



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 127 113**

⑫ Número de solicitud: 009601560

⑬ Int. Cl.⁶: B01J 38/48
B01J 20/34

⑭

PATENTE DE INVENCION

B1

⑮ Fecha de presentación: **11.07.1996**

⑯ Fecha de publicación de la solicitud: **01.04.1999**

Fecha de concesión: **17.08.1999**

Fecha de modificación de las reivindicaciones:
28.07.1999

⑰ Fecha de anuncio de la concesión: **16.11.1999**

⑱ Fecha de publicación del folleto de patente:
16.11.1999

⑲ Titular/es: **Universidad de Salamanca**
Patio de Escuelas Menores, nº 1
37007 Salamanca, ES

⑳ Inventor/es: **Salvador Palacios, Francisco y**
Sánchez Jiménez, Carmen

㉑ Agente: **Dávila Baz, Angel**

㉒ Título: **Procedimiento para la regeneración de catalizadores y materiales adsorbentes.**

㉓ Resumen:
Procedimiento para la regeneración de catalizadores y materiales adsorbentes, que comprende la desorción térmica de las sustancias adsorbidas, con agua en estado líquido a elevada temperatura o con agua en estado supercrítico, carente de agentes oxidantes.

ES 2 127 113 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el artº 37.3.8 LP.

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. C/Panamá, 1 - 28036 Madrid

DESCRIPCION

Procedimiento para la regeneración de catalizadores y materiales adsorbentes.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la recuperación de catalizadores y materiales adsorbentes, tales como carbón activo, mediante desorción térmica.

El carbón activo es un adsorbente con elevada capacidad de adsorción frente a una gran variedad de sustancias, por lo que tiene numerosas aplicaciones industriales.

Durante el proceso de adsorción el carbón van disminuyendo su capacidad de retención, hasta convertirse en un "carbón agotado". La regeneración de carbones agotados tiene un gran interés económico, ya que posibilita su reciclado. Esta, consiste fundamentalmente en desorber las sustancias adsorbidas y así restituir el poder de adsorción del carbón.

Existen numerosos procedimientos de regeneración de carbones, aunque solo unos pocos se usan a nivel industrial. Entre estos podemos citar los siguientes: térmico, biológico; regeneración con vapor de agua; extracción con disolventes; extracción con CO₂ supercrítico; y oxidación húmeda.

En la regeneración térmica, el carbón agotado se somete a un calentamiento progresivo y controlado, pasando por sucesivas etapas: a) secado (evaporación de agua a 100°C); b) desorción térmica (desorción de compuestos volátiles 100-260°C); c) pirólisis y carbonización (pirólisis y carbonización de las sustancias no volátiles 200-650°C; y b) gasificación del residuo pirolítico a alta temperatura (650-850°C) en presencia de cantidades limitadas de un oxidante, como vapor de agua, oxígeno, etc. Este procedimiento es el mas utilizado a escala industrial. El principal inconveniente reside en la etapa de gasificación, ya que junto con el residuo pirolizado, se elimina también parte de la masa de carbón, debido a la oxidación del mismo.

La regeneración biológica, utiliza microorganismos que degradan las sustancias adsorbidas.

En la regeneración con vapor de agua, el carbón se calienta en presencia de vapor de agua, que actúa como oxidante, degradando y destruyendo los compuestos retenidos.

En la extracción con disolventes orgánicos, el carbón se pone en contacto con un disolvente apropiado, que disuelve las sustancias adsorbidas.

La extracción con CO₂ supercrítico, utiliza como disolvente CO₂ a una temperatura y presión superiores a las de su punto crítico (31.1°C y 72 bar).

En la regeneración por oxidación húmeda se emplea agua caliente en estado líquido (temperaturas y presiones por debajo del punto crítico, 374°C y 215 bar), a la que se le añade aire (oxígeno). El agua caliente y el oxígeno disuelven, oxidan y destruyen las sustancias adsorbidas. El inconveniente de este método, es que el oxígeno también oxida al carbón, sobre todo si la temperatura es alta. Por encima de 250°C la oxidación del carbón es tan rápida que se producen grandes pérdidas de carbón durante el tratamiento.

La presente invención propone la recuperación

de catalizadores y materiales adsorbentes, tales como el carbón activo, mediante desorción térmica.

La solicitud española de patente n° 9201729, de los mismos solicitantes, describe un procedimiento y aparato de desorción térmica programada, especialmente concebido como técnica de análisis de la sustancia desorbida, aunque se señala que tanto el procedimiento como el aparato pueden ser aplicados a la recuperación de adsorbentes y catalizadores.

