



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① Número de publicación: **2 354 671**

② Número de solicitud: 201100036

⑤ Int. Cl.:  
**B01J 20/04** (2006.01)  
**B01D 53/62** (2006.01)  
**C01F 5/02** (2006.01)

⑫

SOLICITUD DE PATENTE

A1

② Fecha de presentación: **10.01.2011**

④ Fecha de publicación de la solicitud: **17.03.2011**

④ Fecha de publicación del folleto de la solicitud:  
**17.03.2011**

⑦ Solicitante/s: **Universidad de Oviedo**  
**Plaza de Riego, 4 – Edificio Histórico**  
**33003 Oviedo, Asturias, ES**

⑦ Inventor/es: **Ordoñez García, Salvador;**  
**Vega Granda, Aurelio;**  
**Díaz Fernández, Eva y**  
**León García, Marta**

⑦ Agente: **No consta**

⑤ Título: **Método para la obtención de óxido de magnesio de alta superficie para adsorción de CO<sub>2</sub>, óxido de magnesio de alta superficie y su uso.**

⑤ Resumen:

Método para la obtención de óxido de magnesio de alta superficie para adsorción de CO<sub>2</sub>, óxido de magnesio de alta superficie y su uso. El óxido de magnesio de alta superficie se prepara partir de un óxido de magnesio por hidratación y posterior tratamiento térmico del hidróxido resultante. La invención es de aplicación en todos los procesos industriales donde se desarrollen combustiones, como en el sector energético, así como en otros procesos industriales donde se lleven a cabo reacciones químicas en las que se genera CO<sub>2</sub>, (procesos de reformado húmedo o seco, reacción de desplazamiento del gas de agua, oxicomustiones, etc.). En todos estos procesos se generan gases ricos en CO<sub>2</sub> que puede ser recuperado mediante un proceso de adsorción en lecho fijo con el material objeto de la invención para su posterior concentración.

ES 2 354 671 A1

## DESCRIPCIÓN

Método para la obtención de óxido de magnesio de alta superficie para adsorción de CO<sub>2</sub>, óxido de magnesio de alta superficie y su uso.

La presente invención está referida a un método de obtención de un material económico y de sencilla preparación para su aplicación a la adsorción de CO<sub>2</sub>, a dicho material, y a los usos de ese material. Dicho material consiste en un óxido de magnesio de alta superficie preparado a partir de un óxido de magnesio por hidratación y posterior tratamiento térmico del hidróxido resultante.

La invención es de aplicación en todos los procesos industriales donde se desarrollen combustiones, como en el sector energético, así como en otros procesos industriales donde se lleven a cabo reacciones químicas en las que se genera CO<sub>2</sub> (procesos de reformado húmedo o seco, reacción de desplazamiento del gas de agua, oxicomustiones, etc.). En todos estos procesos se generan gases ricos en CO<sub>2</sub> que puede ser recuperado mediante un proceso de adsorción en lecho fijo con el material objeto de la invención para su posterior concentración.

**Estado de la técnica**

En la actualidad existe una creciente preocupación por la implicación que el aumento de las emisiones de gases de efecto invernadero (GEI) de origen antropogénico, especialmente de CO<sub>2</sub>, puede estar teniendo sobre el calentamiento global del planeta. A pesar de que la mayoría de los gases de efecto invernadero tienen un origen natural, su concentración en la atmósfera se ha incrementado significativamente en los últimos 250 años, debido a la acción del hombre. En las tres últimas décadas, las emisiones totales de GEI han aumentado a un ritmo medio de 1.6% anual. El principal contribuyente a la intensificación del efecto invernadero desde el punto de vista de la actividad humana es el CO<sub>2</sub>. Su concentración en la atmósfera se ha incrementado más de un 30% desde la industrialización, y sus emisiones, debido a la utilización de combustibles fósiles, se han incrementado a un ritmo medio de 1,9% anual en los últimos 30 años [IPCC, en Climate Change 2007: Mitigación of Climate Change. Contribution of Working Group III to the Fourth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change, 2007].

