

279 409



21 JUL 1962

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

279409

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de L'AIR LIQUIDE, entidad francesa, establecida en 75, Quai d'Orsay, París, Francia, por:

"PROCEDIMIENTO DE REGENERACION DE UNA MASA ADSORBENTE CARGADA DE IMPUREZAS"

5 El presente invento se refiere a un procedimiento de regeneración de una masa adsorbente cargada de impurezas, en el curso de la purificación de un gas por barrido por un gas más caliente que el gas a purificar, y luego refrigeración a su temperatura de funcionamiento por contacto directo con un gas frío. Se refiere en particular a la purificación de aire que contiene gas carbónico, humedad e hidrocarburos, especialmente para su separación a baja temperatura por licuación y rectificación. Se puede
10 aplicar también a la purificación por adsorción de otros



gases que contienen impurezas menos volátiles, tales como el hidrógeno, el helio o mezclas de hidrocarburos.

5 Se sabe que uno de los procedimientos más eficaces de descarbonatación del aire consiste en hacerlo pasar en contacto con una materia adsorbente, tal como gel de sílice o alúmina activada, teniendo lugar en general esta operación a una temperatura relativamente baja, próxima por ejemplo a -130°C .

10 Cuando una masa adsorbente está demasiado cargada de gas carbónico para efectuar todavía una purificación suficiente del aire, es puesta fuera de circuito y regenerada, mientras que el aire a purificar es dirigido sobre otra masa adsorbente, cuya regeneración ha sido efectuada durante el período de funcionamiento de la primera. El modo de regeneración más frecuentemente empleado consiste en barrer el adsorbente por un gas exento de gas carbónico y suficientemente caliente para originar la desorción del gas carbónico fijado, siendo arrastrado este último entonces por la corriente de gas barrido; la masa adsorbente descarbonatada es llevada luego a su temperatura de funcionamiento por contacto directo con un gas frío igualmente exento de gas carbónico. Un procedimiento de este género, que limita al mínimo las pérdidas de frío debidas a la regeneración, ha constituido el objeto de la patente francesa número 1.136.113 del 10 de noviembre de 1955, de la solicitante.

25 Los procedimientos conocidos de regeneración presentan ciertos inconvenientes, por que los volúmenes de gas de barrido y de refrigeración necesarios son importantes. Se utiliza en general a este efecto, en el caso de la pu-

279409



rificación del aire, el nitrógeno procedente de su separación, cuando el oxígeno es el único gas a separar en estado puro. Sin embargo, se desea ahora cada vez más frecuentemente una parte importante del nitrógeno separado con una pureza elevada, incompatible con su empleo como gas de regeneración de masas adsorbentes cargadas de gas carbónico. La cantidad de nitrógeno disponible para la regeneración de las masas adsorbentes está, pues, limitada a la fracción de este gas para la cual no existen exigencias de pureza severas, y que es a veces insuficiente.

Es necesario entonces sustituir la descarbonatación por adsorción por una descarbonatación por vía química -- (lavado con sosa cáustica), aunque ésta requiere aparatos voluminosos y permite alcanzar una pureza de aire menor.

El procedimiento del invento permite evitar los inconvenientes citados y efectuar la regeneración de las masas adsorbentes cargadas de impurezas, sin ensuciar sin embargo un volumen importante de gas puro, y obtener especialmente en la separación del aire una proporción importante del nitrógeno en estado puro. Permite igualmente someter el aire simultáneamente, además de a la descarbonatación, a una desecación y a la eliminación de las trazas de hidrocarburo, tales como el acetileno, presentes en el aire tratado, mientras que la desecación por lo menos era efectuada en general independientemente de la descarbonatación en los procedimientos conocidos. Se caracteriza -- por que el gas caliente de barrido es de composición y de contenido en impurezas próximos a los del gas a purificar, y por que se mantiene el contenido en impurezas del gas frío utilizado para la refrigeración ulterior a un valor

273403



sensiblemente nulo, por lo menos después de la fase inicial de refrigeración.

