su valor inicial de  $4,2 \text{ kg/cm}^2$ , el vapor de agua que contiene está de nuevo a una presión parcial de 16 mm de mercurio. A causa de que este vapor de agua entra en contacto con adsorbente que retiene agua con una presión parcial de 4 mm de mercurio, el agua de la corriente de aire es adsorbida hasta alcanzar de nuevo un estado de equilibrio. La corriente de aire saliente contiene, pues, inicialmente, vapor de agua a una presión parcial de 4 mm de mercurio. A medida que la circu-

265446



lación prosigue, esta presión parcial aumenta.

Por consiguiente, durante un breve periodo en cada ciclo bajo presión la concentración del vapor de agua en la corriente de aire que sale de la cámara por el conducto 37 aumenta a medida que la presión de la corriente se reduce y disminuye cuando la presión de la corriente se eleva. El fenómeno descrito es utilizado conforme al presente invento, y es demostrado todavía por el acondicionamiento de un dispositivo con dos cámaras descrito con referencia a las figuras 3A a 3D.

En el aparato representado en las figuras 3A a 3D, las referencias 41 y 42 designan, respectivamente, dos cámaras de adsorción. Estas cámaras están provistas, respectivamente, de conductos de unión 45 y 47, y 46 y 50, que sirven a la vez para la entrada y para la salida. Los conductos 47 y 46 son sensiblemente continuos gracias a una válvula de unión común 51. Las referencias 43 y 44 designan los lechos de adsorbente selectivo de las cámaras 41 y 42, respectivamente.

Suponiendo que la válvula 51 está abierta del todo, si una corriente de aire que contiene vapor de agua con una tensión parcial de 16 mm de mercurio para una presión inicial absoluta de  $4,2 \text{ kg/cm}^2$ , entra por el conducto 45 y sale por el conducto 50, los dos lechos adsorbentes 43 y 44 alcanzan un equilibrio, estando el agua que es retenida allí a una tensión de vapor de 16 mm de mercurio. Estando los lechos respectivos en tal estado de equilibrio, si se regula entonces la válvula 51 para tener una caída de presión de  $3,15 \text{ kg/cm}^2$ , la tensión parcial del vapor de agua contenido en el aire que atraviesa el lecho 44 será de 4 mm de mercurio. Finalmente, el lecho 44 se pondrá en equilibrio a esta tensión parcial, cediendo agua al aire que sale con ésta por el conducto 50.

235446



5 Estando la cámara 41 en equilibrio, siendo la tensión de vapor de agua que está allí retenido de 16 mm de mercurio, y estando la cámara 42 en equilibrio con el agua que está allí retenida a una tensión de vapor de 4 mm de mercurio, si se invierte el sentido de la circulación en las cámaras de la manera indicada en la figura 3B, el vapor de agua que se encuentra en la corriente a una presión de  $4,2 \text{ kg/cm}^2$  absoluta, entra en la cámara 42 por el conducto 50 a una tensión parcial de 16 mm de Hg. El adsorbente 44 comienza a recoger agua de la corriente de aire entrante, para tratar de alcanzar un equilibrio, creando así un frente de tensión de vapor designado por la letra a. Este frente se desplaza en el lecho en la dirección de la corriente. Mientras se desplaza así, el aire que contiene vapor de agua a una tensión parcial de 4 mm de mercurio se desplaza delante del frente y atraviesa la válvula 51. Dado que la presión absoluta de este aire es reducida en la proporción de 4:1 al atravesar la válvula, la tensión parcial del vapor que contiene se encuentra reducida de la misma manera. El resultado es que entra en la cámara 41 con una tensión parcial de 1 mm de mercurio y crea un frente de tensión de vapor indicado por la letra b, delante del cual es evacuado por el conducto 45 aire con una tensión parcial de vapor de agua de 16 mm.

10  
15  
20  
25  
30 Si se invierte de nuevo el sentido de la corriente, como muestra la figura 3C, unos frentes de tensión de vapor, como se ha indicado, se desplazan de nuevo atravesando los lechos correspondientes 43 y 44. Durante este ciclo, el vapor de agua que está contenido en el aire procedente de la cámara 41 y que tiene una tensión parcial de 1 mm de mercurio en la cámara 41, entra en la cámara 42 con una tensión parcial de 0,25 mm. de mercurio, detrás del frente indicado por la letra c.

257446



La figura 3D muestra el efecto de una nueva inversión de sentido de la corriente en las cámaras 41 y 42, en las cuales se establece todavía otro frente de tensión de vapor d. El vapor de agua detrás de este frente tiene entonces una tensión parcial de 0,0625 mm de mercurio, a causa de la disminución en una relación de 4:1 que resulta del paso por la válvula 51. Invertiendo continúa y frecuentemente el sentido de la corriente, los frentes se fusionan finalmente para crear en toda la travesía de cada cámara un gradiente de concentración de vapor de agua. Este gradiente es puesto de manifiesto por el frente un poco difuso pero relativamente bien definido que se desplaza en las cámaras en la dirección de la corriente.

Los resultados de este proceso de acondicionamiento que se acaba de describir están ilustrados todavía gráficamente en la figura 4. La sucesión de cuatro ciclos descrita más arriba se representa en la figura 4 por medio del gráfico que muestra la progresión de los frentes de tensión de vapor en toda la longitud de las cámaras de adsorción. Los frentes representados se identifican por las mismas letras que los que se representan en las figuras 3B a 3D. En la figura 4, los frentes establecidos cuando las cámaras han sido totalmente acondicionadas y cuando se ha conseguido una fusión de los frentes preliminares, se designan con la letra e. Los frentes que se han creado entre el frente d del cuarto ciclo y el frente e del ciclo final han sido omitidos en la representación de la figura 4 que muestra una recesión progresiva del frente de tensión de vapor procedente del conducto de evacuación del producto que sale en el curso del proceso de acondicionamiento.

Cuando este proceso completo de acondicionamiento del gasto es aplicado al dispositivo ilustrado en la figura 1, y

365446



cuando las corrientes de producto primario salientes evacuadas por los conductos 7 y 10 no presentan ninguna cantidad mensurable de adsorbato del componente clave, se puede regular la válvula 21a de regulación de presión de manera que se obtenga por el conducto 12 cualquier recuperación deseada del producto primario saliente. A partir de este momento, las duraciones de los ciclos bajo presión serán reguladas en el tiempo de manera que aseguren un movimiento oscilante del frente de tensión de vapor, como el que se representa por e en la figura 4, en una parte de los lechos intermedios entre sus extremos. Actuando así, se evita la ruptura del adsorbente en el curso del ciclo de adsorción, o del producto primario saliente, en el curso del ciclo de desorción. En tales condiciones, el producto primario saliente recogido tendrá una presión parcial sensiblemente constante y extremadamente baja del compuesto clave que se encontraba contenido inicialmente en aquél.

En ciertos casos, se puede modificar un poco el proceso de acondicionamiento regulando el caudal de producto primario saliente reciclado de una cámara a otra a un valor un poco inferior al mínimo exigido de acuerdo con la fórmula dada más arriba. El resultado obtenido dará un producto primario saliente que contiene un porcentaje determinado del contenido en agua de la carga inicial. Si se desea que este contenido en agua sea mantenido con índice de humedad constante y absoluto, hay que regular entonces el contenido en agua de la carga inicial para dar la humedad absoluta deseada en el producto primario saliente.