Además de en los procesos de combustión, la recuperación del dióxido de carbono también es esencial en diferentes procesos de purificación de gases, tales como la producción y purificación de hidrógeno o del gas natural. Por este motivo, se han propuesto una gran variedad de opciones tecnológicas para la reducción neta de las emisiones de CO<sub>2</sub>, o para la reducción de su concentración en la atmósfera, entre las que destacan la mejora de la eficacia energética, el uso de energías renovables o nuclear, la intensificación de los sumideros naturales biológicos y la captura y almacenamiento de CO<sub>2</sub>. Esta última incluye la captura o separación del CO<sub>2</sub> de las emisiones gaseosas procedentes -principalmente- de grandes fuentes estacionarias, la compresión y transporte de la corriente de CO<sub>2</sub> concentrada obtenida, y finalmente su almacenamiento a largo plazo en un lugar seguro. Entre las tecnologías de captura de CO<sub>2</sub> disponibles para limitar las emisiones en los procesos de combustión se encuentran la captura postcombustión, que se refiere a la separación del CO<sub>2</sub> a partir de los gases de combustión procedentes principalmente de la utilización de combustibles fósiles, la captura precombustión, que conlleva la separación del CO<sub>2</sub> de una corriente de CO<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>, y la oxicomustión, que consiste en la quema de combustibles en oxígeno en lugar de aire para evitar la dilución con N<sub>2</sub>.

Los sistemas de captura de CO<sub>2</sub> pueden utilizar las tecnologías disponibles para la separación de gases, tales como absorción, adsorción, separación con membranas o destilación criogénica. La adsorción con sólidos destaca sobre el resto por su simplicidad y su eficiencia energética. Sin embargo, la aplicación de esta tecnología a sistemas de captura postcombustión requiere el desarrollo de adsorbentes específicos para CO<sub>2</sub>. Éstos deben reunir una serie de características, a saber: alta selectividad y capacidad de adsorción de CO<sub>2</sub> a temperatura elevada, cinética de adsorción/desorción para el CO<sub>2</sub> adecuada bajo las condiciones de operación, capacidad de adsorción estable para el CO<sub>2</sub> después de repetidos ciclos de adsorción/desorción, así como propiedades mecánicas adecuadas por parte de las partículas del adsorbente para resistir las tensiones experimentadas como consecuencia de la exposición cíclica a corrientes de distinta presión o temperatura [Yong *et al.*, Industrial and Engineering Chemistry Research, 40,204-209 (2001)].

Adsorbentes como zeolitas, carbones activos, sílice o geles de alúmina se emplean comercialmente para la separación de CO<sub>2</sub> de mezclas de gases o la eliminación de trazas de CO<sub>2</sub> de gases contaminados. La adsorción selectiva del CO<sub>2</sub> por parte de estos materiales en mezclas que contienen otros gases, tales como CO, CH<sub>4</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> o H<sub>2</sub>, tiene su origen en atracciones de tipo físico, tales como fuerzas de Van der Waals entre la molécula de CO<sub>2</sub> y la superficie del adsorbente, así como interacciones dipolo-dipolo y dipolo-ion entre el momento cuadrupolar permanente de la molécula de CO<sub>2</sub> y los centros polares e iónicos de la superficie del adsorbente. La reversibilidad del proceso de adsorción, imprescindible para la regeneración de los materiales, se ve favorecida por las bajas o medias entalpías de adsorción de estos adsorbentes. Por otro lado, la cinética de adsorción de del CO<sub>2</sub> en los adsorbentes es generalmente rápida. Ambos factores permiten llevar a la práctica procesos de separación de CO<sub>2</sub> mediante PSA (Pressure Swing Adsorption), VSA (Vacuum Swing Adsorption), TSA (Thermal Swing Adsorption) o combinaciones de los mismos.