5 El gas frío utilizado para la refrigeración de la masa adsorbente puede ser, o bien cualquier gas puro disponible, por ejemplo nitrógeno, en el caso de la purificación del aire, o bien el gas inicialmente impuro que acaba de ser purificado sobre una primera masa adsorbente en funcionamiento, o bien una cantidad limitada de gas impuro que recorre un ciclo cerrado que comprende un refrigerador. En el segundo caso, se utilizan de preferencia por lo menos tres masas adsorbentes, y se dispone la masa adsorbente a refrigerar en el circuito de gas a purificar, después de una masa adsorbente en funcionamiento que asegura todavía una purificación eficaz hasta que una zona suficiente de la masa adsorbente regenerada, cerca del extremo de entrada del gas a purificar, haya sido refrigerada a su temperatura de funcionamiento.

10

15

El procedimiento del invento permite la regeneración periódica de las masas adsorbentes de descarbonatación del aire, cualquiera que sea su temperatura de funcionamiento. Conviene incluso si esta temperatura está próxima a la temperatura ambiente, lo que permite efectuar simultáneamente la descarbonatación y la desecación sobre aire, ya sea a baja presión, ya sea a presión elevada; el gas de barrido ha de ser llevado entonces a una temperatura notablemente superior a la ambiente, por ejemplo por paso en contacto con un serpentín de vapor. Permite en particular el empleo como adsorbente de una ceolita cristalina sintética, tal como la conocida con la denominación "tamiz molecular 5A".

20

25

30

179409



Se describen a continuación, con referencia al dibujo anejo varios modos de puesta en práctica del invento en su aplicación a la purificación del aire.

5 La figura 1 representa una operación de regeneración de una masa adsorbente, en la cual la refrigeración de la masa regenerada está asegurada por una fracción del nitrógeno separado.

10 La figura 2 representa una operación de regeneración análoga a la de la figura 1, pero en la cual el paso del nitrógeno en contacto con el adsorbente a refrigerar es interrumpido una vez que una zona suficiente del extremo de entrada del aire está a su temperatura de funcionamiento, estando asegurada la continuación de la refrigeración por el aire a purificar mismo.

15 La figura 3 representa una operación de regeneración de una masa adsorbente, en la cual la fracción inicial de la refrigeración está asegurada por aire no purificado que gira en circuito cerrado, estando asegurada la continuación de la refrigeración por el aire a purificar.

20 La figura 4 representa una operación de regeneración de una masa adsorbente, en la cual la fase inicial de la refrigeración está asegurada por el aire a separar que sale purificado de una masa adsorbente todavía en funcionamiento, y la continuación de la refrigeración por el mismo aire no previamente purificado.

25 La figura 5 representa una operación de regeneración de una masa adsorbente de una batería de tres masas en permutación ternaria, atravesando el aire a purificar sucesivamente la masa en funcionamiento, y luego una masa en curso de refrigeración.

30

179409



En todas estas figuras, las zonas de las masas adsorbentes cargadas de impurezas están representadas esquemáticamente en rayados oblicuos; las zonas regeneradas y refrigeradas están representadas por rayados horizontales.