En otra operación, se utiliza un aparato sensiblemente idéntico al que se representa en la figura 1 para obtener, a partir de aire atmosférico, un producto primario saliente cuya



265446

concentración en oxígeno es mayor que la de la corriente de  
aire primitiva. A este efecto, se llenan dos adsorbedores de  
33 cm de largo por 7,3 cm de diámetro de 1.000 gramos, cada  
uno, de tamiz molecular de 5Å. Se envía aire atmosférico al dis-  
5 positivo bajo una presión de 5,25 kg/cm<sup>2</sup>. El dispositivo está  
a temperatura ambiente (21 a 27°C) y funciona sensiblemente co-  
mo se ha explicado más arriba, con la diferencia de que el fun-  
cionamiento cíclico de las válvulas 13 y 14 se regula para pro-  
porcionar un caudal cíclico con intervalos de aproximadamente  
10 40 segundos. Además, para conseguir un caudal de producto pri-  
mario saliente sensiblemente constante, se regula el mando de  
las válvulas en el tiempo de manera que se obtenga una super-  
posición del caudal cíclico, en el cual la puesta en ciclo de  
un adsorbedor comience aproximadamente 5 segundos antes del  
15 final del caudal cíclico del otro adsorbedor del par de adsor-  
bedores utilizado. En esta operación, utilizando un tamiz mo-  
lecular de 5Å como producto adsorbente, se prefiere que el cau-  
dal volumétrico máximo de la mezcla gaseosa durante un periodo  
en ciclo cualquiera, sea casi igual al volumen bruto del adsor-  
20 bente en las condiciones de presión y de temperatura indicadas  
más arriba en el caso de la adsorción del vapor de agua en el  
aire. Antes de proceder a una operación normal, se hace funcio-  
nar el dispositivo para determinar la mejora que procura la  
técnica de barrido en sentido inverso, objeto del presente in-  
25 vento. Los resultados de esta operación preliminar se indican  
en el gráfico de la figura 5.

Se mide la concentración en oxígeno con ayuda de un ana-  
lizador de oxígeno paramagnético (0 a 22%), después de dilu-  
ción cuantitativa con nitrógeno. Además, se mide la concentra-  
30 ción en oxígeno con un analizador cromatográfico de gas, cali-

265446



brado para de 0 a 100 por 100 de oxígeno en el nitrógeno. El contenido en humedad del producto rico en oxígeno varía entre 2 y 6 partes por millón (p.p.m.), cuando se mide con ayuda de un analizador eléctrico de humedad. La humedad del aire de los conductos está comprendida entre 3.000 y 6.000 p.p.m. El aparato, no solo concentra el oxígeno, sino que incluso seca el producto.

Como muestra la figura 5, con un caudal de reflujo relativamente grande del producto primario saliente, la capacidad propia del producto adsorbente se encuentra acrecentada. Como se puede ver, con el funcionamiento cíclico, pero sin ningún reflujo, la concentración en oxígeno del producto saliente se aumenta desde una concentración normal de aproximadamente 21 moles por 100 en el aire hasta aproximadamente 30 moles por 100 en el producto primario saliente. Cuando se comienza el reflujo, la concentración en oxígeno en el producto primario saliente aumenta enormemente. Con un caudal de reflujo de aproximadamente 28,3 litros/minuto, se obtiene una concentración máxima de 75 moles por 100 aproximadamente. Aunque un aumento mayor del caudal de reflujo, manteniendo a un valor constante el producto primario saliente recogido, tenga por consecuencia una disminución de la concentración en oxígeno, la menor concentración hallada, con un caudal de reflujo de 11,3 litros/minuto es próxima a 55 moles por 100, o sea una mejora de 25 moles por 100 aproximadamente. Los resultados, tales como se representan gráficamente, muestran que el efecto del reflujo de producto primario saliente es disminuir netamente la concentración en componente clave del producto saliente. En el caso presente, el componente clave es el nitrógeno.

Naturalmente, en una aplicación industrial del invento,

265446



las exigencias en lo que concierne al producto primario saliente  
recogido pueden variar entre una cantidad importante de produc-  
to recogido con una pequeña concentración en componentes no ad-  
sorbidos, y una pequeña cantidad de producto recogido con una  
5 gran concentración en componentes no adsorbidos. La figura 6  
muestra los resultados obtenidos con un caudal de reflujo cons-  
tante y una cantidad variable de producto primario saliente re-  
cogido rico en oxígeno. Se supone que la ligera desviación de  
la curva, cuando el producto saliente recogido es próximo a ce-  
10 ro, se debe a una variación de los gradientes de concentración  
en los lechos adsorbentes, debido a la acción cíclica de la pre-  
sión del dispositivo.

Haciendo referencia a la figura 7, se ve que la concentra-  
ción en oxígeno en el producto primario saliente recogido es  
15 puesta en función del caudal de producto primario saliente re-  
cogido. Las ordenadas del gráfico representan numéricamente el  
caudal total de producto en litros, menos el caudal de reflujo,  
multiplicado por la diferencia entre el porcentaje molar de oxí-  
geno en el aire introducido en el dispositivo y el porcentaje  
20 molar de oxígeno determinado en el producto saliente. Se ha lle-  
vado a las abscisas la cantidad de producto saliente recogida  
expresada en litros/minuto. Como se puede ver, se consigue una  
recuperación óptima con una concentración óptima en oxígeno pa-  
ra un índice de recuperación de producto saliente de aproxima-  
25 damente 3,1 litros/minuto, con un caudal de admisión total de  
aire de aproximadamente 28,3 litros/minuto, y un índice de re-  
cuperación de producto secundario saliente de aproximadamente  
22,6 litros (incluido un caudal de reflujo de 5,5 litros/minu-  
to). Este producto secundario saliente contiene una concentra-  
30 ción de componente clave -nitrógeno- superior a la del aire in-



255446

5 producido en el dispositivo. Si se desea, se puede acumular el producto secundario saliente para recuperar ulteriormente su oxígeno, o para recuperar el nitrógeno, o bien se le puede enviar para esto directamente a dispositivos adicionales de recuperación previstos a este efecto.

10 Se pueden utilizar igualmente la instalación y el procedimiento conforme al presente invento para concentrar el nitrógeno en el producto primario saliente. En este género de operación, los adsorbedores están llenos de tamices moleculares de 4<sup>º</sup>. Además, la válvula 21a está completamente cerrada. Se obtiene el efecto de barrido hacia atrás o de reciclado a contracorriente del producto primario saliente limitando la duración de los ciclos de adsorción y de desorción a un tiempo extremadamente breve, lo que permite restringir entre límites próximos, 15 entre los extremos del lecho de adsorbente y de la cámara, las oscilaciones del gradiente de concentración en el adsorbente. Cuando se opera así, la parte de la cámara próxima al conducto de evacuación del producto primario saliente sirve de zona de acumulación para este producto y está así disponible para un 20 barrido hacia atrás por contracorriente, cuando se disminuye la presión en la cámara. Este comprende las partes del producto que pueden ser retenidas en los poros del adsorbente, como en los intersticios del lecho, detrás del frente de gradiente oscilante.

25 A título de ejemplo del procedimiento de concentración del nitrógeno en un producto primario saliente, se llenan dos cámaras de 33 cm de largo y de 7,3 cm. de diámetro, de 1.000 gramos de tamiz molecular de 4<sup>º</sup>. Se envía aire atmosférico por el conducto de entrada 11 del aparato de la figura 1, bajo la 30 presión absoluta de 5,95 kg/cm<sup>2</sup>. Los cronodesenganchadores de



213441

ciclo 19 y 20 están regulados de manera que hacen funcionar las válvulas 13 y 14 a intervalos de 10 segundos; el caudal de aire enviado al aparato es dirigido alternativamente a las cámaras adsorbentes 1 y 2, y de tal manera que mientras una de las cámaras está en ciclo, la otra esté fuera de ciclo y abierta a la atmósfera bajo una presión absoluta de aproximadamente 1,05 kg/cm<sup>2</sup>, haciendo actuar convenientemente las válvulas, como se ha explicado más arriba.

