

446370

Int. Cl. B01D, C01B

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: AIR PRODUCTS AND CHEMICALS, INC.

Domicilio: P.O.Box 538, Allentown, PENNSYLVANIA 18105
U.S.A.

Enunciado: UN METODO PARA LA PRODUCCION DE NITROGENO
DE ALTA PUREZA.

Prioridad: de la solicitud de patente estadounidense
Nº 583.787 del 4 Junio de 1.975.

Extracto de la descripción

El aire ambiental, durante un período de corriente
avanzante, pasa consecutivamente a través de un lecho adsor-
bente de tratamiento previo que elimina del mismo la humedad
y el dióxido de carbono, y el aire así desecado y purificado
5 pasa después a través de un lecho principal adsorbente para
la retención del nitrógeno, siendo recogido el efluente ri-
co en oxígeno en una cámara receptora expandible. Se efectúa
la desorción en el nitrógeno, de alta pureza, mediante suc-
10 ción del lecho principal a través del lecho de tratamiento
previo, hasta una cámara colectora. Antes de la fase de desor-
ción por vacío, se limpian tanto el lecho de previo tratamien-
to como el lecho principal, con el producto gaseoso de ni-
trógeno de elevada pureza procedente de una fase anterior
15 del funcionamiento. Tras la evacuación, se vuelven a someter
los lechos a presión con una porción del gas rico en oxíge-
no extraída de la cámara receptora expandible. Se emplean
por lo menos dos trenes paralelos de lechos adsorbentes en
secuencia alterna cronizada, para la continuidad de la opera-
20 ción. Operando de este modo, se recuperan, para cualquier
uso deseado, nitrógeno de alta pureza y un producto gaseoso
enriquecido en oxígeno.

La presente invención se refiere a fraccionamiento
de aire mediante adsorción selectiva, y particularmente a
25 un sistema oscilatorio por vacío que permite la recuperación
a partir del aire ambiental cargado de humedad y de dióxido
de carbono, de fracciones de productos separados, con inclu-
sión de un producto de nitrógeno de alta pureza y de una
fracción gaseosa enriquecida en oxígeno.

30 Se han descrito numerosos y diversos sistemas en

la literatura sobre patentes para la separación de gases, mediante adsorción preferente. Son típicos entre ellos, y concebidos particularmente o considerados útiles para la recuperación a partir del aire de un producto enriquecido en oxígeno, los sistemas a presión, de adsorción oscilante, que utilizan tamices moleculares de zeolita como adsorbentes y que llevan implícitas secuencias operativas de tiempo de ciclo complicadas, los cuales precisan complicadas disposiciones de válvulas para su funcionamiento.

Algunos de los sistemas de la técnica anterior emplean, antes de la columna o lecho adsorbente, un lecho adsorbente de tratamiento previo provisto de un adsorbente, destinado a extraer el dióxido de carbono y la humedad del aire alimentado, antes de que se establezca el contacto con el lecho principal adsorbente.

Se han descrito sistemas en la técnica patentada concebidos particularmente para la producción selectiva a partir del aire, de un producto de nitrógeno de alta pureza. Estos sistemas actúan por adsorción preferente del nitrógeno del aire sobre un tamiz de zeolita molecular, con la subsiguiente recuperación del producto de nitrógeno por desorción por vacío. Estos sistemas descritos hasta el presente, entre otros inconvenientes, operan con débil eficacia en cuanto a la separación, ya que, para obtenerse nitrógeno de la deseada alta pureza, se desperdicia una gran parte del nitrógeno en la masa suministrada, y la fracción de oxígeno, incluso en el pequeño grado en que se recupera, suele ser de calidad pobre.

De acuerdo con la presente invención, se aporta aquí un procedimiento mejorado de adsorción con oscilación de

presión, para fraccionar el aire, con el que se puede recuperar del suministro de aire ambiental no sólo un alto rendimiento de nitrógeno de alta pureza, sino también, al mismo tiempo, un mayor rendimiento de producto gaseoso separado rico en oxígeno.

La práctica de la invención comprende principalmente la siguiente serie de etapas:

1. Adsorción: Se hace pasar el aire ambiental a través de una columna adsorbente para eliminar la humedad y el dióxido de carbono y se hace pasar a continuación a través de una columna de adsorbente selectivo en la retención del componente nitrógeno, columna que se ha saturado previamente con gas rico en oxígeno procedente de una fase anterior del ciclo. El gas no adsorbido descargado de la columna como primer efluente constituye el gas producto rico en oxígeno, una parte del cual se hace regresar después a la columna en una fase posterior para la presaturación del adsorbente en el mismo, mientras que se retira el resto para cualquier utilización deseada.

2. Limpieza por nitrógeno: La fase de adsorción se continúa hasta que se produce una incipiente descomposición del aire o alguna carencia del mismo, según sea la concentración deseada del producto enriquecido en oxígeno. En este momento, se interrumpe la corriente de aire ambiental y se lava el lecho de adsorbente con nitrógeno de alta pureza recogido en una fase anterior del ciclo, para saturar el lecho con nitrógeno. Se recoge el gas que ha salido durante esta fase y se puede añadir el mismo al aire que entra en la siguiente etapa de adsorción. Comoquiera que este gas de salida es seco y está exento de CO_2 y tiene una concentración

de O_2 aproximadamente igual a la del aire que entra, su adición al gas de alimentación reduce los niveles de agua y de CO_2 en la alimentación al lecho de tratamiento previo, permitiendo así la reducción en las dimensiones de dicho lecho y aumentando también la eficacia de la recuperación de O_2 y N_2 .

3. Desorción : El lecho saturado de nitrógeno se evacúa a continuación y se desorbe así el nitrógeno de alta pureza, con inclusión de la mayor parte retenida en el adsorbente durante la fase de adsorción. Parte del gas desorbido se recupera como un producto de nitrógeno de elevada pureza para cualquier uso deseado, mientras que el resto se emplea como gas de limpieza de nitrógeno (fase 2) en un ciclo posterior. Se continúa la desorción de la columna de tratamiento previo hasta llegar a una presión final inferior a la de la columna de adsorción del nitrógeno.

4. Presaturación : Se interrumpe la evacuación cuando se alcanza la baja presión deseada en el lecho y se introduce en el mismo el gas producto rico en oxígeno para saturar el citado lecho y llevarlo prácticamente a la presión de adsorción deseada.

