

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA  
Registro de la Propiedad Industrial

20 JUN 1978

ES

11

21

NUMERO

465.332

A1

22

FECHA DE PRESENTACION

22-12-77



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

**PATENTE DE INVENCION**

465.332 A1 780916 B01D 53/02

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
53713/76	23-12-76	Gran Bretaña

47 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--------------------------------	--------------------------------------

24 TITULO DE LA INVENCION
"UN PROCEDIMIENTO Y UN APARATO PERFECCIONADOS PARA AUMENTAR LA PROPORCION DE UN GAS SELECCIONADO EN UNA MEZCLA GASEOSA"

71 SOLICITANTE (ES)
BOC LIMITED Case 7663

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Hammersmith House, Londres W6 9DX, Inglaterra

72 INVENTOR (ES)
John Walter Armond y Devasihamani Jeyasekaran Gnanadoss Sebastian

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
D. FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ (P.- 67.782)

CAMPO DE LA INVENCION

Esta invención se refiere a la separación de mezclas gaseosas, y, más especialmente, a tal separación usando un material que adsorbe más fácilmente uno o más componentes de la mezcla que otro u otros componentes de la mezcla, en un procedimiento denominado de adsorción oscilante a presión.

FUNDAMENTO Y SUMARIO DE LA INVENCION

En un medio de trabajo normal, las instalaciones de adsorción oscilante a presión (AOP) se encuentran sometidas frecuentemente a una temperatura ambiente que fluctúa. Durante la operación, la temperatura del lecho de adsorbente sigue la temperatura ambiente que fluctúa, habitualmente con un retardo de tiempo. No obstante, a medida que la temperatura del lecho se altera, su capacidad de adsorción se altera asimismo. Cuando la temperatura desciende, la capacidad de adsorción de un lecho aumenta de modo que puede efectuarse la purificación de una mayor cantidad de mezcla gaseosa antes de que se sature y requiera regeneración. Por consiguiente, una mayor cantidad de gas ha de ser separado del lecho durante la etapa de regeneración del vacío del ciclo de AOP con objeto de alcanzar un nivel dado de vacío y éste ocupa un tiempo de evacuación mayor al usar una bomba de vacío de una capacidad dada, en comparación con una operación a temperatura superior a la ambiente. Por otra parte, cuando la temperatura ambiente aumenta la capacidad de adsorción de un lecho disminuye y por consiguiente una cantidad más pequeña de gas es retenida en el lecho cuando está saturado. Por consiguiente, se necesita un tiempo de evacuación más corto con objeto de alcanzar el citado

nivel de vacío dado.

Un modo de controlar una instalación tal para operar bajo condiciones de temperatura en fluctuación, sería detectar el nivel de vacío en un lecho que se esté regenerando y usar una señal procedente de éste para desviar el proceso hacia la siguiente etapa del ciclo cuando se ha alcanzado un nivel de vacío previamente determinado, por ejemplo 150 torr. A medida que la temperatura del lecho desciende, más gas ha de ser evacuado para alcanzar el nivel de vacío previamente determinado y el tiempo de ciclo es, por consiguiente, más largo, y, al revés, a medida que la temperatura del lecho aumenta, menos gas ha de ser evacuado de modo que el tiempo de ciclo es más corto. No obstante, se ha encontrado que, cuando la temperatura aumenta, el efecto de separación del material adsorbente se reduce de modo que la pureza del gas obtenido como producto disminuye. Por consiguiente, este método de control no proporciona un flujo y una pureza de producto constantes, bajo condiciones variables de temperatura.

La invención reside en un procedimiento para aumentar la proporción de un gas seleccionado de una mezcla gaseosa, cuyo procedimiento comprende: repetir un ciclo de operación que incluye las etapas sucesivas de poner en contacto la mezcla con un lecho de material adsorbente que adsorbe preferentemente uno o más componentes de la mezcla, regenerar el lecho aplicando vacío a éste, y dejar que pase el lecho gas de calidad de producto, procedente de su extremo de salida (denominado en esta Memoria 'relleno'); en donde se detecta la presión en el lecho durante el relleno, se hace cesar el relleno cuando tal presión alcanza un nivel

previamente determinado y se controla la regeneración del lecho empleando un periodo de tiempo substancialmente constante.