Se obtiene un producto primario saliente rico en nitrógeno, en el cual el producto primario saliente contiene tan poco como 0,75% de oxígeno. La eficacia de la operación se ilustra gráficamente por la figura 8. Regulando convenientemente la válvula 23 del conducto 12 del aparato de la figura 1, se hace variar el caudal del producto primario saliente entre 0 y 33,9 litros/minuto. Como se puede ver, la concentración en nitrógeno en el producto primario saliente está comprendida entre 99,25 y 65% aproximadamente del producto primario saliente, como se determina de acuerdo con el porcentaje de oxígeno presente en el producto primario saliente. En la figura 8, las líneas en punteado que parten de puntos de las abscisas y de las ordenadas y que se cortan sobre la curva del gráfico, indican las condiciones óptimas. Como se puede ver en el gráfico, en condiciones óptimas, el caudal del producto es de 22,6 litros/minuto y contiene 10,5% de oxígeno. En estas condiciones, el caudal de producto secundario saliente descargado por el conducto 17 es de 5,66 litros/minuto para cada ciclo de desorción. Por consiguiente, a razón de 6 ciclos/minuto, salen en total 34 litros/minuto de producto secundario saliente. Así, la corriente total descargada constituida por los productos primario y secundario salientes es de 34,0 más



25446

22,6 más 56,6 litros/minuto, lo que es sensiblemente igual al caudal de alimentación de aire atmosférico. El contenido en nitrógeno del aire entrante es de aproximadamente 78%, o sea 44,1 litros/minuto, sobre los 56,6 litros/minuto introducidos en el dispositivo. Como muestra la figura 7, en las condiciones óptimas, el producto primario saliente contiene 10,5% de oxígeno. Además puede contener 1% de argón, o sea un total de 11,5% de diluyentes. Así, el producto primario saliente contiene 88,5% de nitrógeno aproximadamente, o sea 20,1 litros/minuto del total de 22,6 litros/minuto de producto primario saliente. Si se refiere esta recuperación a los 44,1 litros/minuto de nitrógeno que se encuentra en la corriente de aire de alimentación, el índice de recuperación de nitrógeno en este procedimiento es, pues, de aproximadamente 45%, lo que denota una técnica de separación extremadamente eficaz, que no obliga a recurrir a condiciones de presión y de temperatura extremas. Aunque los cálculos anteriores están basados únicamente sobre el contenido en nitrógeno, en oxígeno y en argón en la corriente de alimentación entrante, hay que señalar que tanto el vapor de agua como el anhídrido carbónico de la carga primitiva serán separados por el adsorbente y saldrán con el producto secundario saliente.

La figura 9 representa esquemáticamente un dispositivo que se puede hacer funcionar conforme al procedimiento del presente invento, que permite concentrar a la vez oxígeno y nitrógeno a partir de aire atmosférico y en el cual el producto secundario saliente descargado procedente de la separación por concentración del nitrógeno y del oxígeno es utilizado para enriquecer el aire enviado al dispositivo. En la combinación de aparatos representada en la figura 9, se uti-

255446



lizan una serie de adsorbedores similares al que se ilustra en la figura 1. Estos dispositivos son combinados y utilizados con objeto de fraccionar aire atmosférico para producir dos corrientes de producto, una de las cuales es rica en oxígeno y la otra es rica en nitrógeno. En el procedimiento considerado en esta combinación, el producto secundario saliente de un solo dispositivo de concentración con adsorbedores es parcialmente reciclado, para proporcionar por lo menos una parte de la carga del otro dispositivo de concentración por adsorbedores.

10 En el dispositivo combinado ilustrado, se utilizan cuatro dispositivos adsorbedores. En cada dispositivo, las partes constitutivas son designadas con referencias directamente comparables a las que designan partes similares del dispositivo ilustrado en la figura 1, con la diferencia de que la designación numérica pertenece a una de las series 100, 200, 300 ó 400. Así, el dispositivo para concentrar el oxígeno está en la serie 300, mientras que el dispositivo para concentrar el nitrógeno está en la serie 400. Los dispositivos para quitar la humedad y el anhídrido carbónico de la carga de cada uno de los dispositivos de concentración del nitrógeno y de oxígeno están numerados respectivamente en las series 100 y 200. Así, la carga del dispositivo de concentración en nitrógeno atraviesa un dispositivo de secado que lleva una referencia de la serie 100, mientras que la carga del dispositivo de concentración en oxígeno atraviesa un dispositivo de secado que lleva una referencia de la serie 200.

25 Cada uno de los dispositivos de secado comprende un conducto de entrada 111 y 211, respectivamente, unido a la salida de un compresor o de una bomba 100b y 200b, respectivamente. Las admisiones de las bombas correspondientes están unidas a



255446

conductos que comprenden depósitos de volante de aire sin mezcla 100a y 200a, respectivamente. Cada uno de estos depósitos está lleno de un producto granuloso o fibroso, no apisonado, tal como lana de vidrio, perlas de vidrio, gránulos de aluminio, etc. que oponen una fuerte resistencia a la mezcla. Los depósitos están abiertos a la atmósfera por uno de sus extremos y, como se ha indicado, están unidos por el otro extremo a la admisión de una bomba o de un compresor 100b o 200b. El producto primario saliente que procede de cada uno de los adsorbedores de la serie 100 o 200, es enviado por los conductos 112 y 212 correspondientes, a las cámaras de acumulación 100c y 200c, respectivamente. Desde allí, estos productos primarios salientes son enviados a los dispositivos de concentración de nitrógeno y de oxígeno respectivos, por los conductos de alimentación 411 y 311, respectivamente. En la combinación de aparatos ilustrada, se ha previsto una circulación transversal del producto de salida secundario de cada uno de los dispositivos de la serie 300 y 400, por una conexión transversal de los conductos 317 y 417 del producto secundario saliente con las entradas de los compresores 100b y 200b, respectivamente, entre estos compresores y entre sus depósitos de volantes asociados 100a y 200a.

En la combinación de aparatos representada por la figura 9, las dos bombas de compresor 100b y 200b aspiran aire de la atmósfera por medio de los depósitos volantes respectivos 100a y 200a. La bomba 100b alimenta el dispositivo de secado en el cual las partes constitutivas se designan con referencias de la serie 100. La corriente de carga procedente de la bomba 100b penetra en el dispositivo por el conducto 111, bajo una presión absoluta de  $4,55 \text{ kg/cm}^2$ , y se la hace circular en adsorbedores 101 y 102 sensiblemente de la manera descrita en el caso de la figura 1.

265446



En este dispositivo, el adsorbente es de preferencia selectivo para el vapor de agua, el anhídrido carbónico y las trazas de impurezas tales como los vapores de hidrocarburos. Un adsorbente apropiado a este efecto es la alúmina activada. En este dispositivo, se utiliza igualmente una corriente de purga de reciclado o de reflujo separada del producto primario saliente que procede del adsorbedor que funciona en ciclo para barrer en retorno el adsorbente del adsorbedor que está fuera de ciclo. En este dispositivo, el producto secundario saliente está constituido por una mezcla de aire, de vapor de agua, de anhídrido carbónico y de otras impurezas en estado de trazas, y se le envía directamente a la atmósfera por las válvulas 113 y 114, según el adsorbedor que está en ciclo de desorción. Al mismo tiempo, el compresor 200b aspira una corriente de aire atmosférico, por el conducto que comprende el depósito de volante 200a, enviando aire a una presión absoluta de  $4,55 \text{ kg/cm}^2$  al conducto de entrada 211 del dispositivo de secado cuyas partes constitutivas están numeradas en la serie 200. En este dispositivo, los adsorbedores 201 y 202 están igualmente llenos de alúmina activada con el fin de fraccionar o de separar el agua, el anhídrido carbónico y otras trazas de impurezas, de la misma manera que en los dispositivos de adsorción de la serie 100, y de evacuar el componente clave separado de la carga como producto secundario saliente, por las válvulas y los conductos de unión que comprenden las válvulas 213 y 214.

Los dispositivos de secado respectivos proporcionan un producto primario saliente que es aire del que se ha eliminado el agua, el anhídrido carbónico y otras impurezas, por sus conductos de salida correspondientes 112 y 212. El conducto



265446

112 comunica con la cámara de acumulación 100c, mientras que el conducto 212 comunica con una cámara de acumulación separada 200c.

De los acumuladores 100c y 200c, el producto primario saliente que procede de los dispositivos de secado correspondientes de la serie 100 y 200, es enviado a los dispositivos de concentración de nitrógeno y de oxígeno, respectivamente. Como se ha indicado más arriba, se ha comprobado que los tamices moleculares de 4Å constituyen un excelente adsorbente para extraer selectivamente el oxígeno del aire y para concentrar así el nitrógeno en el producto primario saliente que procede del dispositivo. En el aparato representado en la figura 5, los adsorbedores 401 y 402 están llenos, de preferencia, de este producto. El producto primario saliente enviado al acumulador 200c por el conducto de salida 212 pasa desde allí, por los conductos 311, a la entrada del dispositivo de adsorción para concentrar el oxígeno. En este dispositivo, los adsorbedores 301 y 302 pueden estar llenos de tamices moleculares, ya sea de 5Å, ya sea de 13Å, poseyendo estos tamices, como se ha indicado más arriba, una afinidad selectiva para el nitrógeno y, así, el producto primario saliente descargado por el conducto 312 es un producto rico en oxígeno.