Sin embargo, los adsorbentes actuales presentan dos importantes limitaciones operacionales. En primer lugar, la capacidad de adsorción en el equilibrio disminuye drásticamente a temperaturas altas (>200°C) [Lee *et al.*, Journal of Colloid and Interface Science, 308, 30-39 (2007)]. Por otro lado, los adsorbentes polares como zeolitas, gel de sílice y alúmina, presentan una mayor afinidad por las moléculas de agua que por las de CO<sub>2</sub>, debido al mayor momento

dipolar de la molécula de H<sub>2</sub>O. Por tanto, la presencia de incluso pequeñas cantidades de agua en la fase gas reduce drásticamente la capacidad de adsorción de CO<sub>2</sub>. Este efecto es menos acusado en el caso de los carbones activos, relativamente no polares, pero aún limita la rentabilidad del proceso. Además, los gases de salida de procesos de combustión se encuentran típicamente a temperaturas superiores a los 200°C, a presión atmosférica, y saturados de humedad. Dado que económicamente es deseable la captura del CO<sub>2</sub> sin etapas previas de enfriamiento, secado y compresión, estos materiales no son adecuados para tal fin [Lee *et al.*, Journal of Colloid and Interface Science, 308, 30-39 (2007)].

Más recientemente se han desarrollado una serie de materiales cuya interacción con el CO<sub>2</sub> es de tipo químico (más fuerte) pero con capacidades de retención considerables y alta selectividad para el CO<sub>2</sub> respecto a otros gases, incluido el vapor de agua, capaces de operar a temperaturas de hasta 550°C. Estos materiales pueden encuadrarse dentro de dos categorías, en función de que la reacción del CO<sub>2</sub> con el material tenga lugar en la totalidad del mismo o en la superficie. Dentro del primer grupo cabe destacar el óxido de calcio [J.P. Pat. No. 7088362 (A); C.N. Pat. No. 101310853 (A); E.P. Pat. No. 0922482 (A1); Kuramoto *et al.*, Industrial and Engineering Chemistry Research, 42, 975-981 (2003); Abanades y Álvarez, Energy & Fuel, 17, 308-315 (2003); Wu *et al.*, Industrial and Engineering Chemistry Research 46, 7896-7899 (2007); Oliveira *et al.*, Separation and Purification Technology 62, 137-147 (2008)] y el zirconato de litio [Jun-Ichi y Lin, Environmental Science & Technology 37, 1999-2004 (2003)]. Entre los materiales en los que la retención del CO<sub>2</sub> tiene lugar sobre centros activos superficiales se encuentran alúminas dopadas con óxido de sodio [U.S. Pat. No 6,322,612], óxidos mixtos derivados de hidrotalcitas [Ding y Alpay, Chemical Engineering Science 55, 3461-3474 (2000); Hutson, Chemistry of materials 16, 4135-4143 (2004); Ficicilar y Dogu, Catalysis Today 115, 274-278 (2006); Othman *et al.*, Chemical Engineering Science, 61, 1555-1560 (2006); Ram Reddy *et al.*, Industrial and Engineering Chemistry Research, 45, 7504-7509 (2006); Lee *et al.*, Journal of Colloid and Interface Science 308, 30-39 (2007); Wang *et al.*, Environmental Science and Technology 42, 614-618 (2008); León *et al.*, Industrial and Engineering Chemistry Research, 49, 3663-3671 (2010)], así como óxidos de magnesio [K.R. Pat. No. 20010067059 (A); C.N. Pat. No. 101497019 (A); Sircar *et al.*, 1995; Gregg y Ramsay, 1970].

De entre todos ellos, los óxidos de calcio y magnesio destacan por el bajo coste y amplia disponibilidad de sus precursores. El CaO, dado que retiene CO<sub>2</sub> por reacción con la matriz sólida, posee una alta capacidad de retención estequiométrica. Sin embargo, la cinética de adsorción de CO<sub>2</sub> es lenta y la entalpía de reacción elevada, por lo que requiere temperaturas de regeneración muy altas (> 800°C), con el alto coste asociado que involucra [Florín y Harris, Chemical Engineering Science, 64, 187-191 (2009)]. Además, este proceso está muy limitado, pues la capacidad de retención del CO<sub>2</sub> disminuye en sucesivos ciclos de adsorción [Silaban y Harrison, Chemical Engineering Communications, 137, 177-190 (1995); Álvarez y Abanades, Industrial and Engineering Chemistry Research 44, 5608-5615 (2005)].