La invención reside también en aparatos adaptados a llevar a cabo un procedimiento como se ha definido anteriormente.

Una ventaja de un procedimiento según la invención es que el flujo de salida y la pureza del gas producido pueden ser mantenidos substancialmente constantes, a lo largo de una zona de temperaturas ambiente.

Por ejemplo cuando la temperatura desciende el lecho adsorbe más gas de modo que existe potencialmente una cantidad aumentada de gas que ha de ser separada durante la evacuación. Cuando el tiempo de regeneración se mantiene constante, el vacío que se alcanza es más pequeño, por ejemplo 200 torr. frente a 150 torr. a temperatura ambiente normal, con el resultado de que el proceso de separación se hace menos eficiente y el rendimiento del producto de pureza requerida, expresado como tanto por ciento del gas cargado, tratado, disminuye. Sin embargo, cuando un lecho se evacúa mediante una bomba de vacío conectada a la salida del lecho, tal bomba hace pasar más gas, medido en condiciones normales, debido a que no se alcanza un vacío tan fuerte y su rendimiento horario medido en condiciones normales de presión y temperatura, es mayor. Así pues, mas carga global se trata a temperatura más baja pero se obtiene un rendimiento, en tanto por ciento de producto, más pequeño. Se ha encontrado que, en la práctica, el rendimiento y el volumen de carga de la mezcla gaseosa tratada están relacionados de tal modo que el flujo de salida y la pureza del gas producido

pueden permanecer substancialmente constantes a lo largo de una zona de temperaturas ambiente.

Otro factor que regula el éxito de una operación de una instalación de AOP, en la que el gas obtenido como producto es el componente (o componentes) que se adsorben con menos facilidad, es el uso de una etapa de relleno. Esta etapa tiene lugar entre la etapa de regeneración del vacío y la etapa de adsorción subsiguiente y comprende introducir en el lecho evacuado gas de calidad de producto, desde la salida del mismo. El fin de esta etapa es elevar la presión del lecho hasta un valor situado en la región de la presión de adsorción para proporcionar un amortiguador entre la entrada y la salida frente a los componentes de la mezcla gaseosa que pueden adsorberse con mayor facilidad al comienzo de la siguiente etapa de adsorción, evitando con ello el acceso directo de tales componentes al extremo de salida del lecho. En algunos casos también pueden establecerse condiciones cíclicas que permitan que las capas iniciales del lecho actúen como secador sin calor. Existe habitualmente un valor óptimo de la presión de relleno final que normalmente se determina empíricamente y que proporciona el rendimiento máximo de gas producido de la pureza requerida. Este valor es frecuentemente del orden de  $2/3$  a  $3/4$  de la presión de adsorción absoluta. Otra ventaja del relleno es que cualesquiera componentes residuales adsorbidos sobre el lecho son alejados de la región de la salida del lecho.

Debido a que la capacidad de un lecho de adsorción se altera con la temperatura, entonces la presión a la que un lecho debe rellenarse mediante una limitación fijada, en un tiempo determinado, también se altera con la tempera-

tura. No obstante, en el procedimiento según la invención, se permite que el tiempo para efectuar el relleno de un lecho se altere con la temperatura de modo que se alcanza la presión óptima después del relleno con independencia de las variaciones de temperatura. En un aparato según la invención se disponen en el lecho o en cada uno de los lechos un sensor de presión, tal como un presostato o un transductor para medir presiones. Tal dispositivo proporciona preferiblemente una señal que actúa un sistema de control para cerrar medios de válvula que controlan el relleno del lecho asociado cuando se alcanza en el lecho la presión óptima.

El procedimiento según la invención puede ser llevado a cabo en un aparato de adsorción de lechos múltiples, que se controla preferiblemente para producir un suministro substancialmente continuo de gas producido. Un aparato de dos lechos puede actuar sobre un ciclo para cada lecho que comprende una etapa de adsorción (es decir una etapa de admisión de una mezcla gaseosa), una etapa de regeneración del vacío, y una etapa de relleno, estando escalonados los lechos para que estén defasados 180° uno respecto al otro. El tiempo tomado por la etapa de adsorción puede ser igual de modo conveniente al tiempo disponible para la suma de las etapas de regeneración y relleno.