5. Se repite el reciclado a partir de la fase 1. Se emplean de preferencia por lo menos dos trenes de lechos adsorbentes comprendiendo cada tren un lecho de tratamiento previo y un lecho principal, operándose con los trenes en secuencia alterna cronizada, de modo que se puede pasar la carga de aire de uno a otro en períodos alternados.

La figura única del plano que se acompaña es un esquema de corriente ilustrativo de un sistema adaptado a la práctica de la invención.

El adsorbente selectivo de nitrógeno está contenido en dos columnas adsorbentes paralelas 10 y 11, accionadas alternativamente en secuencia cronizada. A la entrada de las columnas 10 y 11 respectivamente, están los lechos adsorbentes 12 y 13 que contienen adsorbente sólido efectivo en la separación del agua y del CO₂ procedentes de gas de entrada antes de su admisión a la columna 10 u 11.

El aire ambiental que se trata de fraccionar es suministrado por la conducción 15 a través del soplador 16 que descarga en el colector 17. La alimentación alternada de gas en el sistema adsorbente que comprende los lechos 12 y 10 constitutivos de un tren y en el que comprende los lechos 13 y 11, se realiza abriendo y cerrando las válvulas 18 y 19 en secuencia cronizada para suministrar el aire entrante al lecho 12 por la conducción 20 durante un período fijo con la válvula 18 abierta, tras de lo cual se cierra la válvula 18 y se abre la válvula 19 para suministrar el aire de entrada a los lechos 13 y 11 por la conducción 21.

Durante el período de corriente avanzante o soplo de aire, mientras el aire que contiene humedad y CO₂ está siendo abastecido al lecho de tratamiento previo 12 por la válvula abierta 18, la válvula 22 de la conducción entre el citado lecho y el lecho 10, está abierta. Se eliminan selectivamente la humedad y el CO₂ por medio del adsorbente del lecho 12 y el aire, así desecado y libre de estos contaminantes pasa entonces al lecho 10 que contiene un adsorbente selectivo en la adsorción de nitrógeno, permitiendo que el gas enriquecido en oxígeno atraviese el mismo para descargar en la conducción 23, estando abierta la válvula 24 y cerrada la válvula 25.

La conducción 23 desemboca en la conducción de descarga 26, que comunica con una cámara expandible 27 en la cual se recoge el gas rico en oxígeno y se almacena el mismo temporalmente y desde la cual se extrae mediante una bomba 28 y la conducción 29 para su almacenamiento, empleo o ulterior proceso.

El período de corriente activa del aire así descrita se continúa durante un tiempo en relación con la capacidad de adsorción de nitrógeno por el lecho 10; es decir, el tiempo mínimo en que empiece el frente de nitrógeno a romper a través del extremo de descarga del lecho 10 y según sea la calidad deseada del producto enriquecido en oxígeno. El lecho de tratamiento previo está dimensionado de manera que durante el flujo de aire avanzante, tenga el lecho una capacidad adsorbente suficiente para recoger y mantener el contenido en humedad y CO_2 del aire entrante, a fin de que los mismos no entren en el lecho 10.

Durante este período, mientras los lechos 10 y 12 se encuentran en la corriente de aire, se están evacuando los lechos 11 y 13. Esto se realiza por la conducción 21, estando cerrada la válvula 19, y estando abierta la válvula 32 entre los lechos 11 y 13. El nitrógeno anteriormente adsorbido en el lecho 11 se desorbe ahora en dirección de flujo contraria a la corriente inicial de aire suministrado al citado lecho, y en la forma de realización representada en el plano adjunto sube a través del lecho 11, y por la válvula abierta 32, hasta el lecho 13, y de aquí a la conducción 21.

Las líneas paralelas 20 y 21 comunican cada una de ellas con una conducción común de descarga del nitrógeno 33, respectivamente a través de las válvulas 34 y 35. Las conduc-

ciones 20 y 21 comunican también con una conducción común de suministro de nitrógeno 36, respectivamente por las válvulas 37 y 38. Estando abierta la válvula 35 y cerradas las válvulas 19, 38, 34 y 37, durante la evacuación de los lechos 11 y 13, el nitrógeno desorbente pasa por la válvula abierta 35 a la conducción de descarga 33 bajo la succión de la bomba de vacío 40 y descarga en la cámara 41 expandible para el almacenamiento de nitrógeno.

Se continúa de igual manera la evacuación de los lechos 11 y 13, durante el inmediato período en la serie de operaciones, mientras se lavan los lechos 12 y 10 con nitrógeno a la terminación de la corriente de aire a los mismos. Se efectúa la limpieza por nitrógeno de los lechos 12 y 10 en la misma dirección de flujo de gas que la de la corriente de aire. Se retira el nitrógeno de la cámara 41 donde está almacenado por extracción mediante la bomba 42 y se hace pasar por la conducción 36 a través de la válvula abierta 37 y de la conducción 20, al lecho 12. Durante esta fase, naturalmente, permanecen cerradas las válvulas 18, 19, 34 y 38. El nitrógeno limpiador abastecido pasa del lecho 12 por la válvula abierta 22, al lecho 10. En el extremo de descarga del lecho 10, estando cerrada la válvula 24, el gas limpiador fluye por la válvula ahora abierta 25 y por la conducción 44, hasta la cámara colectora del gas de limpieza, 45. Durante este período, mientras se limpian los lechos 12 y 10 con nitrógeno, los lechos 11 y 13 continúan siendo evacuados como ya se ha descrito.

En la etapa siguiente de la serie, mientras se continúan limpiando los lechos 12 y 10 con nitrógeno y se continúa la evacuación del lecho 13, se somete el lecho 11 a

limpieza o a nueva presurización con gas rico en oxígeno.

5 Esto se realiza cerrando ahora la válvula 32 para interrumpir la comunicación de corriente de gas entre los lechos 11 y 13, y abriendo la válvula 46 en la conducción 47, en el extremo de descarga de oxígeno del lecho 11. El gas rico en oxígeno procedente de la cámara 27 fluye así al lecho anteriormente evacuado 11 y pone al citado lecho nuevamente a la presión deseada de funcionamiento para el subsiguiente paso de corriente de aire avanzante.