En cada uno de los dispositivos de concentración de nitrógeno y de oxígeno, el producto secundario saliente que, en el primer caso, es relativamente rico en oxígeno y, en el segundo caso, es relativamente rico en nitrógeno, es reciclado transversalmente hacia la admisión de la bomba de compresión, constituyendo la carga inicial para los dispositivos de adsorción de oxígeno y de nitrógeno, respectivamente. Así, el producto secundario saliente que viene de los adsorbedores 401 y 402 es evacua-



265446

do por los conductos 415 y 416, 418 y 417, entre los cuales el último está unido a la admisión del compresor 200b, aguas abajo de la cámara volante 200a. El producto secundario saliente que viene de los adsorbedores 301 y 302, es evacuado por los conductos 315, 316, 318 y 317, entre los cuales el último está unido a la entrada de la bomba de compresor 100b, aguas abajo del depósito volante 100a. Los depósitos volantes 100a y 200a están estudiados para evitar las pérdidas de producto secundario saliente que procede de los concentradores de oxígeno y de nitrógeno correspondientes. Se considera dar a cada depósito un volumen apropiado para el volumen de gas en litros que es evacuado de uno a otro de los adsorbedores de los dispositivos de concentración de nitrógeno y de oxígeno, cuando se disminuye la presión en el adsorbedor, desde la presión de adsorción (de un valor cualquiera) hasta una presión próxima a la de la atmósfera.

Como se ha indicado más arriba, cada uno de los adsorbedores del aparato combinado de la figura 9 es comparable al dispositivo ilustrado en la figura 1. Igualmente, las disposiciones de secado, en esta combinación, funcionan según el procedimiento expuesto en el caso de la figura 1, como los dispositivos de concentración de oxígeno y de nitrógeno. Cada dispositivo puede estar provisto de su propio cronodesenganchador de ciclo (no representado) y se puede regular la duración de los ciclos para conseguir las mejores condiciones operativas.

#### N O T A

Los puntos de invención propia, no nueva, pero no establecida, practicada ni divulgada en España, que se presentan pa-



22544R

ra que sean objeto de esta Patente de Introducción, por DIEZ años, son los siguientes:

12. - Un procedimiento de fraccionamiento de un producto gaseoso, caracterizado porque se hace pasar, bajo una presión inicial y en un sentido elegido de antemano, una corriente del producto gaseoso en un lecho de un adsorbente selectivo para, por lo menos, una fracción constituyente de este producto, durante un primer ciclo de una duración inferior a la que es necesaria para que este lecho se ponga en equilibrio con dicha fracción, se evacúa del lecho la parte no adsorbida de esta corriente, en forma de producto saliente primario; se interrumpe el paso de la corriente al final del primer ciclo y se disminuye la presión inicial que reina sobre el lecho; se desorbe esta fracción procedente de este lecho bajo dicha presión reducida y se evacua esta fracción desorbida del lecho en una dirección de paso opuesta a la de dicha corriente del producto gaseoso, durante un segundo ciclo de una duración sensiblemente igual a la del primero; en el curso de este segundo periodo, se hace pasar en el lecho al menos una parte del producto saliente primario, en el sentido de paso de dicha fracción desorbida y se evacua esta parte del producto saliente primario de este lecho al mismo tiempo que la fracción desorbida, en forma de producto saliente secundario, se regula la duración de los ciclos a un valor apropiado para crear un gradiente de concentración de esta fracción en el lecho, en el cual dicho gradiente tiene un frente de concentración menor en una zona intermedia entre los extremos del lecho; finalmente se imprime a este punto un movimiento oscilante sensiblemente en los límites de esta zona, en una dirección y sobre una distancia que corresponden respectivamen-



255448

te a la dirección de paso en el lecho, en el curso de cada ciclo y durante la duración de este ciclo.

5 2º. - Un procedimiento según el punto 1º, caracterizado porque se hace pasar una primera corriente del producto en un primer lecho de un adsorbente selectivo para una primera fracción constituyente del producto gaseoso citado, se hace pasar una segunda corriente del producto gaseoso en un segundo lecho de un adsorbente selectivo, para una segunda fracción constituyente de este producto gaseoso, y se hace de preferencia pasar este producto saliente secundario, evacuado del primer y del segundo lechos, respectivamente al segundo y primer lechos, durante el primer ciclo de éstos.

15 3º. - Un procedimiento según los puntos anteriores, caracterizado porque la mezcla gaseosa citada es aire y la fracción considerada comprende vapor de agua, oxígeno o nitrógeno.

4º. - Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque el adsorbente mencionado es un tamiz molecular, cuya dimensión de poros está comprendida entre 4 y 13 Å.

20 5º. - Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque el procedimiento de fraccionamiento de un producto gaseoso permite extraer de él una fracción constituyente elegida y, en este procedimiento, se hace pasar una corriente del producto gaseoso por un adsorbedor y por un lecho de adsorbente contenido en él, siendo este adsorbente selectivo para esta fracción, bajo una presión inicial elegida, teniendo este adsorbedor un conducto de entrada para la corriente y un conducto de salida para un producto saliente secundario, en una extremidad del lecho, y un conducto de salida para un producto saliente primario de esta corriente en

25

30



265446

la extremidad opuesta del lecho; se continua haciendo pasar esta corriente desde la entrada del lecho hacia el conducto de salida del producto saliente primario, en la duracion de un primer ciclo, que es sensiblemente inferior a la que es necesaria para que este lecho se mantenga en equilibrio con dicha fraccion a esta presion inicial; se evacua del lecho la parte no adsorbida de esta corriente, en forma de un producto saliente primario, por el conducto de salida previsto a este efecto; al final de este ciclo, se rebaja la presion sobre este lecho a partir de la presion inicial; se desorbe la fraccion citada a esta presion reducida; se evacua esta fraccion desorbida como producto saliente secundario de esta corriente, por el segundo conducto de salida y en sentido inverso a la corriente, reciclando al propio tiempo por lo menos una parte del producto saliente primario a traves del lecho, al mismo tiempo que el producto saliente secundario, en la duracion de un segundo ciclo, de una manera sucesiva y repetida y se crea en el lecho un gradiente de concentracion de esta fraccion, que se extiende desde el conducto de entrada de la corriente hasta el conducto de salida del producto saliente primario, teniendo este gradiente un frente, entre las extremidades de dicha zona y del lecho, que se acerca y se aleja alternativamente del conducto de salida del producto saliente primario, respectivamente en el curso del primero y del segundo ciclo; finalmente, se evacuan corrientes de estos productos salientes primario y secundario por sus conductos de salida respectivos.

6a. - Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque la mezcla gaseosa citada es aire, dicho componente clave es vapor de agua, el adsorbente

265446



es alúmina, gel de sílice o perlas móviles que miden de 2,38 a 6,35 mm. y se cesa de hacer pasar la mezcla gaseosa sensiblemente durante el periodo en el cual un volumen total de aire equivalente a 15 veces el volumen bruto del adsorbente, pasa a dicha zona, estando medido el volumen de aire a la temperatura y bajo la presión que reina en esta última, en el curso de la adsorción de esta parte del componente clave.

72. - Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque la mezcla gaseosa es aire, el componente clave comprende vapor y anhídrido carbónico, el adsorbente es alúmina que mide de 2,38 a 6,35 mm. y se cesa de hacer pasar esta corriente de mezcla gaseosa sensiblemente durante la duración en la cual un volumen total de aire equivalente a 2,6 veces el volumen bruto de este adsorbente, pasa a dicha zona, siendo este volumen de aire medido a la temperatura y bajo la presión que reina en esta zona, en el curso de la adsorción de este componente clave.

82. - Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque la mezcla gaseosa es aire, el componente clave es vapor de agua, el adsorbente es lana de vidrio fina y se cesa de hacer pasar la corriente de mezcla gaseosa sensiblemente durante el periodo en el cual un volumen total de aire igual a nueve décimas del volumen bruto del adsorbente atraviesa dicha zona, siendo este volumen de aire medido a la temperatura y presión que existen en dicha zona, en el curso de la adsorción del componente clave.

92. - Un procedimiento según cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque el componente clave es nitrógeno y el adsorbente es un tamiz molecular y se cesa de hacer pasar la corriente de mezcla gaseosa sensiblemente durante el



265446

periodo en el cual un volumen total de aire equivalente al volumen bruto de este adsorbente pasa a dicha zona, siendo medido este volumen de aire a la temperatura y a la presión que reinan en esta última en el curso de la adsorción de este componente clave.