Un aparato de tres lechos puede actuar sobre un ciclo para cada lecho similar al del aparato de dos lechos, estando escalonados los ciclos para los lechos de modo que estén defasados 120° uno respecto a los otros. Sin embargo, una ventaja de un aparato de tres lechos es que la etapa de adsorción puede ser una etapa compuesta que comprenda, ade-

más de la carga de la mezcla gaseosa primaria, una carga de mezcla gaseosa ya parcialmente enriquecida con el gas producido, seleccionado, que se toma de uno de los otros lechos hacia el final de la etapa de adsorción en éste (denominado en esta Memoria 'gas de segunda separación') y que se carga al primer lecho antes de la admisión de la mezcla gaseosa primaria. Esto tiene el efecto de mejorar el rendimiento del proceso en producto. El tiempo tomado por la parte de admisión de la mezcla gaseosa primaria de la etapa de adsorción, puede ser igual, de modo conveniente, al tiempo tomado por la etapa de regeneración y el tiempo disponible para la suma de la etapa de relleno y la parte de admisión del gas de segunda separación de la etapa de adsorción.

En todo caso, el tiempo disponible para la etapa de relleno debe ser claramente suficiente para permitir que el relleno tenga lugar a lo largo del intervalo esperado de temperaturas ambiente. Por conveniencia tanto el tiempo del ciclo global como el tiempo de la etapa de regeneración permanecen constantes de modo que cuando el tiempo que tarda el relleno es menor que el tiempo total disponible para esa etapa (es decir cuando la temperatura que prevalece es superior a la temperatura mínima para la que el procedimiento es 'auto-regulador') puede haber un periodo de parada en el ciclo antes de que comience la siguiente etapa de adsorción. No obstante, si se desea, podría ser posible controlar el tiempo de ciclo global alterándole con la temperatura para reducir o eliminar de este modo cualquiera de tales periodos de parada.

#### BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

Una realización preferida de la invención será

descrita a continuación, a título de ejemplo, con referencia a los dibujos que se acompañan en los que:

La Figura 1 es una representación esquemática de una instalación de AOP de tres lechos para obtener un gas producido, rico en oxígeno, a partir de una carga de aire; y

La Figura 2 es un diagrama que ilustra la sucesión operatoria de los lechos adsorbentes de la instalación de la Figura 1.

#### DESCRIPCION DE LA REALIZACION PREFERIDA

Con referencia a la Figura 1, la instalación ilustrada comprende tres lechos 110, 111 y 210, llenos con un material adsorbente que es selectivo para el nitrógeno, por ejemplo un tamiz molecular de zeolita, preferiblemente de tipo 5A. Se proporcionan secciones de secado 112, 113 y 212, en los extremos de entrada de los lechos, y pueden contener, por ejemplo, gel de sílice, alúmina activada, sílice-alúmina, o un tamiz molecular de zeolita de tipo 5A u otra zeolita.

Se carga aire a los lechos adsorbentes a través del conducto 115 y los respectivos conductos con válvula 115, 117 y 216. El gas producido, rico en oxígeno, se retira de los lechos mediante un compresor 118 a través del conducto 119 y los respectivos conductos con válvula, 120, 121 y 200. El compresor 118 es una bomba capaz de producir un vacío moderado y al mismo tiempo comprimir el gas producido suministrado, a una presión superior a la atmosférica requerida. La regeneración de los lechos es proporcionada por una bomba de vacío 122 conectada a los lechos mediante un conducto 123 y los respectivos conductos con válvula 124,

125 y 214. Los lechos pueden rellenarse con gas de calidad producido, a través de un conducto 126, y los respectivos conductos con válvulas 127, 128 y 227. Se proporcionan controladores de presión P1, P2 y P3 para cerrar los respectivos conductos 127, 128 y 227 cuando se ha alcanzado en el lecho asociado la deseada presión de relleno. Puede cargarse gas de segunda separación a los lechos, a través de los respectivos conductos con válvulas 151, 152 y 150.