A efectos de la presente invención y su descripción, regeneración debe entenderse como el fenómeno por el que el CO<sub>2</sub> retenido en un absorbente se resorbe, haciendo que el adsorbente esté nuevamente en disposición de ser utilizado.

En su forma comercial, el óxido de magnesio posee una baja área superficial, lo que limita su capacidad de adsorción. Sin embargo, Bhagiyalakshmi *et al.* [International Journal of Greenhouse Gas Control 4, 51-56 (2010)] desarrollaron un óxido de magnesio de 250 m<sup>2</sup>/g de área superficial específica que permite incrementar la capacidad de adsorción de CO<sub>2</sub> del MgO comercial de partida de 0.45 a 2.3 mmol/g a 100°C. El inconveniente del método de preparación planteado estriba en la complejidad del mismo, puesto que requiere como plantilla un carbón mesoporoso, CMK-3, que a su vez se sintetiza a partir de una plantilla de SBA-15.

Por otra parte, diversos trabajos muestran los efectos beneficiosos de la introducción de óxidos de magnesio en otros materiales aumentando así su área superficial y, por ende, su capacidad de adsorción de dióxido de carbono [C.N. Pat. No. 101497019; Li *et al.*, Energy & Fuels, en prensa]. Entre estos trabajos destaca el descrito en la E.P. Pat. No. 1074297, donde se describe un adsorbente que contiene óxido de magnesio, de fórmula general  $\{(M_2CO_3)_m(2M(HCO_3)_{(1-m)})_n(MgCO_3)_p(MgO)_{(1-p)}\} \cdot xH_2O$  -donde M es un metal alcalino- que tiene una capacidad de adsorción para CO<sub>2</sub>, a 0.7 atm y a 350-400°C, entre 1.1 y 12.9 mmol/g según la composición de la sal y las condiciones de preparación. Sin embargo, los métodos de preparación de este tipo de materiales son muy complejos y suponen un encarecimiento del coste de producción, que a veces no se ve compensado en relación a la eficiencia.

### Descripción de la invención

La presente invención se refiere a un método para la obtención de un óxido de magnesio de alta superficie y eficaz para la adsorción de CO<sub>2</sub>, al óxido de magnesio de alta superficie obtenido mediante el método anterior, y al uso de este óxido de magnesio de alta superficie.

La presente invención propone un material basado en óxido de magnesio económico y de sencilla preparación, para su aplicación como adsorbente de CO<sub>2</sub>. Dicho material consiste en un óxido de magnesio de alta superficie, cuyas propiedades en cuanto a capacidad de adsorción y posibilidad de regeneración lo hacen adecuado como adsorbente de CO<sub>2</sub>. A los efectos de la presente invención y su descripción, se considera un adsorbente de elevada o alta superficie aquel con un área o superficie específica igual o superior a los 200 m<sup>2</sup>/g.

## ES 2 354 671 A1

El método para la obtención de un óxido de magnesio de alta superficie y eficaz para la adsorción de CO<sub>2</sub> comprende las siguientes etapas:

- a. Hidratación con agua destilada de un óxido de magnesio, a razón de entre 5 y 20 mL de agua por cada gramo de óxido de magnesio.
- b. Envejecimiento de la suspensión a temperaturas entre 50 y 150°C y entre 2 y 24 horas.
- c. Secado de la suspensión anteriormente descrita a una temperatura entre 60 y 150°C, durante un tiempo entre 2 y 48 horas.
- d. Primera etapa de tratamiento térmico del material procedente del secado a una temperatura entre 350 y 500°C, durante un tiempo entre 4 y 12 horas.
- e. Segunda etapa de tratamiento térmico del material procedente de secado, a una temperatura entre 350 y 500°C, durante un intervalo de tiempo entre 4 y 12 horas.