5 La regeneración de la masa adsorbente representada en la figura 1, tiene las tres fases a, b y c. En la fase a, mientras la masa adsorbente 3 está en funcionamiento, la masa adsorbente 9 está en regeneración por caldeo. El
10 aire a purificar, comprimido por el compresor 9 a 6 kg/cm^2 aproximadamente y enfriado en un refrigerador de agua (no representado), llega por el conducto 2 a la masa adsorbente 3 en funcionamiento, constituida por ejemplo por alúmina activada, y sale de ella descarbonatada y desecada por el conducto 4; por otra parte, un soplante 5 envía aire ambiente no descarbonatado por el calentador 6 a un ser-
15 pentín de vapor 7, que lo lleva a aproximadamente 100°C , y el conducto 8, a la masa adsorbente 9, en el sentido opuesto al sentido de circulación del aire a purificar. Cuando la masa adsorbente 9 está completamente calentada,
20 se la lleva en su totalidad a su temperatura de funcionamiento, próxima a la temperatura ambiente, por paso en contacto con ella de nitrógeno separado. La masa adsorbente 9 refrigerada es puesta entonces de nuevo en servicio uniéndola a la salida del compresor 1, mientras que la masa adsorbente 3 cargada de gas carbónico y de vapor de
25 agua, y eventualmente de un poco de hidrocarburos, es sometida a la regeneración por paso de aire caliente procedente del soplante 5 y del recalentador 6

30 Según la variante representada en la figura 2, el paso de nitrógeno frío en contacto con la masa adsorbente

7 04 09



21

regenerada por recaldeo no es proseguido más que hasta la refrigeración de una zona 18 en el extremo de la masa adsorbente, por la cual ha de penetrar el aire a purificar, no estando el resto de la masa adsorbente más que poco o nada refrigerado. Se introduce luego (figura 2c) el aire a purificar por este mismo extremo. Se descarbonata y se deseca al atravesar la zona refrigerada, y luego asegura la refrigeración de las capas de la masa adsorbente más alejadas de la entrada. Se calienta por este hecho fuertemente; por paso por el serpentín 10, introducido en un refrigerador de agua 11, se asegura su refrigeración a la temperatura ambiente, antes de su evacuación por el conducto 12 hacia la instalación de licuación propiamente dicha. Las capas sucesivas del adsorbente son refrigeradas así poco a poco hasta que la totalidad del adsorbente haya sido llevado a su temperatura de funcionamiento. La refrigeración auxiliar del aire tratado en el refrigerador 11 pueda ser entonces interrumpida.

En el método de regeneración y de refrigeración representado en la figura 3, la masa adsorbente 9, cargada de impurezas, es en primer lugar recalentada por paso en contacto con ella de aire impulsado por el soplante 5 y recalentado en el recalentador 6. Cuando la desorción de las impurezas ha terminado, se hace pasar sobre la misma masa adsorbente, pero en sentido contrario, aire impulsado por el soplante 5 en el conducto 13 (figura 3b). Este aire sale por el conducto 14 a una temperatura próxima a la temperatura de regeneración del adsorbente; es refrigerado entonces por paso a través del serpentín 16 sumergido en un refrigerador de agua 17, y reciclado luego por -

279409



el soplante 5 y el conducto 13 hacia la masa adsorbente. Al cabo de poco tiempo, la zona del adsorbente próxima al extremo de entrada (19,20) está refrigerada a cerca de su temperatura de funcionamiento, y fija entonces (19) la cantidad limitada de gas carbónico y de vapor de agua presente en el aire del ciclo. Una vez que la zona refrigerada ha alcanzado un grosor suficiente, se pone de nuevo la masa adsorbente en funcionamiento. El aire a depurar se desembaraza de sus impurezas en el curso de su paso a través de la zona refrigerada 20, y luego refrigera las capas todavía calientes del adsorbente (figura 3c). Sale de la masa adsorbente fuertemente calentado; es llevado a su temperatura inicial en el serpentín 10 del refrigerador de agua 11. Cuando la refrigeración del adsorbente a su temperatura de funcionamiento ha terminado, la refrigeración auxiliar del aire en el refrigerador de agua 11 puede ser interrumpida.