5 10<sup>o</sup>. - Un aparato que permite la realización de un procedimiento de fraccionamiento de una mezcla gaseosa por adsorción, tal como se ha reivindicado en los puntos anteriores y, caracterizado porque comprende: una serie de por lo menos dos  
10 dispositivos de adsorción, en la cual cada dispositivo comprende un adsorbedor destinado a contener una masa de un adsorbente selectivo para por lo menos una fracción constituyente de la mezcla gaseosa; un conducto de entrada para esta mezcla gaseosa; una válvula de tres vías que tiene una primera lumbrera  
15 unida a dicho conducto de entrada, una segunda lumbrera unida al adsorbedor, y una tercera lumbrera; un dispositivo que permite una comunicación alternada cíclica por medio de esta válvula respectivamente entre la segunda lumbrera y la primera y la tercera lumbreras; un compresor para enviar una corriente  
20 a presión de esta mezcla gaseosa al conducto de entrada; teniendo este compresor una admisión, un conducto de alimentación que se extiende entre esta admisión y una fuente de esta mezcla gaseosa, teniendo este conducto de alimentación una parte agrandada en forma de cámara; finalmente, un conducto para  
25 evacuar un producto saliente primario del adsorbedor, estando este conducto unido entre la tercera lumbrera de la válvula y el conducto de alimentación de otro dispositivo de adsorción de esta serie, entre esta parte en forma de cámara y otro compresor de otro dispositivo de adsorción.

30 11<sup>o</sup>. - Un aparato según el punto 10<sup>o</sup>, caracterizado por-

265446



que el conducto de entrada de cada uno de los dispositivos citados, comprende adsorbentes destinados a retirar las fracciones indeseables de la mezcla gaseosa y una cámara de acumulación situada aguas abajo está destinada a recibir una fracción no adsorbida de esta mezcla gaseosa en forma de producto saliente primario.

12º. - Un aparato según cualquiera de los puntos 10º y 11º, que comprende un adsorbedor concebido de manera que contenga una masa de un adsorbente selectivo para al menos un componente clave de esta mezcla, un primer conjunto de conductos para introducir una corriente inicial de la mezcla gaseosa en este adsorbedor y para evacuar de él una parte adsorbida, comprendiendo este primer conjunto de conductos válvulas que sirven alternativamente y según un ciclo, para introducir esta mezcla en el adsorbedor y para evacuar de él esta parte adsorbida y un segundo conjunto de conductos para evacuar un producto primario saliente de este adsorbedor, en el curso de la introducción de la corriente inicial de mezcla gaseosa y para introducir al menos una parte del producto saliente primario en el adsorbedor, en el curso de la evacuación de esta parte adsorbida.

13º. - Un aparato según cualquiera de los puntos 10º, 11º y 12º, en el cual el adsorbedor comprende dos cámaras de adsorción distintas, estando cada una concebida de manera que encierre una masa del adsorbente y comprendiendo el primer conjunto de conductos un distribuidor unido en sus extremos opuestos a una de estas cámaras; un conducto de alimentación comunica con este distribuidor, dos válvulas de tres vías están previstas en este distribuidor y cada una está unida por dos lumbreras a este distribuidor, entre el conducto de alimentación y un extremo del distribuidor, y por su tercera lumbrera, a un conducto de eva-



265446

cuación; un dispositivo hace alternar cíclicamente la unión de estas cámaras con estos conductos de alimentación y de evacuación, por este distribuidor y estas válvulas, y el segundo conjunto de conductos comprende un conducto distribuidor que comunica entre un extremo de este distribuidor y la primera de estas cámaras, comunicando un conducto de evacuación entre el otro extremo de este distribuidor y la segunda de estas cámaras; cada conducto de evacuación comprende una válvula de retención que impide el paso directamente desde este distribuidor; un conducto de reflujo comunica con el distribuidor, entre sus extremos, y con un conducto de ramificación que se une a cada uno de los conductos de evacuación, entre las válvulas de retención y las cámaras respectivas; una válvula de regulación de presión está prevista en el conducto de reflujo, y válvulas de retención situadas en el conducto de ramificación impiden una circulación en éste desde cada uno de los conductos de evacuación.

14º. - Un procedimiento y un aparato para el fraccionamiento de mezclas gaseosas.

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

Esta Memoria consta de cuarenta y tres hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P. A.  
*[Handwritten signature]*

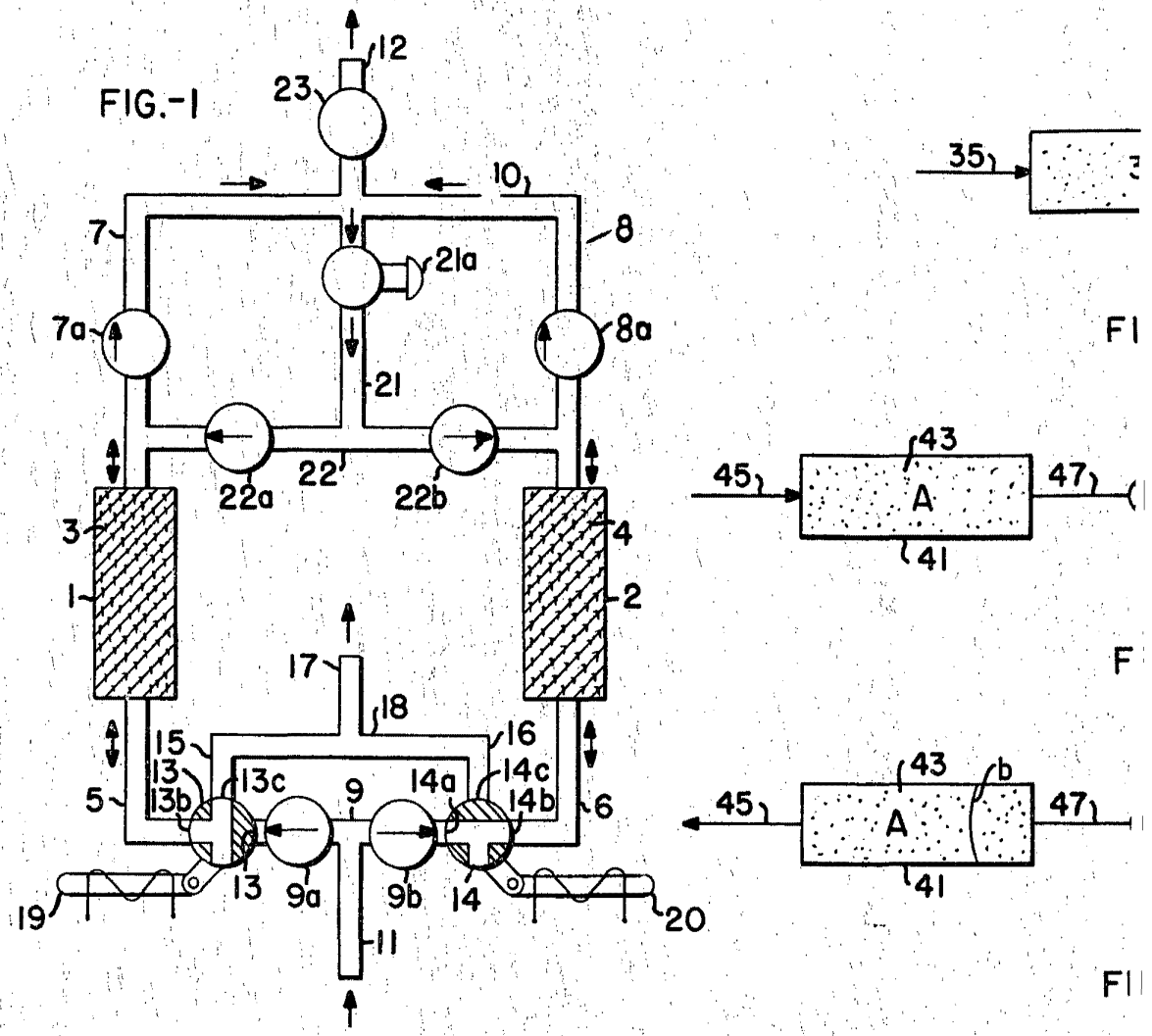
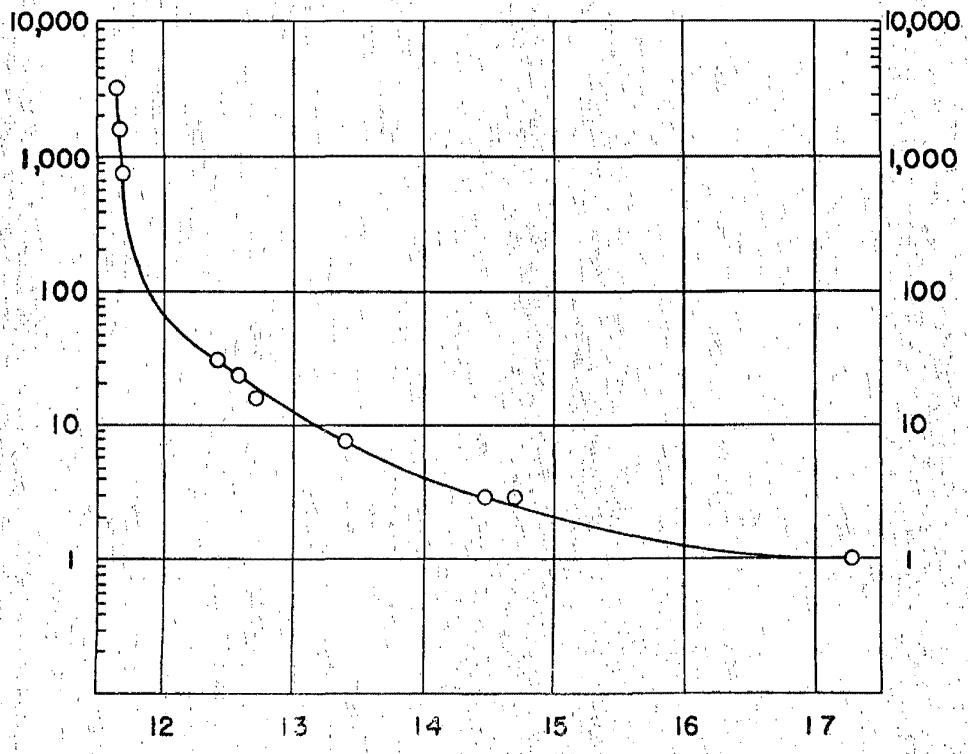