10 En la siguiente etapa de la serie termina la limpieza por nitrógeno de los lechos 12 y 10 y estos lechos quedan sometidos a evacuación; también en esta fase se abre el lecho 13 al flujo de gas rico en oxígeno procedente de la cámara 27 a través del lecho 11, conseguido mediante la apertura ahora
15 de la válvula 32 y el cierre de la válvula 35, mientras que la válvula 46 permanece abierta. Se efectúa la evacuación de los lechos 10 y 12, según descrito anteriormente en una etapa previa de la serie aplicada a los lechos 11 y 13. Así, cerradas las válvulas 24 y 25, el gas nitrógeno anteriormente
20 absorbido del lecho 10, se desorbe por succión y es retirado al interior del lecho 12 y, desde aquí, por la conducción 20 y la válvula abierta 34, pasa a la conducción 33 de descarga de nitrógeno y a la cámara 41, bajo la influencia de la bomba de vacío 40.

25 Se continúa la evacuación de los lechos 10 y 12 en la forma descrita durante los dos periodos inmediatos, mientras se efectúan ciertos cambios funcionales sucesivamente en los lechos 11 y 13. Habiéndose lavado los lechos 11 y 13 o habiéndose puesto los mismos nuevamente bajo presión por medio
30 del flujo del gas rico en oxígeno a dichos lechos, desde la

cámara 27, estos lechos estarán ahora dispuestos a recibir la carga de aire que se trata de fraccionar. Así pues, mientras se están todavía evacuando los lechos 12 y 10, se dirige la corriente de aire ambiental procedente del colector 17 por la conducción 21 y la válvula abierta 19 al lecho 13, permaneciendo cerradas las válvulas 35 y 38. Se elimina la humedad y el CO_2 del aire entrante en el lecho 13, y el aire así desecado y previamente depurado, fluye por la válvula abierta 32 al interior del lecho 11, donde se adsorbe selectivamente con nitrógeno y el aire enriquecido en oxígeno así obtenido se descarga del lecho 11 a la conducción 47, desde donde fluye por la válvula abierta 46 y la conducción 26 hasta la cámara 27. Durante este período también, se retira el gas de la cámara 45 por la conducción 50 y se carga por la abertura de admisión de la bomba 16 uniéndose al aire ambiental de alimentación allí abastecido por la conducción 15. El aire de alimentación así diluido por el gas reciclado procedente de la cámara 45, que está exento de humedad y de CO_2 , reduce la carga situada sobre los lechos 12 y 13, por su parte.

Al interrumpirse la corriente de aire a los lechos 13 y 11, la válvula 19 estará cerrada y abierta la válvula 38, para permitir que fluya el gas de nitrógeno limpiador hasta el lecho 13, siendo bombeado desde la cámara 41 por la conducción 36. El gas nitrógeno pasa del lecho 13 a través de la válvula abierta 32 al interior del lecho 11 y es descargado por la conducción 47. Durante este tiempo, la válvula 46 está cerrada y la válvula 51 abierta, para permitir que fluya el nitrógeno descargado a la cámara 45 por la conducción 44.

La siguiente fase de la serie, mientras los lechos 13 y 11 siguen siendo limpiados por el nitrógeno, comprende

el cierre de la válvula 22, por lo que continúa sola la evacuación del lecho 12, mientras que el lecho 10 estará ahora sometido al lavado o nueva puesta bajo presión con el gas rico en oxígeno procedente de la cámara 27 por las conducciones 26 y 23 a través de la válvula abierta 24.

5 Tras de cumplirse esta nueva presurización del lecho 10 y la evacuación completa del lecho 12, vuelve a abrirse la válvula 22 para permitir que fluya el gas rico en oxígeno al interior del lecho 12, a fin de poner al mismo a la presión deseada de funcionamiento en corriente. Esta nueva puesta

10 bajo presión del lecho 12 constituye la última fase de la serie, tras de la cual se reanuda el abastecimiento de aire ambiental en corriente avanzante desde la conducción 15 junto con el gas reciclado desde la cámara 45, para repetir

15 el ciclo de operaciones ya descritas. Durante esta última etapa de la serie, se ponen los lechos 11 y 13 en situación de evacuación, cerrando las válvulas 34, 51 y 38 y abriendo la válvula 35, con lo que se efectúa la desorción de los lechos 11 y 13, por la conducción 33, succionando mediante

20 la bomba 40 hasta la cámara 41. La cámara 41 está provista de una conducción de descarga 55 por la que se puede retirar el nitrógeno de alta pureza de dicha cámara, para el uso deseado.

En la forma de realización ilustrada, dos lechos principales de adsorbente, en paralelo, provisto cada uno de

25 ellos de un lecho de tratamiento previo, actúan en una secuencia determinada en la que cada lecho principal pasa en serie por corriente de aire, limpieza por nitrógeno y desorción del nitrógeno por evacuación, a lo que sigue la nueva

30 presurización con gas rico en oxígeno. En tal sistema existen

períodos de tiempo durante los cuales ninguno de los lechos principales está recibiendo aire ambiental. Durante los períodos en que ambas válvulas 18 y 19 están cerradas, se puede permitir que la bomba 16 esté ociosa, cerrando temporalmente el suministro de aire a la misma mediante el cierre de la válvula 52 de la conducción 15. Si se desea, se pueden emplear más de 2 trenes paralelos de columnas para mantener la continuidad del funcionamiento de la corriente de aire.

La siguiente Tabla I ilustra un programa de tiempo para las diversas fases en la serie de operaciones basadas en una forma de realización que emplea un ciclo sugerido de ocho minutos, y se indica en ella las posiciones de la válvula durante la secuencia. Quede entendido, no obstante, que el ciclo de ocho minutos descrito es meramente ilustrativo y que en la práctica de la invención se pueden emplear otros ciclos de tiempo.