Según el método representado en la figura 4, la masa adsorbente cargada de gas carbónico y de vapor de agua es en primer lugar calentada a una temperatura que permite la desorción de las impurezas adsorbidas, por una corriente de aire caliente no descarbonatado (figura 4a). Cuando el conjunto de la masa adsorbente 9a alcanza esta temperatura, se dispone sobre el circuito de aire a purificar, detrás de la masa adsorbente en funcionamiento 3, todavía no saturada de impurezas. El aire purificado durante el paso de la masa adsorbente 3, enfría la masa 9 calentándose y arrastrando la pequeña cantidad de impurezas presente en los intersticios de los granos de adsorbente; luego es enfriado en el serpentín 10, sumergido en el



refrigerador de agua 11, antes de trasladarse al resto de la instalación por el conducto 12.

5 Cuando una zona suficiente 21 en el extremo de entrada de la masa adsorbente 9 ha vuelto a su temperatura de funcionamiento, se hace llegar directamente el aire a purificar a la masa 9, mientras que se comienza la regeneración de la masa 3 sensiblemente saturada enviando a ella
10 aire caliente de la misma manera que anteriormente. La zona 21 de la masa adsorbente 9 fija (22) el gas carbónico y el vapor de agua del aire a purificar, que refrigera -- luego (23) las capas todavía calientes del adsorbente, calentándose a su contacto; luego es llevado a su temperatura inicial en el refrigerador de agua 11. Cuando la refrigeración de la masa adsorbente 9 es completa, se puede in
15 terrumpir la refrigeración auxiliar del aire en el refrigerador 11.

Se observará que en este caso, en el momento en que la masa adsorbente 9 regenerada, pero todavía no enfriada, es atravesada por el aire purificado que sale de la masa
20 adsorbente 3, este último arrastra una pequeña cantidad de impurezas. Pero el intervalo de tiempo durante el cual el aire que sale contiene un poco de impurezas es bastante breve; el contenido en gas carbónico del aire saliente, que es por ejemplo de 70 partes por millón (p.p.m.) al --
25 principio, cae muy rápidamente a cerca de 0. El paso por el resto de la instalación de separación del aire de esta pequeña cantidad de impurezas no presenta inconveniente -- mayor; puede ser detenida por lo demás a continuación por los medios habituales, por ejemplo filtros, a un nivel de
30 temperatura en que estas impurezas son sólidas. Este in--

279409



21 00

conveniente puede ser evitado además completamente por la utilización de una batería de tres masas adsorbentes en permutación ternaria, como se representa en la figura 5. En este caso, el aire comprimido en el compresor 1 es introducido en un primer período (figura 5a) por el conducto 2 a la masa adsorbente 3 en funcionamiento (ya saturada de impurezas en la zona 25) y luego por el conducto 31 a una masa adsorbente 9 en curso de refrigeración (ya refrigerada en la zona 26); finalmente pasa por el conducto 32 al serpentín 10 de un refrigerador de agua 11, y se traslada por el conducto 12 a los cambiadores de refrigeración. La tercera masa adsorbente 24 es regenerada como ya se ha descrito con ayuda de aire atmosférico impulsado por un soplante 5 a un calentador 6 con serpentín de vapor 7, y luego por el conducto 8 a la masa adsorbente. Cuando la masa adsorbente 9 está completamente enfriada, se suprime la refrigeración del aire en el refrigerador 11, permaneciendo esta masa en serie con la masa 3 y permitiendo llevar a cabo la purificación.

20 Cuando la masa adsorbente 3 está saturada de impurezas, las tres masas son permutadas (figura 5b). Mientras la masa 3 es sometida a la regeneración por caldeo, el aire a purificar es introducido en la masa 9, y luego desde allí por el conducto 33 en la masa 24 regenerada a refrigerar. Como anteriormente, se forma respectivamente en la masa 9 una zona saturada de impurezas 27 y, en la masa 24, una zona enfriada 28, que progresan ambas desde el extremo de entrada hacia el de salida.