Los lechos se hacen funcionar bajo ciclos similares, cada uno de los cuales comprende las etapas sucesivas de admisión de aire, regeneración del vacío, relleno, y admisión de gas de segunda separación, estando escalados los ciclos para que estén defasados 120° uno respecto a otro, de modo que puede retirarse de la instalación una corriente de producto substancialmente continua. La regulación del tiempo de los ciclos viene ilustrada por la Figura 2. Se observa que el tiempo que tarda la etapa de admisión de aire de cada ciclo es el mismo que tarda la etapa de regeneración del vacío y el mismo que el disponible para la suma de las etapas de relleno y de admisión del gas de segunda separación. En relación con ello el diagrama de regulación del tiempo indica una etapa de relleno para cada ciclo que ocupa el total del tiempo disponible para esa etapa, es decir, cuando la instalación está funcionando y la mínima temperatura del lecho en la que es 'auto-reguladora'. Sin embargo, en la práctica, siempre y cuando la temperatura del lecho sea superior a este valor el tiempo real tomado para el relleno será menor y habrá un periodo de detención corto entre el extremo de la etapa de relleno y el comienzo de la etapa de admisión de segunda separación

para cada ciclo.

Considerando un ciclo de operación para el lecho 110, al comienzo de la admisión de aire se abren los conductos con válvula 116 y 120 y se introduce aire, y el gas producido, rico en oxígeno, se retira del lecho mediante la bomba 118. Después de un periodo de tiempo previamente determinado, cuando el contenido de oxígeno en el gas procedente del lecho cae aproximadamente por debajo de la calidad deseada del producto, pero todavía está enriquecido en comparación con la carga de aire, se cierra el conducto con válvula 120 y se abre el conducto con válvula 150 para hacer pasar gas de segunda separación al lecho 210, retirándose el producto obtenido con ello desde el último lecho a través del conducto 220 mediante la bomba 118.

Al término de la etapa de admisión de aire para el lecho 110 se cierran los conductos con válvula 116 y 150 y se abre el conducto con válvula 124, y el lecho se regenera durante un período de tiempo fijado mediante la bomba de vacío 122. Como puede apreciarse, el vacío alcanzado en el lecho al final de etapa de regeneración dependerá de la temperatura reinante.

Después de la regeneración se cierra el conducto con válvula 124 y se abre el conducto con válvula 127 para rellenar el lecho. El gas de relleno se deriva desde el conducto 119, que en este momento está haciendo pasar el producto retirado por la bomba 118 desde el lecho 111, y circula al conducto 127 a través del conducto 126 que incorpora una reducción fijada R. La presión en el lecho 110 durante el relleno es detectada por un controlador de presión P1 que actúa cerrando el conducto 127 y haciendo terminar con

ello el relleno cuando ha sido alcanzada una presión previamente determinada.

El tiempo real que tarda la etapa de relleno depende, por consiguiente, en gran manera de la capacidad de adsorción del lecho que a su vez varía con la temperatura reinante.

Después de un lapso de tiempo previamente determinado desde el comienzo del relleno, se abren los conductos con válvula 120 y 151 para admitir el lecho 110 gas de segunda separación procedente del lecho 111, y el producto rico en oxígeno obtenido con ello se retira mediante la bomba 118. Después de un periodo de tiempo previamente determinado se cierra el conducto con válvula 151 y se abre el conducto con válvula 116 para desviar el suministro de gas al lecho 110 procedente de la segunda separación, el aire, y se repite el ciclo total de operación.

Según se ha indicado, los ciclos para todos los lechos 110, 111 y 210 son similares, siendo diferente solamente el ajuste de fases, y por tanto no se consideraría una descripción de las operaciones particulares de las válvulas para los lechos 111 y 210, además de las del lecho 110.