FIG.-2



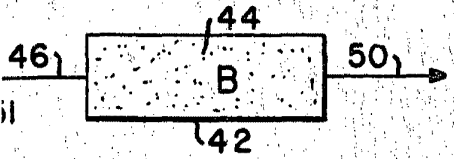
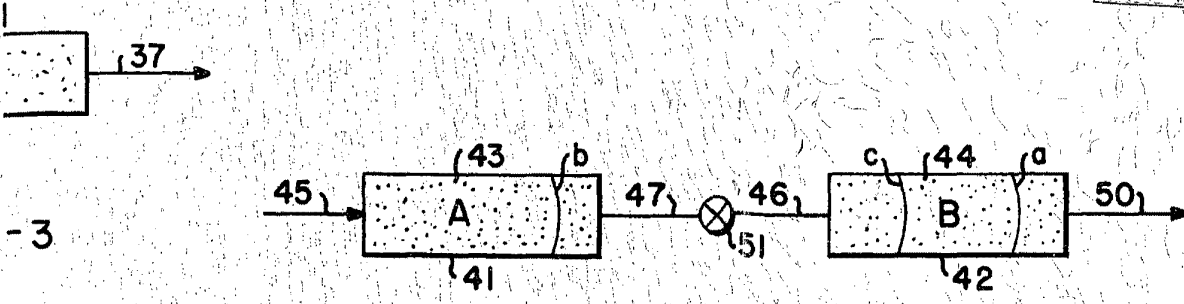


FIG. - 3C

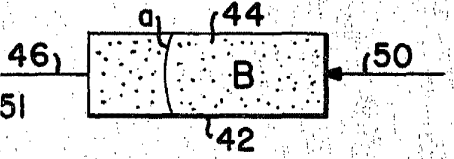
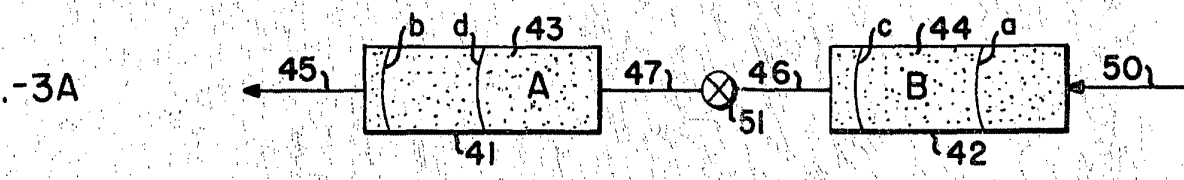
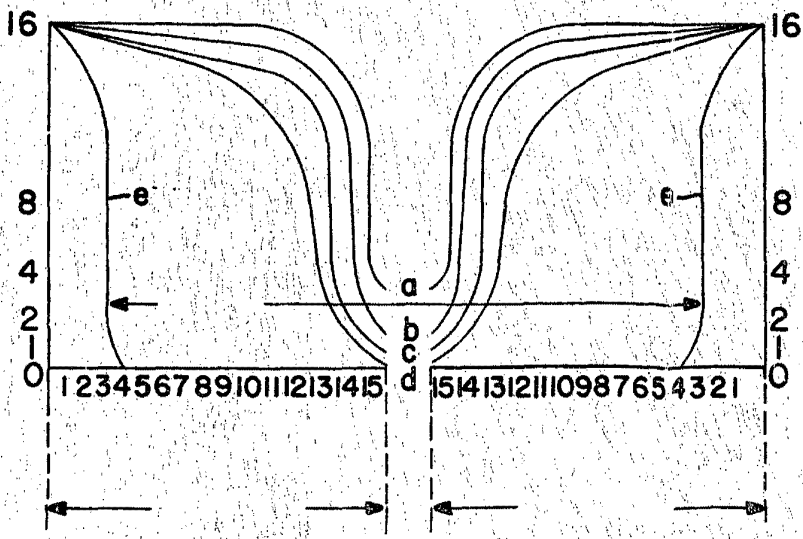


FIG. - 3D

- 3B

FIG. - 4



265446

FIG.-5

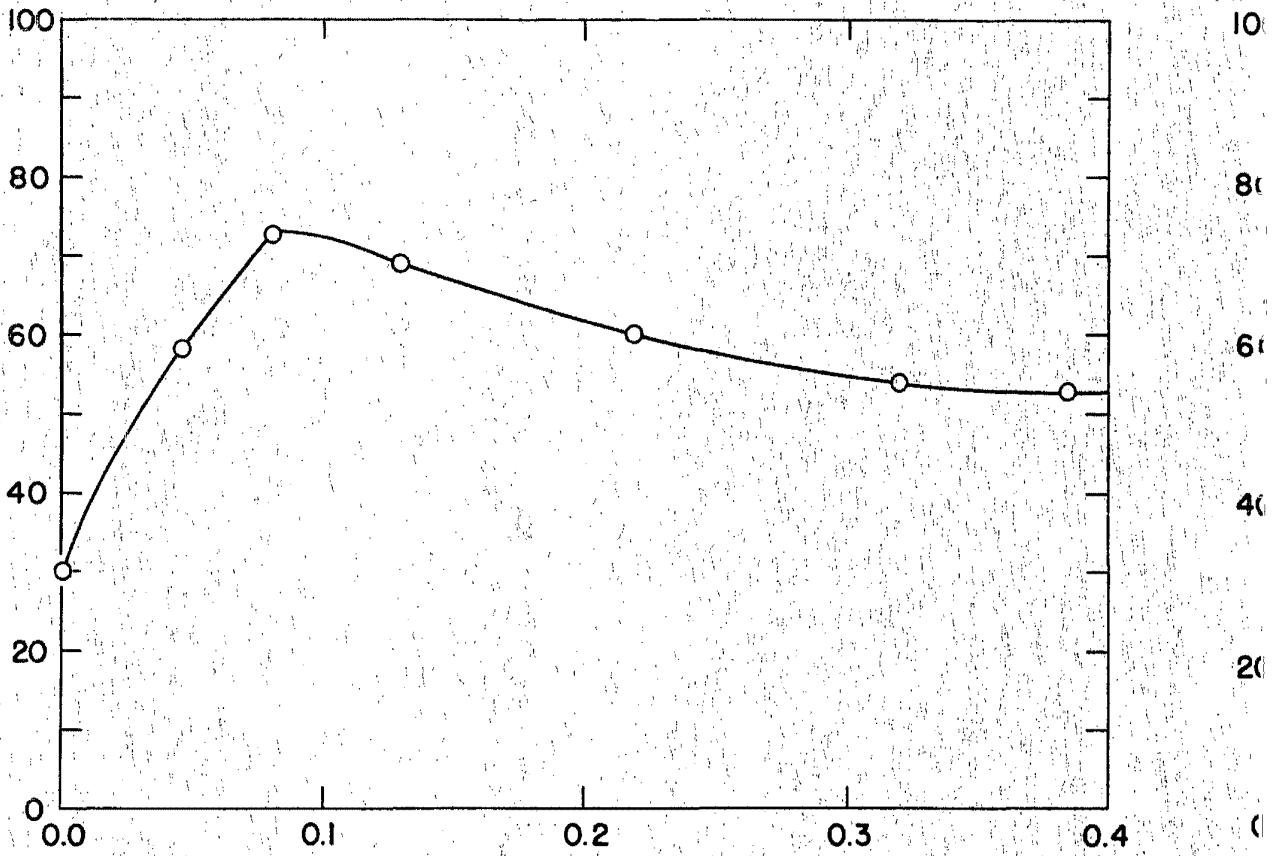
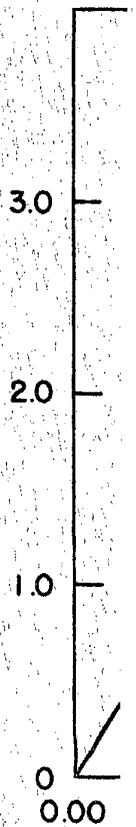