30 Cuando la masa adsorbente 24 está completamente enfriada, y la masa 9 saturada de impurezas, las tres masas

794 09



son permutadas de nuevo. La masa 9 es sometida a la regeneración por caldeo, mientras que el aire a purificar es introducido en la masa 24 enfriada, y luego desde allí -- por el conducto 35 en la masa 3 regenerada a enfriar. En
5 el curso de este tercer período, la masa 24 se carga progresivamente de impurezas (zona 29) y la masa 3 se enfría progresivamente (zona 30). Cuando la masa 3 está completamente enfriada y la masa 24 saturada de impurezas, estando -- la masa 9 por otra parte regenerada, una nueva permuta-
10 ción lleva las masas adsorbentes a la disposición representada en la figura 5a.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Francia, el 8 de Agosto de 1961, bajo el número PV. 870.344, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.
15

N O T A

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

25 1.- Procedimiento de regeneración de una masa adsorbente cargada de impurezas en el curso de la purificación de un gas, por barrido por un gas más caliente que el gas a purificar, y luego refrigeración a su temperatura de funcionamiento por contacto directo con un gas frío, caracterizado por que el gas caliente de barrido es de composición y de contenido en impurezas próximos a los del --
30

279409



gas a purificar, y por que se mantiene el contenido en impurezas del gas frío utilizado para la refrigeración ulterior de la masa adsorbente a un valor sensiblemente nulo, por lo menos después de la fase inicial de la refrigeración.

5

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el gas frío utilizado para la refrigeración de la masa adsorbente es el gas inicialmente impuro que acaba de ser purificado sobre una primera masa adsorbente en funcionamiento.

10

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por que el gas a purificar atraviesa sucesivamente la masa adsorbente que asegura su purificación, y luego una masa adsorbente regenerada en curso de refrigeración, mientras que una tercera masa adsorbente está en curso de regeneración por caldeo.

15

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el gas frío utilizado para la refrigeración de la masa adsorbente es una cantidad limitada de gas impuro que recorre un circuito cerrado que comprende una refrigeración.

20

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la circulación del gas de refrigeración es interrumpida, y la masa adsorbente en curso de refrigeración puesta de nuevo en funcionamiento, una vez que una porción notable de la masa adsorbente en el extremo de entrada del gas a purificar ha sido refrigerada a su temperatura de funcionamiento.

25

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el gas a purificar es aire que contiene

30

270409

gas carbónico, humedad e hidrocarburos, en una materia del grupo constituido por los gelas alúminas activadas y las ceolitas sintéticas, rificación por adsorción es efectuada cerca de la tura ambiente.

5

7.- Procedimiento de regeneración de una masa adsorbente cargada de impurezas.

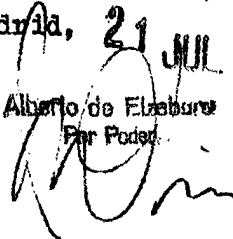
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