25

30

REIVINDICACIONES

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1a.- Un procedimiento perfeccionado para aumentar la proporción de un gas seleccionado en una mezcla gaseosa, cuyo procedimiento comprende: repetir un ciclo de operación que incluye las etapas sucesivas de poner en contacto la mezcla con un lecho de un material adsorbente que adsorbe preferentemente uno o más de otros componentes de la mezcla, regenerar el lecho aplicando a éste un vacío, y rellenar el lecho (según se ha definido en la Memoria); en el que la presión en el lecho durante el relleno es detectada, se hace cesar la operación de relleno cuando tal presión alcanza un nivel previamente determinado, y se controla la regeneración del lecho para que ocupe un periodo de tiempo substancialmente constante.

2a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, en el que el ciclo global de funcionamiento se controla para que ocupe un periodo de tiempo substancialmente constante.

3a.- Un procedimiento según la reivindicación 1a, o la reivindicación 2a, en el que existe una pluralidad de tales lechos, cada uno de los cuales se hace funcionar en un ciclo similar pero escalonados para que estén defasados unos con otros, con lo que se obtiene un suministro de gas producido substancialmente constante.

4a.- Un procedimiento según la reivindicación

3a, en el que existen dos de tales lechos cada uno de los cuales se hace funcionar en un ciclo que comprende una etapa de adsorción, una etapa de regeneración del vacío, y una etapa de relleno, estando escalonados los ciclos de los lechos para que estén defasados 180° uno respecto del otro.

5a.- Un procedimiento según la reivindicación 4a, en el que el tiempo que tarda la etapa de adsorción es substancialmente igual al tiempo disponible para la suma de las etapas de regeneración y relleno.

6a.- Un procedimiento según la reivindicación 3a, en el que existen tres de tales lechos cada uno de los cuales se hace funcionar en un ciclo que comprende una etapa de adsorción, una etapa de regeneración del vacío, y una etapa de relleno, estando escalonados los ciclos de los lechos para que estén defasados 120° uno respecto de los otros.

7a.- Un procedimiento según la reivindicación 6a, en el que la etapa de adsorción para cada lecho es una etapa compuesta que comprende una primera parte durante la cual el lecho se pone en contacto con gas de segunda separación (como se ha definido en la Memoria) y una segunda parte durante la cual el lecho se pone en contacto con dicha mezcla gaseosa.

8a.- Un procedimiento según la reivindicación 7a, en el que el tiempo que tarda dicha segunda parte de la etapa de adsorción es substancialmente igual al tiempo que tarda la etapa de regeneración del vacío y el tiempo disponible para la suma de la etapa de relleno y la primera parte de la etapa de adsorción.

9a.- Un aparato para aumentar la proporción de

1 un gas seleccionado de una mezcla gaseosa que comprende:  
un lecho de material adsorbente que adsorbe preferentemen-  
te uno o más de otros componentes de la mezcla; medios para  
poner en contacto la mezcla con dicho lecho; una bomba de  
5 vacío para regenerar el lecho; medios para hacer pasar al  
lecho gas de calidad de producto desde su extremo de sali-  
da; medios sensibles a la presión del lecho durante dicho  
paso al lecho de gas de calidad de producto; y medios para  
hacer cesar dicho paso en respuesta a una señal procedente  
10 de dichos medios sensibles a la presión cuando tal presión  
alcanza un nivel previamente determinado.

10a.- Un aparato según la reivindicación 9a,  
adaptado para efectuar un procedimiento según una cualquie-  
ra de las reivindicaciones 2a a 9a.

15 11a.- UN PROCEDIMIENTO Y UN APARATO PERFECCIONA-  
DOS PARA AUMENTAR LA PROPORCION DE UN GAS SELECCIONADO EN  
UNA MEZCLA GASEOSA.

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

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

Madrid, 16 MAR 1978

P.A.

Fernando de Elizaburu  
Por Poder

Explicación de las leyendas de la  
figura 2 de los dibujos.