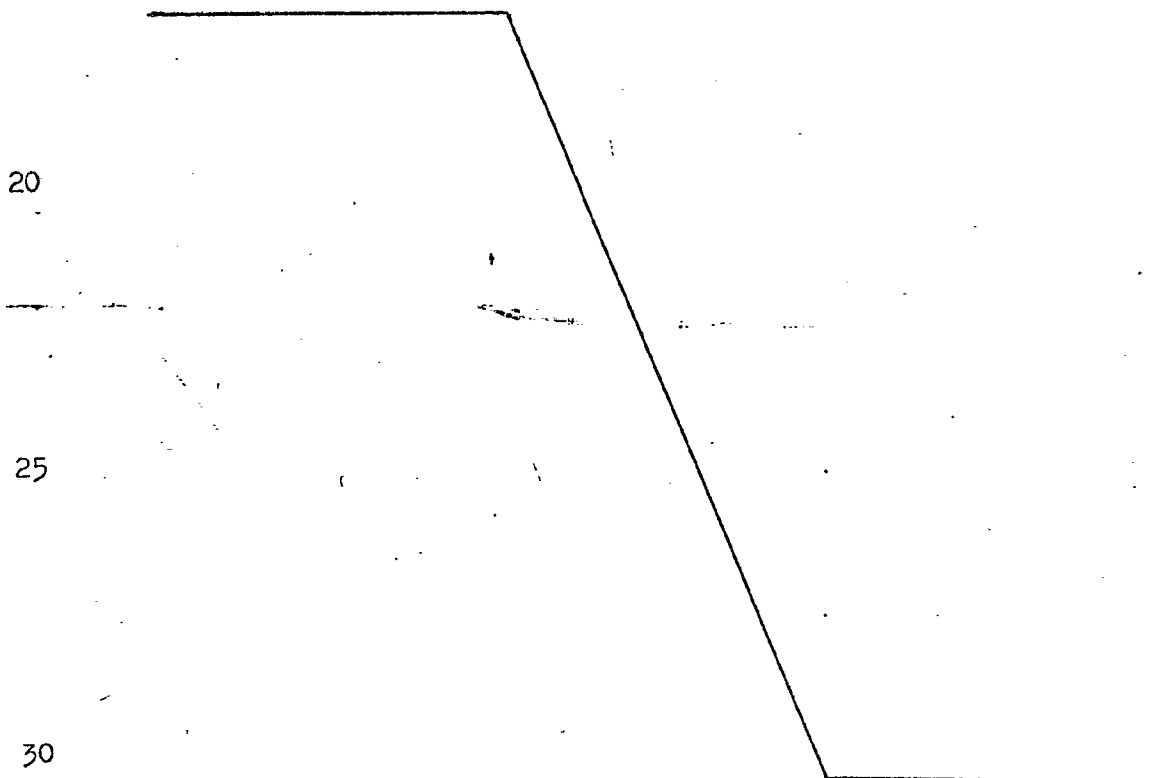


TABLA 1

Tiempo (segs.)	Operaciones			Posiciones válvula															
	Lechos de tratamiento	Lechos principales	previo	12	13	10	11	18	19	22	22	24	46	24	25	25	51	27	28
0-10	Evac.	Lavado N ₂	Lavado O ₂	Lavado N ₂	Lavado O ₂	Lavado N ₂	Lavado N ₂	C	C	C	A	A	C	A	C	C	A	C	A
10-60	Lavado O ₂	Evac.	Lavado O ₂	Evac.	Lavado O ₂	Evac.	Evac.	C	C	A	A	A	C	C	A	C	C	C	C
60-150	Corriente aire	Evac.	Corriente aire	Evac.	Corriente aire	Evac.	Evac.	A	C	A	A	A	C	C	A	C	C	C	C
150-240	Lavado N ₂	Evac.	Lavado N ₂	Evac.	Lavado N ₂	Evac.	Evac.	C	C	A	A	C	C	C	A	A	C	A	C
240-250	Lavado N ₂	Evac.	Lavado N ₂	Evac.	Lavado N ₂	Lavado O ₂	Lavado O ₂	C	C	A	A	C	A	A	C	C	C	C	C
250-300	Evac.	Lavado O ₂	Evac.	Lavado O ₂	Evac.	Lavado O ₂	Lavado O ₂	C	A	A	A	C	A	A	C	C	C	C	C
300-390	Evac.	Corriente aire	Evac.	Corriente aire	Evac.	Corriente aire	Corriente aire	C	C	A	A	C	C	A	C	C	A	C	A
390-480	Evac.	Lavado N ₂	Evac.	Lavado N ₂	Evac.	Lavado N ₂	Lavado N ₂	C	C	A	A	C	C	A	C	C	A	C	A

TABLA 1

Tiempo (segs.)	Operaciones			Lechos principales	
	Lechos de tratamiento			10	11
	12	previo	13		
0-10	Evac.	Lavado N ₂	Lavado N ₂	Lavado O ₂	Lavado N ₂
10-60	Lavado O ₂	Evac.	Evac.	Lavado O ₂	Evac.
60-150	Corriente aire	Evac.	Evac.	Corriente aire	Evac.
150-240	Lavado N ₂	Evac.	Evac.	Lavado N ₂	Evac.
240-250	Lavado N ₂	Evac.	Evac.	Lavado N ₂	Lavado O ₂
250-300	Evac.	Lavado O ₂	Evac.	Evac.	Lavado O ₂
300-390	Evac.	Corriente aire	Evac.	Evac.	Corriente aire
390-480	Evac.	Lavado N ₂	Evac.	Evac.	Lavado N ₂

En los lechos de tratamiento previo 12 y 13 se puede emplear cualquier adsorbente sólido o mezcla física de adsorbentes adecuados para conservar la humedad y el CO_2 , tales como gel de sílice, alúmina, carbono activado o un tamiz molecular zeolítico de origen natural o sintético, tal como mordenita o un tamiz molecular 5A o 13X. En los lechos adsorbentes principales 10 y 11, el adsorbente puede ser cualquier material molecular de tamizado que tenga una afinidad preferencial en cuanto a la adsorción del nitrógeno en su mezcla con el oxígeno bajo las condiciones del proceso empleadas. A tal fin, se pueden utilizar adsorbentes comerciales conocidos tales como un tamiz molecular 5A (zeolita cálcica A) o una mordenita sintética que tenga aberturas de poro de aproximadamente 5 a 10 Angstroms, de preferencia Norton Zeolon 900-Na, que se entiende presenta aberturas de poro de aproximadamente 7 Angstroms.