10

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

Madrid, 21 JUL 1962

Alberto de Elzaburu
Por Poder



279409

279409

Alberde de Broune
Pat. Pöden

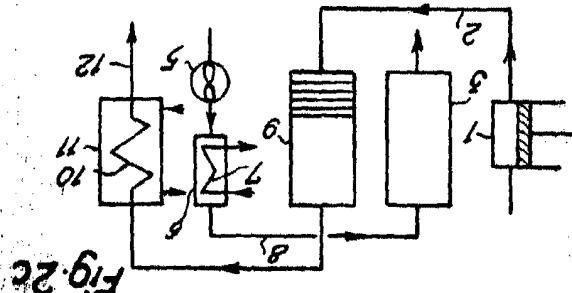


Fig. 2c

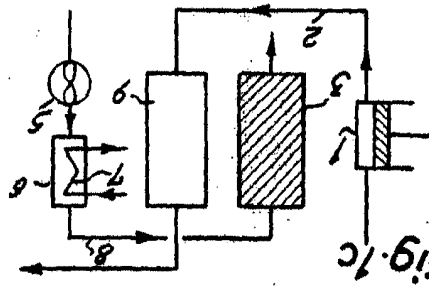


Fig. 1c

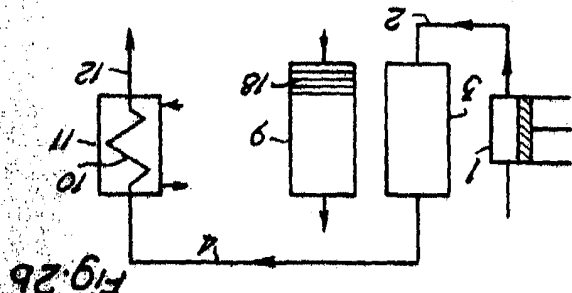


Fig. 2b

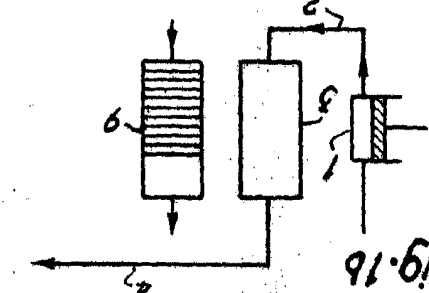


Fig. 1b

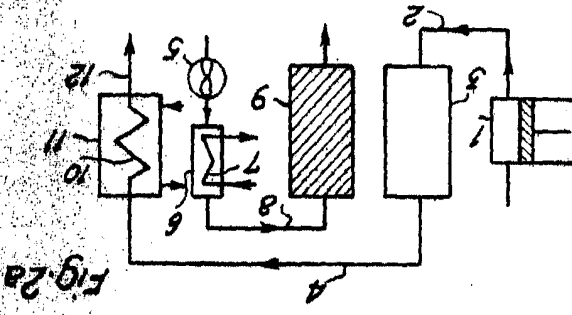


Fig. 2a

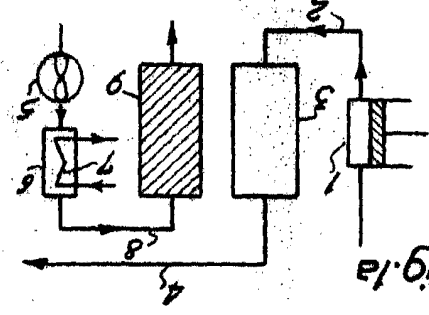
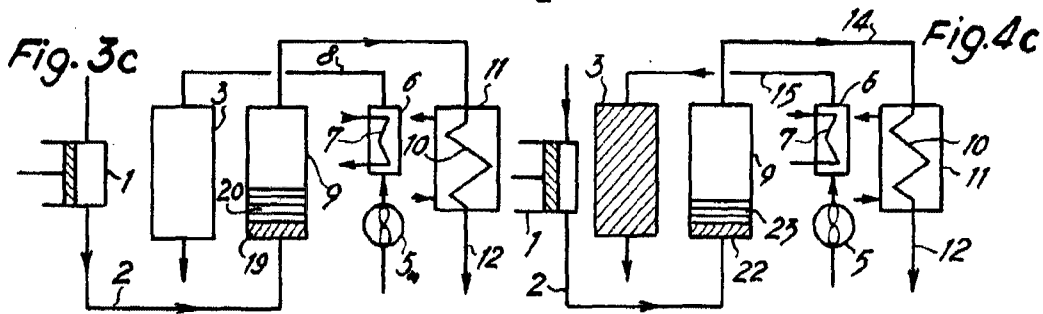
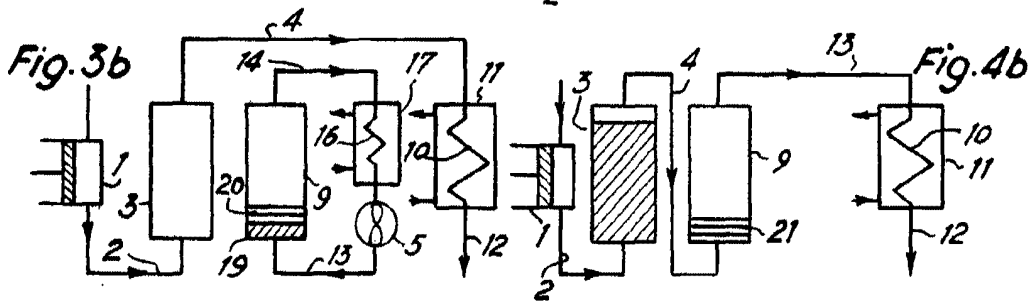
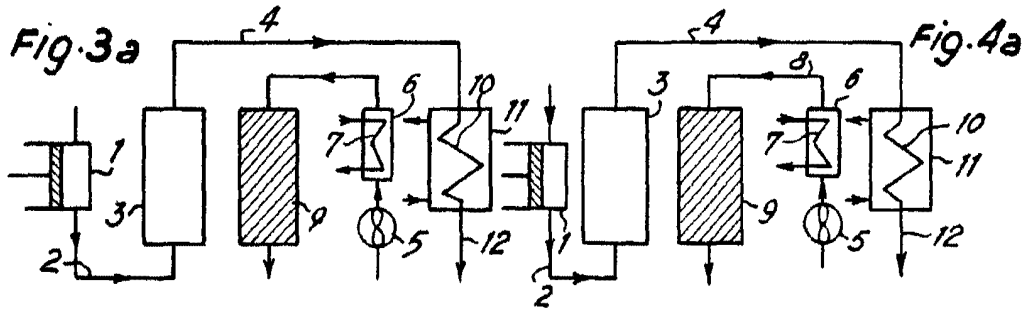