- L = Lecho
- F.C. = Funciones cíclicas.
- 5 A = Conducto de carga de aire 116
- B = Conducto de producto 120
- C = Conducto 150 de segunda separación al lecho 210
- D = Conducto de evacuación 124.
- E = Conducto de relleno 127
- 10 F = Conducto de producto 120
- G = Conducto 151 de segunda separación procedente del lecho 111.
- H = Conducto de evacuación 125.
- I = Conducto de relleno 128
- J = Conducto de producto 121
- 15 K = Conducto 152 de segunda separación procedente del lecho 210.
- M = Conducto de carga de aire 117
- N = Conducto de producto 121
- O = Conducto 151 de segunda separación al lecho 110.
- 20 P = Producto de relleno 227
- Q = Conducto de producto 220
- R = Conducto 150 de segunda separación procedente del lecho 110
- S = Conducto de carga de aire 216.
- T = Conducto de producto 220.
- 25 U = Conducto 151 de segunda separación al lecho 111, y
- V = Conducto de evacuación 214.

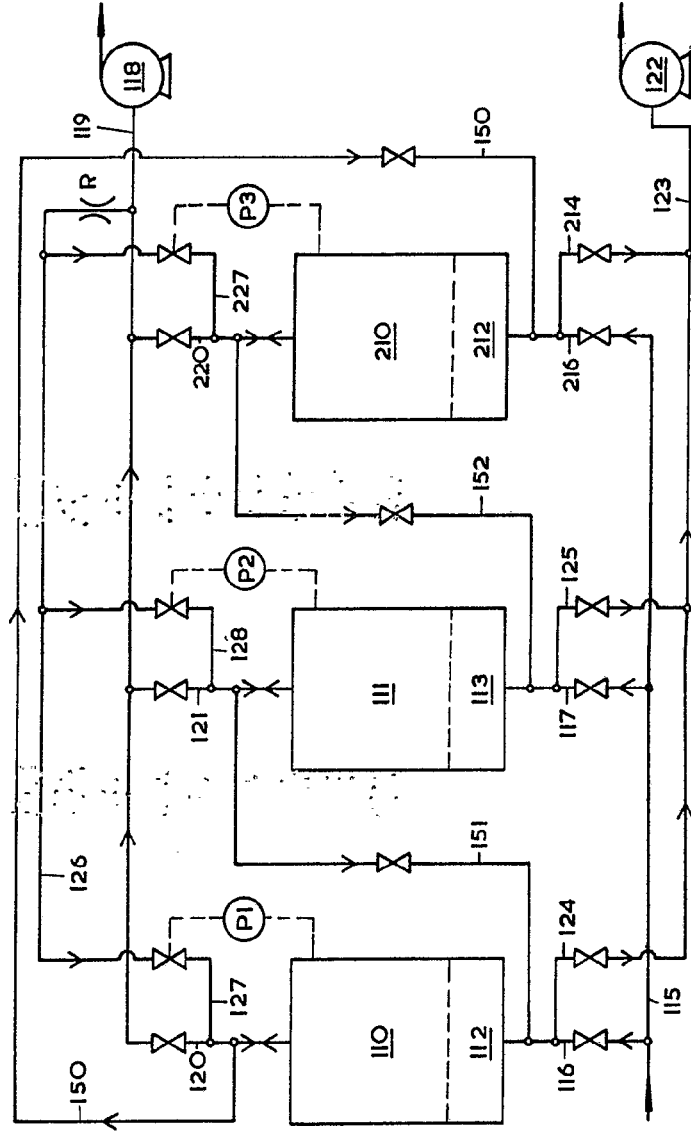
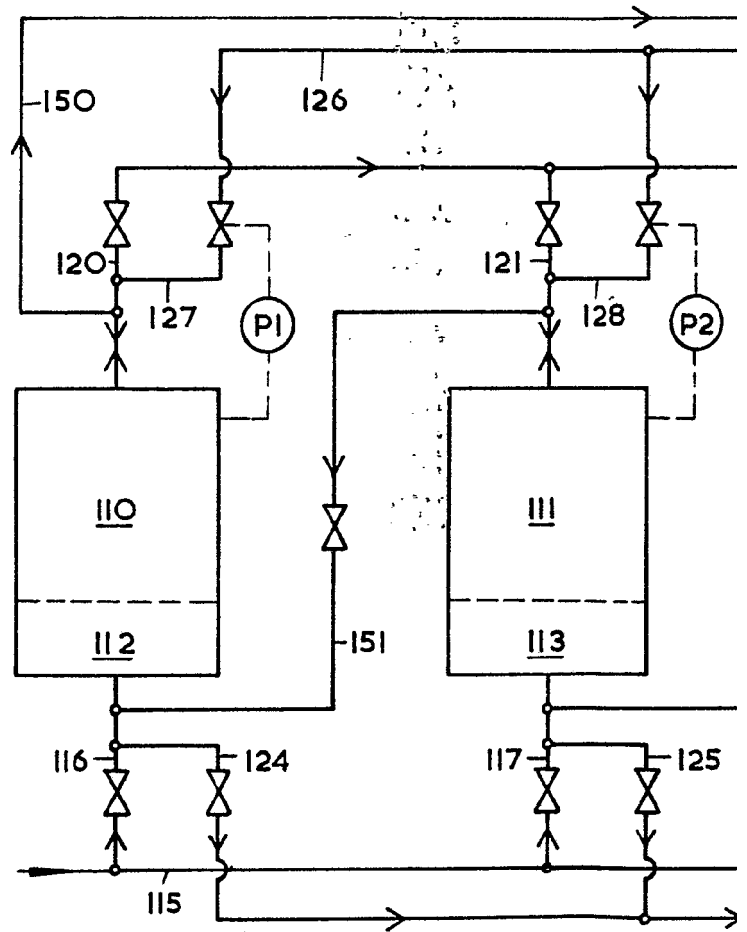