Aun cuando no queda restringido a ello, se prefiere operar en cuanto a la corriente de aire a una presión ligeramente por encima de la atmosférica suficiente para ajustarse a la caída de presión a través de los lechos adsorbentes, las válvulas y las conducciones del sistema. En la desorción por vacío de los lechos principales 10 y 11, se ponen los mismos a una presión intermedia de, preferentemente 30 a 100 Torr. La desorción final por vacío de los lechos de tratamiento previo 12 y 13, se efectúa de preferencia a una presión final del orden de los 10 a los 50 Torr. El nivel seleccionado de vacío utilizado en los lechos adsorbentes principales dependerá de la deseada pureza de los productos gaseosos recuperados. Naturalmente, en el grado máximo de pureza se produce un correspondiente sacrificio

5 en cuanto a la cantidad producida. La presión final o presión más baja conseguida por la posterior evacuación de los lechos de tratamiento previo sólo queda dictada por la presión de vapor de equilibrio del agua sobre el adsorbente elegido para la extracción de agua y CO_2 . Sin embargo, en todos los casos, la presión final alcanzada en la desorción de los lechos adsorbentes de agua- CO_2 será sensiblemente menor que la presión final en los lechos adsorbedores de nitrógeno.

10 La forma de realización representada se basa en un sistema práctico en el que se emplean dos trenes paralelos de adsorbedores utilizados en un plan programado de tiempo de medio ciclo fuera de fase. Esto asegura un flujo continuo de gas producto y una eficaz utilización del equipo manipulador del gas. En algunos casos se puede encontrar deseable el empleo de un plan de tiempo basado en tres o más trenes paralelos de adsorbedores en secuencia de tiempo apropiada. Los cambios de válvulas durante el ciclo de operaciones en tales modificaciones se programan del modo bien conocido y se llevan a efecto automáticamente bajo el control de un dispositivo cronizador de ciclo.

Ejemplo 1

25 Se llevaron a cabo una serie de pruebas experimentales empleando la secuencia operativa conforme a la invención en un ciclo de 480 segundos, como sigue:

Corriente de aire	93 segundos
Limpieza por N_2	92,5 "
Evacuación	236,0 "
Limpieza por O_2	58,5

30 El lecho principal contenía 1,28 kg. de Norton

Zeolon 900-Na como adsorbente, en forma de gránulos de
1/6 de pulgada (4,23 mm) y el lecho de tratamiento previo
contenía 0,338 kg. de un adsorbente de tamiz molecular de
de 13X. El gas efluente durante la operación de limpieza se
5 recogió en un receptor correspondiente a 45 en el plano ad-
junto y se recicló para pasar al aire fresco alimentado en
las proporciones que aparecen en la siguiente Tabla 2, que
resume los resultados de las pruebas típicas en las horas
indicadas de funcionamiento. Se ha dispuesto la tabla en
10 orden ascendente de grado de alimentación de aire nuevo.