Fig. 1a



21

ESCALA VARIABLE 1. AIR LIQUIDE I/III



279409



21

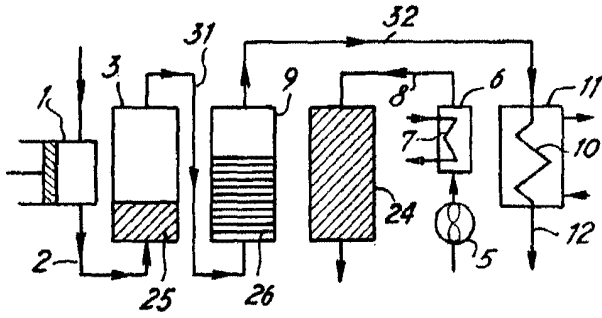


Fig. 5a

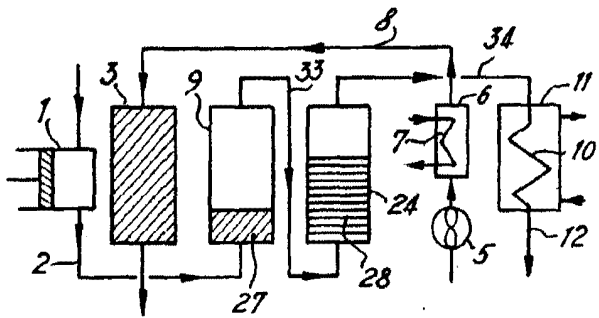


Fig. 5b

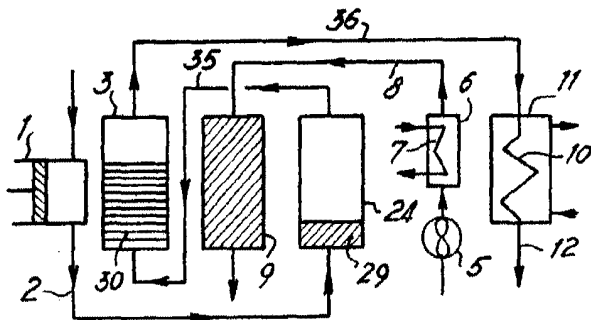


Fig. 5c

279409