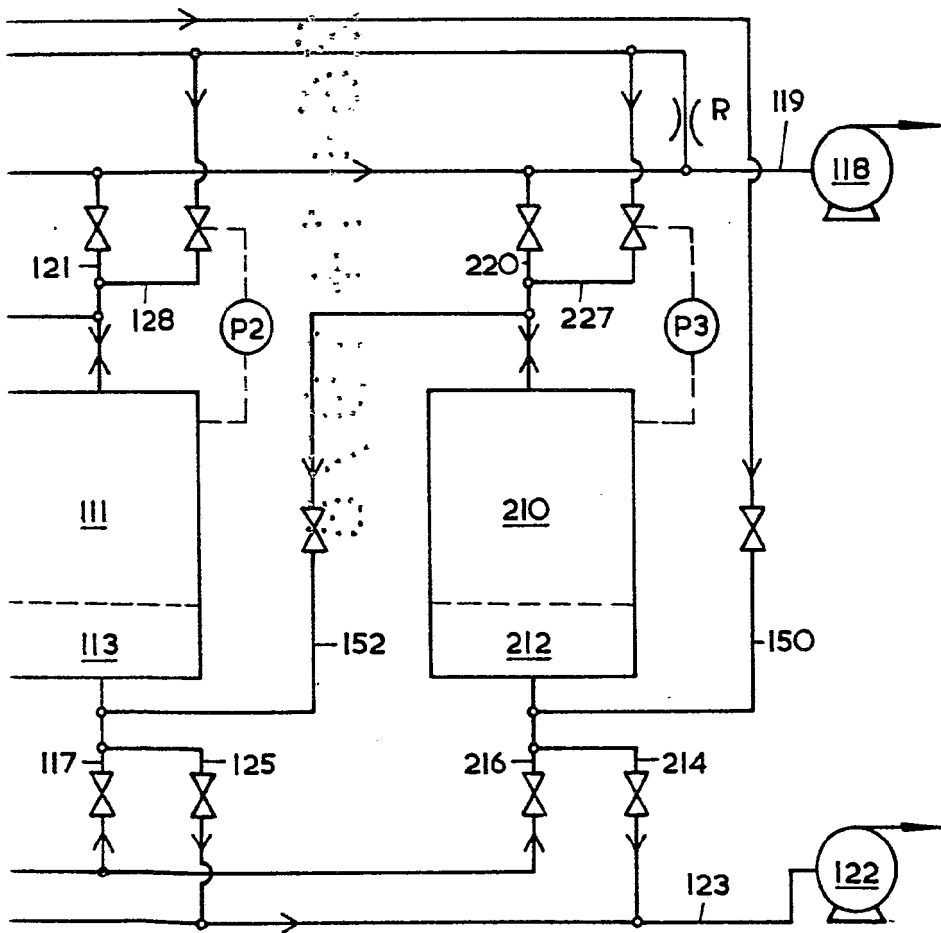
FIG. 1

Fernando de Elzaburu  
Por Poder

FIG.1



10  
11  
12



Fernando de Elizaburu  