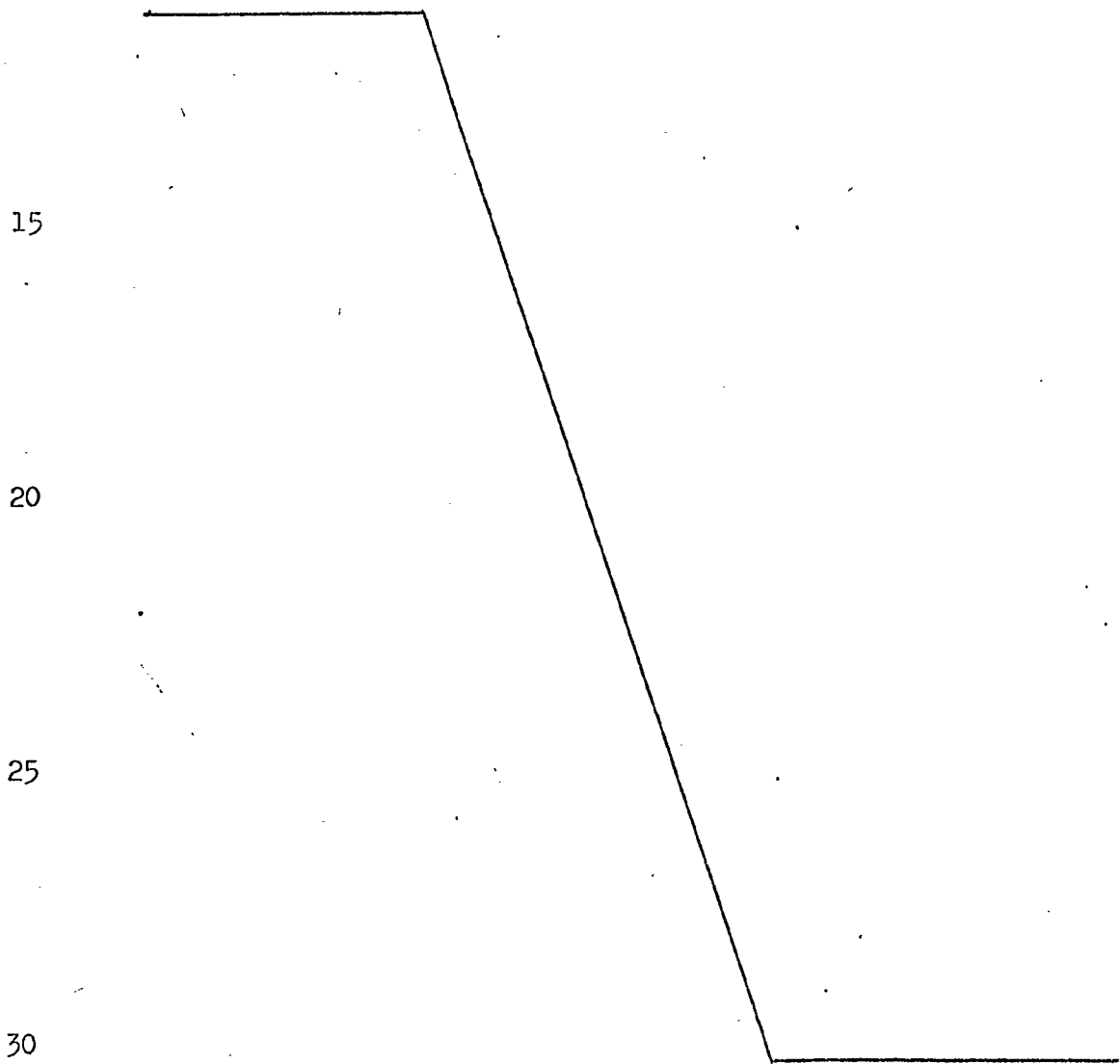


TABLA 2

Realimen- tación	Reciclado		Presión final		Producto O ₂		Producto K ₂		Horas de funcionamiento
	l/kg/ciclo	% O ₂	Lecho prin- cipal	Lecho trata- do previamente	l/kg/ciclo	% O ₂	l/kg/ciclo	% N ₂	
8,80	6,60	23,8	61,5	15,3	1,92	90,1	6,88	99,9	189
8,83	6,52	23,0	66,5	16,5	2,08	87,9	6,75	99,8	429
9,21	6,69	21,2	67,8	15,0	2,38	84,2	6,83	99,8	285
9,21	6,70	22,5	67,5	14,0	2,60	79,6	6,71	99,7	717
9,52	6,72	22,0	67,0	14,0	2,67	78,3	6,85	99,8	693

5

10

TABLA 2

Realimen- tación	Reciclado		Presión final		Pro
	l/kg/ciclo	% O ₂	Torr	l/kg/c	
	l/kg/ciclo	% O ₂	Lecho prin- cipal	Lecho trata- do previamente	l/kg/c
5	8,80	23,8	61,5	15,3	1,5
	8,83	23,0	66,5	16,5	2,0
	9,21	21,2	67,8	15,0	2,3
	9,31	22,5	67,5	14,0	2,6
10	9,52	22,0	67,0	14,0	2,6

Producto O ₂		Producto N ₂		Horas de funcionamiento
kg/ciclo	% O ₂	l/kg/ciclo	% N ₂	
1,92	90,1	6,88	99,9	189
2,08	87,9	6,75	99,8	429
2,38	84,2	6,83	99,8	285
2,60	79,6	6,71	99,7	717
2,67	78,3	6,85	99,8	693

La Tabla anterior es un ejemplo de como se logra un funcionamiento uniforme y representa un período de tiempo sustancial de funcionamiento continuo. Los datos representan la función de la unidad de laboratorio para la producción de por lo menos 99,7 % de N₂ en el producto rico en N₂ y la variación en la cantidad del producto rico en O₂ a niveles de pureza en O₂ diferentes escogidos. Como puede verse, la recuperación tanto de O₂ como N₂ del aire de suministro fue de más del 95 % del máximo teóricamente disponible.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes

REIVINDICACIONES

1. Un método para la producción de nitrógeno de alta pureza a partir de aire contentivo de vapor de agua y de dióxido de carbono, que comprende:

(1) durante un periodo de corriente avanzante,

(a) introducir aire ambiental en un primer lecho de adsorbente efectivo en la adsorción de dicho vapor de agua y de dicho dióxido de carbono;

(b) descargar el efluente gaseoso no adsorbido del citado lecho adsorbente en un segundo lecho adsorbente en serie con el mismo y contentivo de un adsorbente selectivo en la retención de nitrógeno, por oposición al oxígeno;

(c) extraer continuamente durante el citado periodo del paso de la corriente, del citado segundo lecho, una primera corriente de efluente gaseoso que posee una concentración de oxígeno más alta que la corriente de aire cargada al citado lecho;

- (d) recoger el mencionado primer efluente gaseoso en un depósito receptor expandible;
- 5 (2) Interrumpir la introducción de la carga en dicho primer lecho de absorbente e iniciar la eliminación de los gases contenidos de los citados primero y segundo lechos mediante
- (e) limpieza primeramente de los citados lechos con un gas nitrógeno de alta pureza introducido en el primer lecho citado, que se hace fluir a través del mencionado lecho hasta el segundo lecho y a través del mismo, en un grado tal y durante un período de tiempo tal, suficientes para efectuar la eliminación del aire inútil de ambos lechos y detener el paso del agua adsorbida desde el primer lecho citado; al tiempo que se recoge el gas de limpieza efluente del citado segundo lecho en un depósito receptor separado de aquel en el que ha sido recogido el primer efluente mencionado;
- 10
- (f) interrumpir la introducción de dicho gas de limpieza en el primer lecho mencionado y su paso al segundo lecho citado;
- 15
- (g) reducir la presión en el extremo de admisión de aire del primer lecho mencionado mientras se mantiene la comunicación gaseosa entre el primero y el segundo lechos citados, induciendo así la desorción del vapor de agua y del dióxido de carbono del citado primer lecho y la desorción del nitrógeno del segundo lecho citado;
- 20
- (h) recoger los gases desorbidos ricos en nitrógeno en un depósito expandible, parte de cuyos gases re-
- 25
- 30

cogidos de dicho depósito se emplea como gas
limpiador en la fase (e);

5 (i) interrumpir la comunicación gaseosa entre el citado
segundo lecho y el citado primer lecho, mientras se
continúa la retirada de gas solamente desde el men-
cionado primer lecho hasta un nivel de presión
más reducido;

10 (j) durante la citada extracción continuada de gas del
primer lecho mencionado, introducir en el citado se-
gundo lecho una porción del primer efluente rico en
oxígeno procedente de la fase (d), restaurando con
ello el segundo lecho citado hasta prácticamente
su presión inicial en corriente avanzante;

15 (k) interrumpir a continuación la extracción del gas
del citado primer lecho y restaurar la comunicación
de flujo de gas entre dicho segundo lecho y dicho
primer lecho, para permitir que fluya el gas con-
tenido a presión desde el citado segundo lecho hasta
el primer lecho mencionado, a fin de hacer pasar
20 este primer lecho prácticamente a su presión de co-
rriente;

(l) cuando el citado primer lecho ha alcanzado prác-
ticamente su presión de corriente, iniciar nuevamen-
te otro ciclo en la secuencia o serie expuesta, con
un período de corriente que empezará con la fase (a).
25

2. El método según la reivindicación 1, en el
que por lo menos una parte del gas limpiador efluente de la
fase (e) se recicla para su adición al aire ambiental de ali-
mentación introducido en el lecho adsorbente en la fase (a).

30 3. El método según las reivindicaciones preceden-

tes en el que el periodo de paso de corriente se lleva a efecto prácticamente a la presión atmosférica.