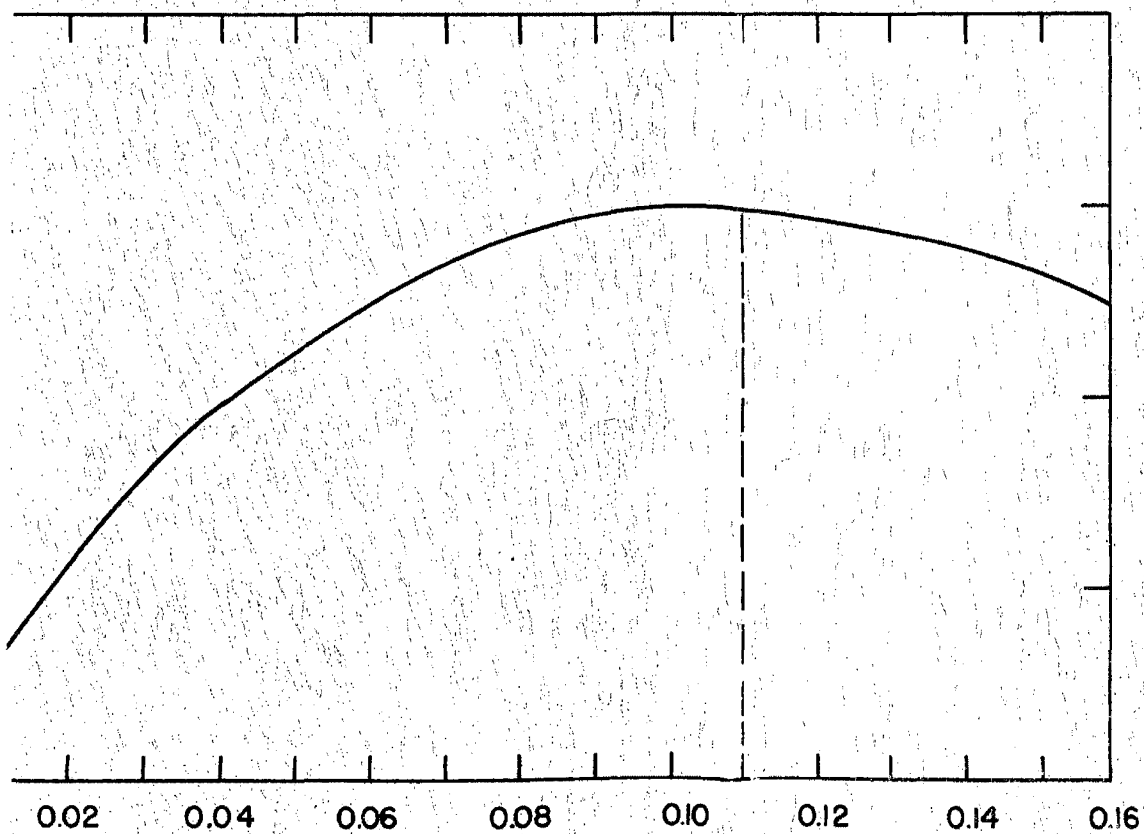
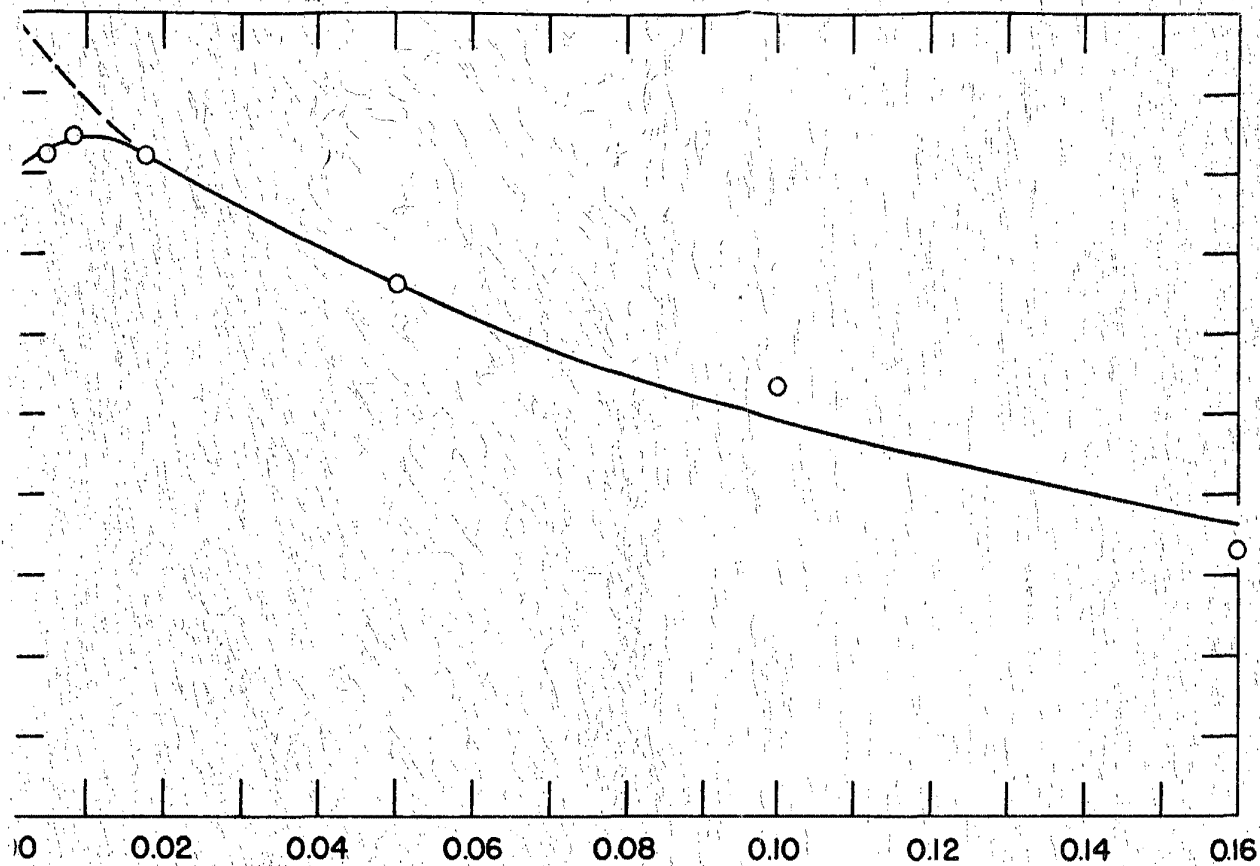
FIG.-7