De acuerdo con dicho procedimiento, el calentamiento de la muestra a desorber se lleva a cabo de forma programada. Es decir que se produce un calentamiento lineal en el tiempo. Además, el arrastre de la sustancia desorbida se debe efectuar con un disolvente en estado líquido y que debe mantenerse en este estado durante toda la fase de calentamiento para asegurar que la desorción se efectúa en fase líquida. La sustancia desorbida disuelta se arrastra hasta una zona de análisis.

En las investigaciones posteriores desarrolladas por la solicitante, se ha podido comprobar que cuando el procedimiento antes descrito se aplica a la recuperación de adsorbentes y catalizadores no solo no es necesario que el calentamiento de la muestra se lleve a cabo de forma programada, sino que es conveniente que la temperatura a la que debe llevarse a cabo la desorción se alcance lo antes posible y de la forma mas rápida.

Del mismo modo, se ha podido comprobar que la desorción, aplicada a la recuperación de adsorbentes, tales como el carbón activo, puede llevarse a cabo a temperaturas superiores a las que puede mantenerse la fase líquida.

Por otro lado, para la recuperación de adsorbentes y catalizadores puede prescindirse de la zona de análisis y del arrastre de la sustancia desorbida hasta dicha zona.

De acuerdo con la presente invención, para la recuperación de catalizadores y materiales adsorbentes, la desorción térmica de las sustancias a 374° y a una presión superior a 215 bar. La desorción se lleva a cabo sin la adición de aire, oxígeno u otro oxidante. Al no existir ningún oxidante, el adsorbente (por ejemplo carbón) o catalizador no se oxida y, por consiguiente, es posible aumentar la temperatura del tratamiento, incluso a la zona del agua supercrítica. Se trata, por tanto, de una desorción térmica en la que el agua en estado líquido o supercrítico disuelve o extrae las sustancias adsorbidas.

Si además se quiere que el tratamiento de regeneración resulte lo mas inocuo posible, las sustancias desorbidas podrán ser destruidas añadiendo, al agua efluente del tratamiento, un oxidante, (aire, oxígeno, etc.) que las oxidará sin estar presente el adsorbente o catalizador.

En el procedimiento de desorción objeto de la patente 9201729 la desorción se lleva a cabo con un líquido (si se utiliza agua la temperatura tendría que ser inferior a 374°C, que se calentaba de una manera programada (calentamiento lineal con el tiempo), a la vez que se analizaba y registraba la sustancia desorbida.

En el procedimiento objeto de la presente invención, la desorción térmica se extiende a un

rango mayor de temperaturas, ya que se puede utilizar agua supercrítica. Por otro lado no es necesario un calentamiento lineal, sino mantener el proceso de desorción a una temperatura determinada, durante un tiempo. Tampoco es necesario analizar y registrar las sustancias desorbidas, ya que ahora el interés está centrado en recuperar el

sólido (catalizador o material adsorbente).

El procedimiento de la invención permite, en definitiva, la recuperación de catalizadores y materiales adsorbentes de un modo eficaz y sin pérdida o destrucción parcial del catalizador o material adsorbente.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la regeneración de catalizadores y materiales adsorbentes que consta de las siguientes etapas:

- a) desorción térmica de las sustancias adsorbidas por dichos catalizadores y materiales adsorbentes usando agua supercrítica (temperatura y presión del proceso por encima de 374°C y 215 bar) carente de agentes oxidantes; y

- b) destrucción de las sustancias desorbidas por oxidación.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el material regenerado consiste en carbón activo.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque las sustancias desorbidas son destruidas en condiciones supercríticas mediante la adición de un oxidante a la corriente acuosa efluente de la etapa de desorción térmica.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA

- ⑪ ES 2 127 113
⑫ N.º solicitud: 9601560
⑬ Fecha de presentación de la solicitud: 11.07.96
⑭ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑮ Int. Cl.⁶: B01J 38/48, 20/34

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	SALVADOR, F.; SANCHEZ JIMÉNEZ, C. "A new method for regenerating activated carbon by thermal desorption with liquid water under subcritical conditions". Carbon. 1996, Vol. 34, N° 4. Páginas 511-516. Todo el documento.	1-3
X	PENNINGER, S.M.L. "Extraction of oily matter from spent bleaching earth with water at elevated temperature and pressure". J. Chem. Tech. Biotechnol. 1979, Vol. 29. Páginas 154-157. Todo el documento.	1,3

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones n°:

Fecha de realización del informe
19.02.99

Examinador
M.P. Corral Martínez

Página
1/1