5 4. El método según la reivindicación 3 en el que durante dicha desorción de gas desde el citado segundo lecho en la fase (g), el nivel de presión en el mencionado lecho baja a aproximadamente a aproximadamente 30-100 Torr.

10 5. El método según la reivindicación 4 en el que se continúa la desorción de gas procedente del primer lecho mencionado en la fase (i) hasta un nivel final de presión reducida de 10-50 Torr.

6. El método según la reivindicación 3 en el que se continúa la desorción de gas procedente del primer lecho indicado, en la fase (i), hasta un nivel final de presión reducida de 10-50 Torr.

15 7. El método según las reivindicaciones anteriores en el que el ciclo definido de operaciones se lleva a efecto en paralelo en por lo menos dos trenes de tales primero y segundo lechos, conectados en serie, en secuencia de tiempo compensada, con lo que durante la extracción de gas de un primer lecho de uno de los trenes, el primer lecho de otro tren paralelo pasa por las fases sucesivas de nueva presurización (k), introducción de aire ambiente (a), y limpieza con nitrógeno (e).

25 8. El método según las reivindicaciones precedentes en el que el ciclo definido de operaciones se lleva a efecto en secuencia de tiempo compensada, en paralelo en dos trenes similares de lechos adsorbentes, cada uno de los cuales posee un primer lecho y un segundo lecho en serie, con lo que durante la extracción del gas a una presión reducida desde el segundo lecho de uno de tales trenes, el segundo

30

lecho del tren paralelo queda sometido a la secuencia de nueva presurización (k), introducción de aire ambiental (a) y limpieza con nitrógeno (e).

5 9. El método según las reivindicaciones precedentes para la recuperación por separado de nitrógeno de alta pureza y de una corriente de un producto contentivo de oxígeno enriquecido, y en el que el aire atmosférico citado se trata previamente mediante contacto con un lecho adsorbente efectivo en extraer el vapor de agua y el CO₂

10 contenidos en dicho aire atmosférico, método que comprende la introducción de aire atmosférico en una secuencia alterna dentro de un primer tren adsorbente que comprende una secuencia de lecho de tratamiento previo y un lecho fraccionador del aire, y un segundo tren adsorbente similar que

15 comprende en secuencia un lecho de tratamiento previo y un lecho fraccionador del aire, conteniendo cada uno de dichos lechos fraccionadores de aire una zeolita de tamiz molecular efectiva en la adsorción selectiva del nitrógeno procedente del aire, siendo accionados dichos trenes adsorbentes en una secuencia de tiempo tal que los respectivos

20 lechos pasan simultáneamente durante períodos de tiempo sucesivos por las operaciones siguientes:

(1) flujo de aire atmosférico a través de dicho primer tren y recogida del efluente no adsorbido mientras se evacúa

25 el citado segundo tren hasta una presión intermedia;

(2) limpieza de dicho primer tren con un gas producto constituido por nitrógeno de alta pureza, mientras se continúa dicha evacuación del segundo tren;

(3) mientras se continúa dicha limpieza del primer tren,

30 terminación de la evacuación del lecho fraccionador de aire

del segundo tren citado e iniciación de la nueva presurización del citado lecho con gas rico en oxígeno, mientras se continúa la evacuación del lecho de tratamiento previo del citado segundo tren hasta un nivel de presión inferior;

5 (4) terminación de la limpieza por nitrógeno del citado primer tren, y sometimiento de dicho tren a la evacuación, durante cuyo período se establece la comunicación de corriente entre los lechos de la citada segunda serie para permitir el flujo del gas de nueva presurización, rico en

10 oxígeno, procedente del lecho adsorbente de nitrógeno hasta el lecho de tratamiento previo del segundo tren;

(5) durante la evacuación continuada del primer tren citado, iniciación de la corriente de aire atmosférico a través de dicho segundo tren y recogida del efluente no adsorbido;

15 (6) durante la posterior evacuación continuada de dicho primer tren, interrupción de la introducción de aire a dicho segundo tren y limpieza de este segundo tren con el gas producto, de nitrógeno de alta pureza;

(7) mientras se continúa la citada limpieza del segundo tren

20 con gas nitrógeno, interrupción de la comunicación de flujo de gas entre el lecho de tratamiento previo y el lecho adsorbente de nitrógeno de dicho primer tren, y nueva presurización de este último con gas rico en oxígeno mientras se continúa la evacuación del lecho de tratamiento previo del

25 indicado primer tren hasta un nivel de presión inferior;

(8) a continuación, restablecimiento de la comunicación gaseosa entre los lechos de dicho primer tren, para permitir que fluya el gas de nueva presurización del lecho adsorbente de nitrógeno al lecho de tratamiento previo de dicho tren,

30 mientras se interrumpe la limpieza por nitrógeno del segundo

tren citado y se inicia la evacuación de ese tren;
(9) y a continuación, repetición de la serie antedicha de
operaciones, empezando por la (1).

5 10. El método según la reivindicación 9, en el
que el gas de nueva presurización empleado en las opera-
ciones (3) y (7) citadas comprende parte del efluente no
adsorbido recogido en las operaciones (1) y (5) citadas.

10 11. El método según la reivindicación 9 en el
que el gas de limpieza empleado en las fases 2 y 6 citadas
de limpieza por nitrógeno, comprende parte del gas evacuado
y recogido.

12. Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita
UN METODO PARA LA PRODUCCION DE NITROGENO DE ALTA PUREZA.