235446



FIG. - 6



265446

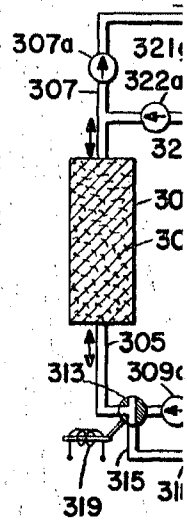
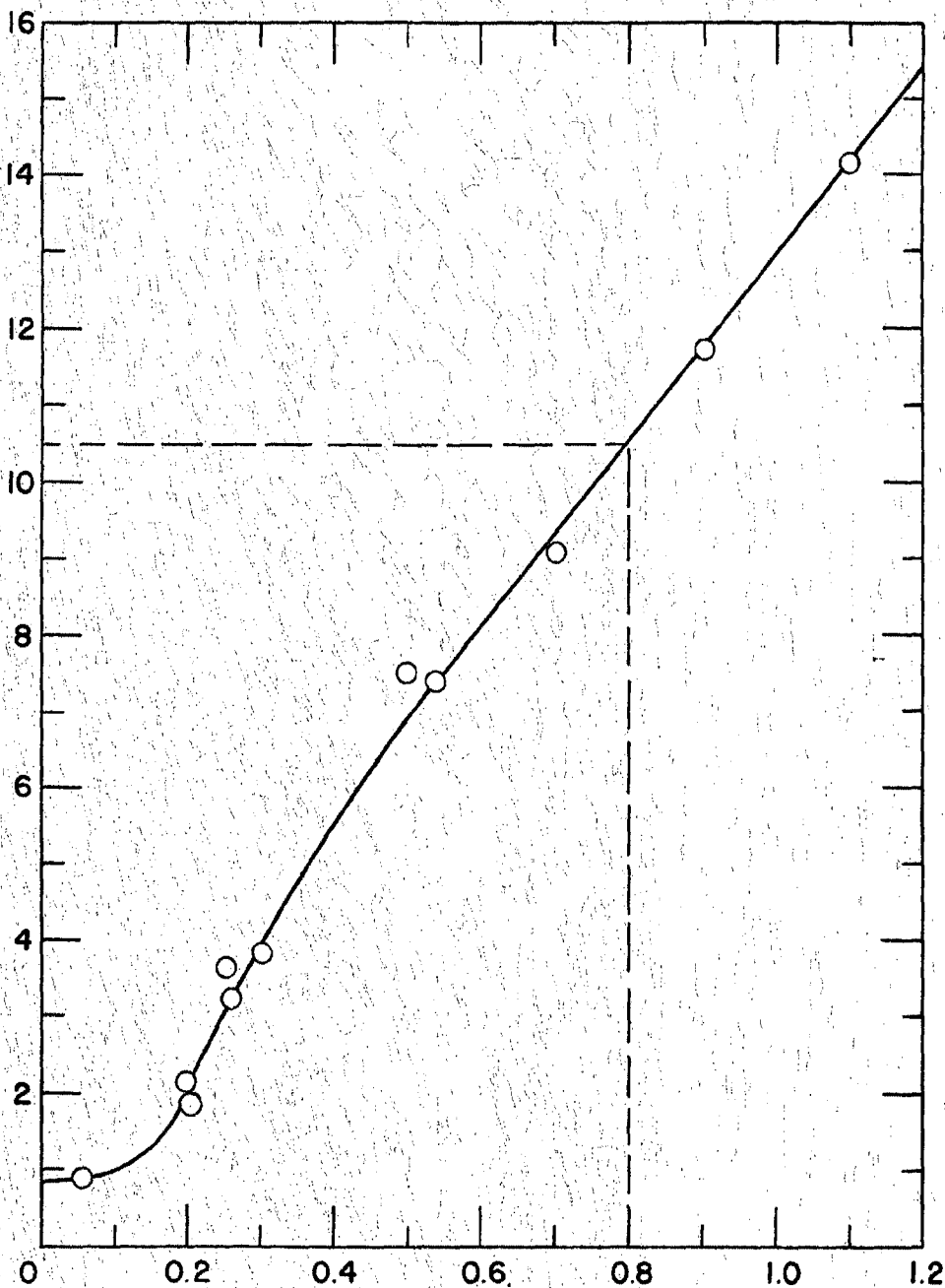


FIG. - 8

255440

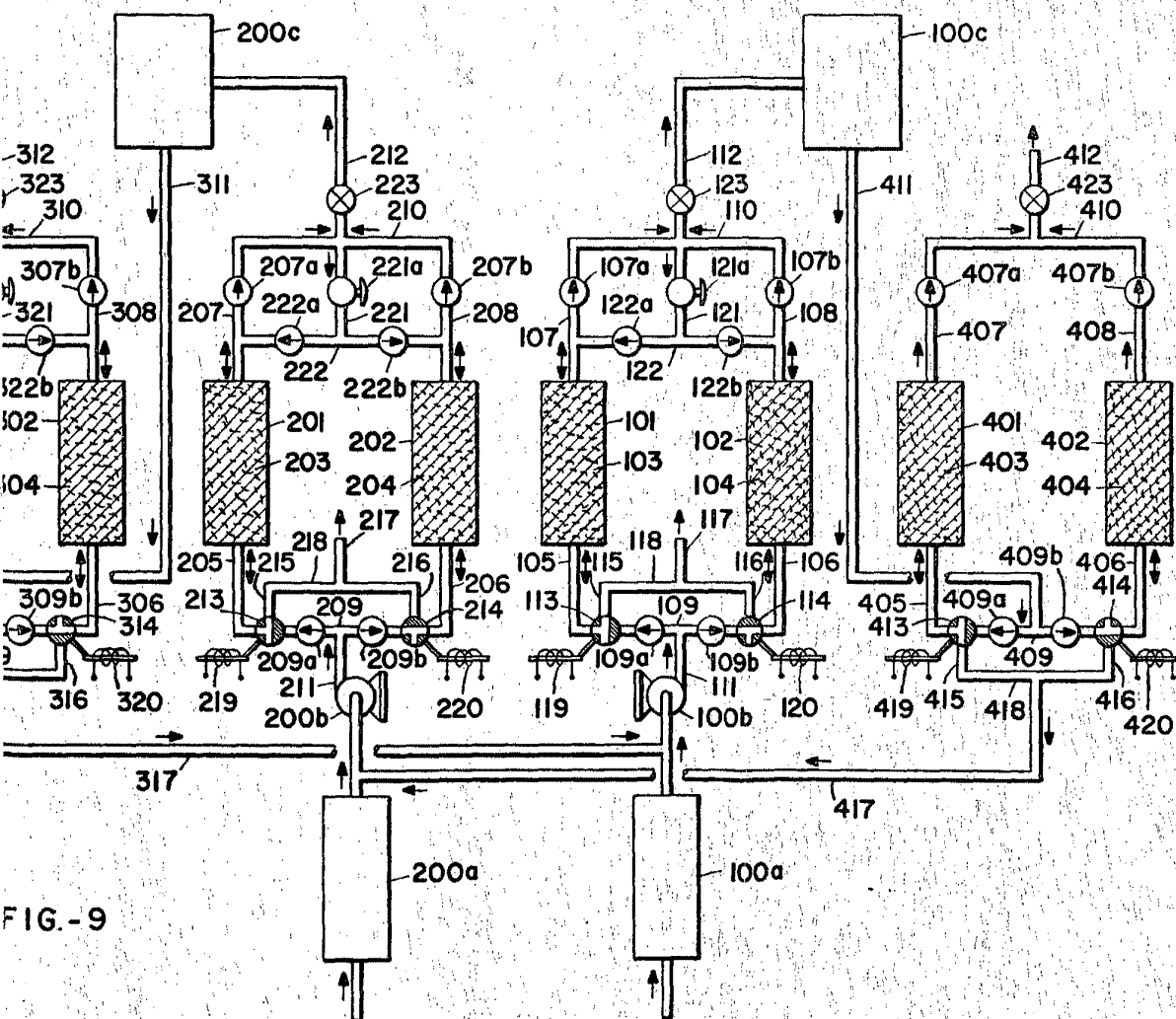
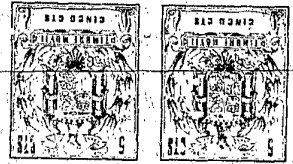


FIG.-9