Por Poder  
*[Signature]*

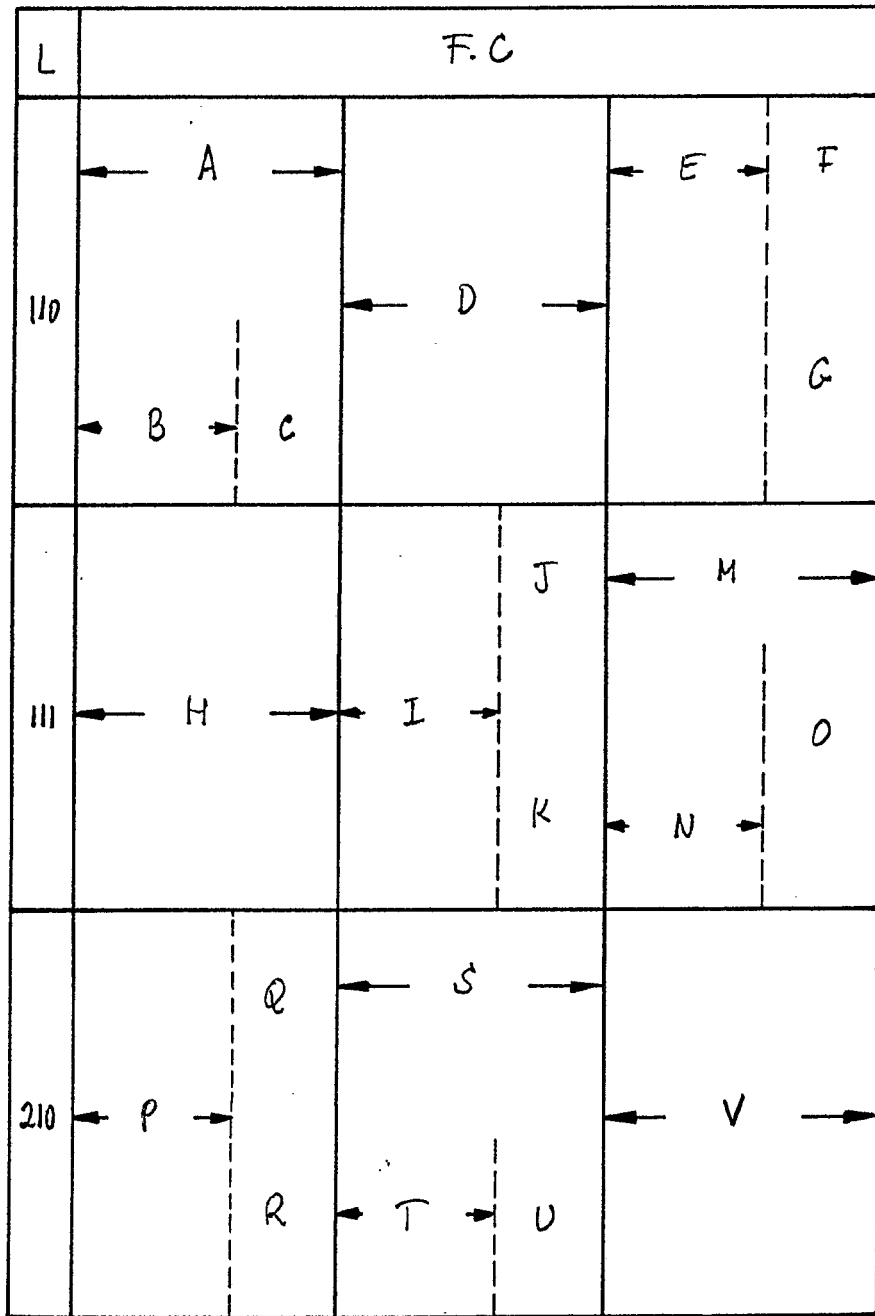


FIG. 2

Fernando de Elizaburu  
For Power