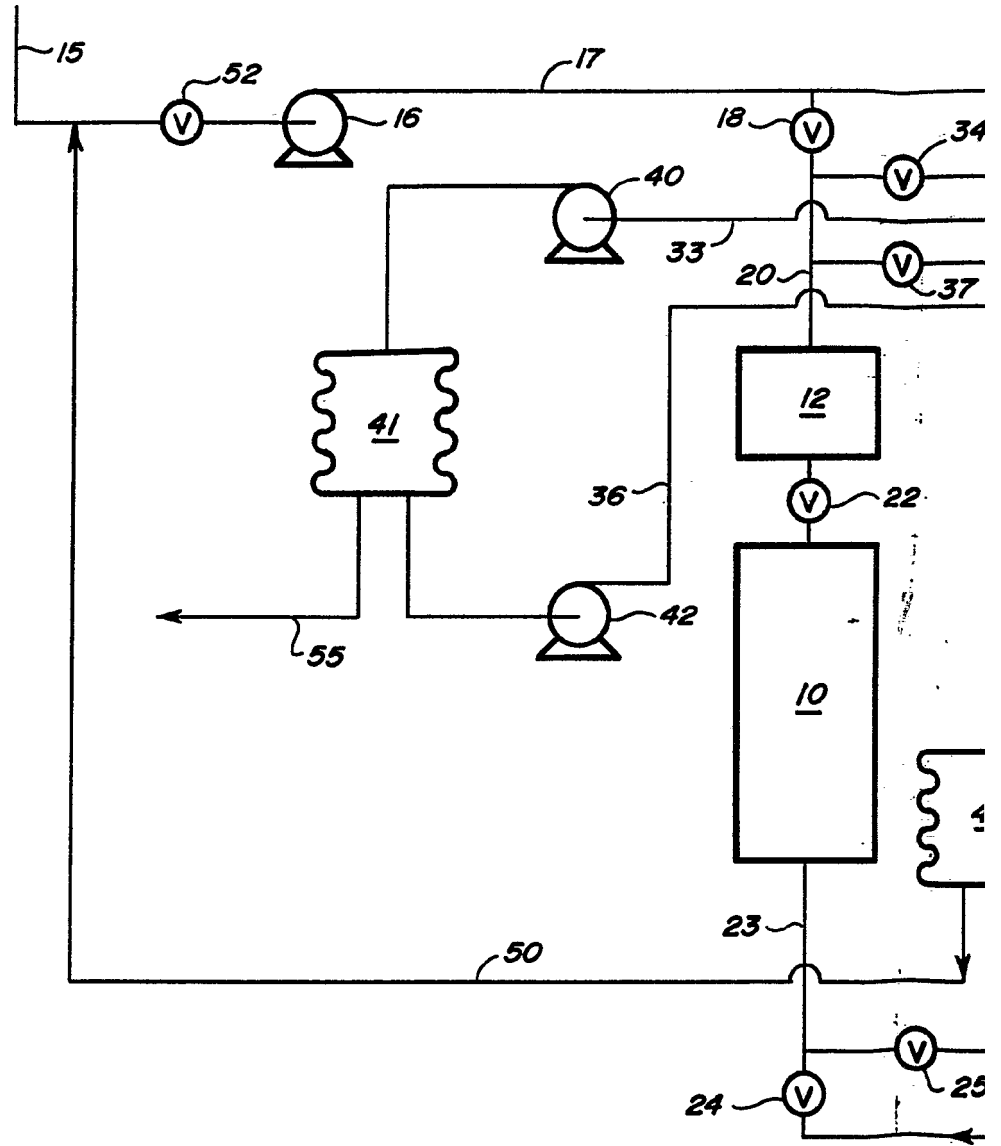
15 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente memoria descriptiva que consta de veinticuatro pa-
ginas mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

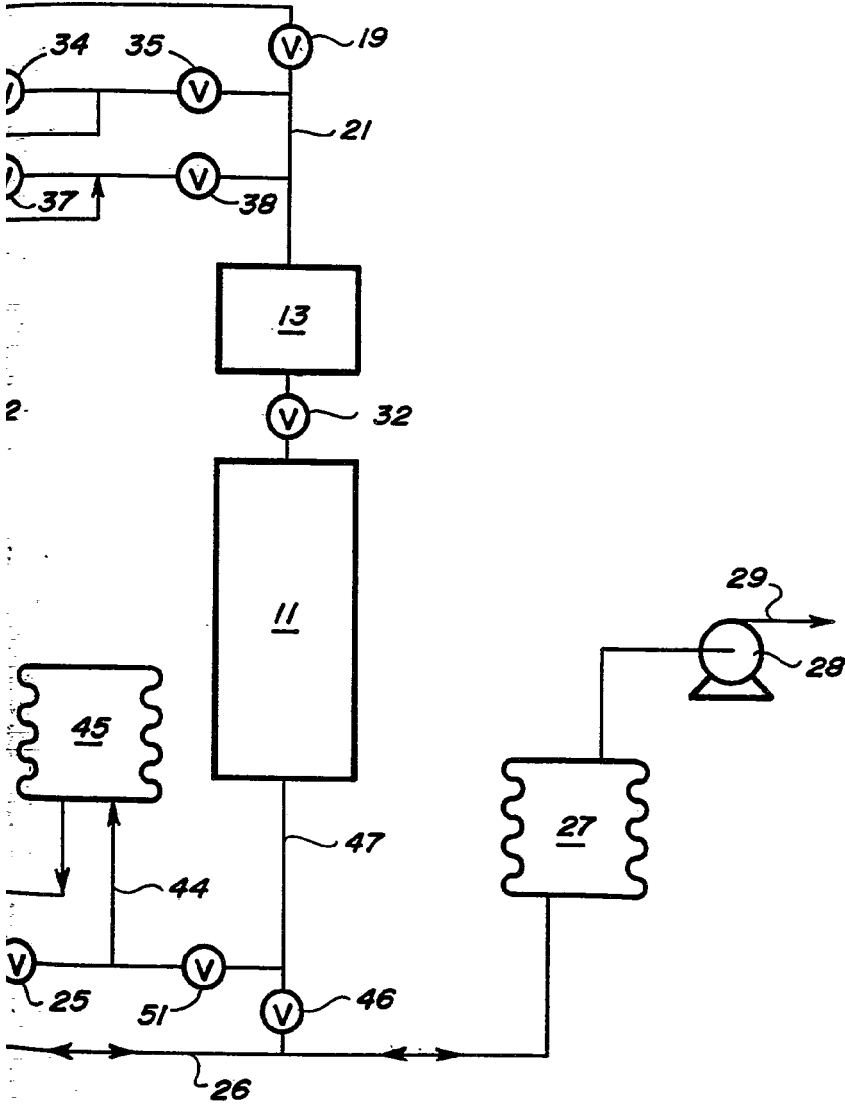
Madrid, 25 Marzo 1.976
BERNARDO UNGRIA
P.P.

20

25

30





ESCALA VARIABLE
Madrid, 25 Marzo 1.976
BERNARDO UNGRIA
p.p.