Otro objeto de la invención es un óxido de magnesio de alta superficie, obtenido según el método anterior y que posee una alta superficie específica, mayor de 200 m<sup>2</sup>/g.

En una realización específica, el óxido de magnesio de alta superficie, tiene una capacidad de adsorción de CO<sub>2</sub> en una mezcla de gases superior a 0.1 mmol/g en un intervalo de temperaturas entre 50 y 400°C.

En otra realización específica, el óxido de magnesio de alta superficie se regenera a partir de 450°C tras una adsorción de CO<sub>2</sub> en una mezcla de gases.

Otro objeto de la invención es el uso del óxido de magnesio de alta superficie en procesos de captura selectiva de CO<sub>2</sub> en corrientes gaseosas que contienen CO<sub>2</sub>.

El óxido de magnesio de alta superficie de la presente invención se trata de un material muy económico, puesto que la materia prima para su preparación, el óxido de magnesio, se encuentra abundantemente en la naturaleza en forma de depósitos de dolomita, magnesita, brucita o carnalita.

El método para la obtención del óxido de magnesio de alta superficie de la invención presenta varias ventajas sobre otros métodos propuestos en la bibliografía. Por un lado no precisa de ningún reactivo adicional al óxido de magnesio y agua, lo que elimina riesgos de generación de sustancias tóxicas durante el proceso de preparación. Además, el tiempo necesario para la obtención del óxido de magnesio de alta superficie es más corto que en la preparación de otros adsorbentes, ya que no se precisan soportes, agentes de templado, etc., que suponen un aumento del coste económico y la complejidad técnica en la síntesis del adsorbente. Por otra parte, se ha conseguido que el óxido de magnesio de partida presente un comportamiento muy mejorado sin añadirle ningún tipo de aditivo químico, lo cual representa una mejora en la gestión posterior del adsorbente saturado.

El adsorbente así obtenido permite alcanzar capacidades de adsorción hasta cuatro veces superiores a la del óxido de magnesio pretratado y del orden de otros materiales semejantes que conllevan métodos de síntesis notablemente más complejos. Asimismo, el adsorbente presenta buenas cualidades en cuanto a su capacidad de regeneración, con una capacidad de adsorción residual prácticamente constante a partir del segundo ciclo.

El óxido de magnesio de alta superficie de la invención es aplicable a cualquier transformación química donde se genere CO<sub>2</sub> que se desee separar de una corriente principal gaseosa. El material aquí propuesto tiene la ventaja de que presenta una capacidad de adsorción considerable, incluso hasta temperaturas de 300°C, siendo un material muy económico, y siendo posible su aplicación a los gases saturados en humedad, por encima de los 200°C, habituales de los procesos de combustión. Los valores de adsorción del óxido de magnesio de alta superficie son comparables a MgO-ZrO<sub>2</sub> [Li *et al.*, Fuel Chemical Technology 38, 473-477 (2010)] o al óxido de magnesio mesoporoso [Bhagiyalakshmi *et al.*, International Journal of Greenhouse Gas Control 4, 51-56 (2010)], materiales ambos con una gran complejidad en cuanto a la preparación, y un coste muy superior. Además de la elevada capacidad específica, el óxido de magnesio de alta superficie aquí descrito es un material fácilmente regenerable mediante incremento de temperatura. Así, con una elevación de la temperatura a 450°C (muy por debajo de los 800°C que requieren los óxidos de calcio para su decarbonatación), se recupera su función como adsorbente. Asimismo, el material aquí descrito presenta la ventaja adicional de que su gestión, una vez usado, es muy sencilla, al no contener ningún elemento tóxico.

La invención es de aplicación en todos los procesos industriales donde se desarrollen combustiones, como en el sector energético, así como en otros procesos industriales donde se lleven a cabo reacciones químicas en las que se genera CO<sub>2</sub> (procesos de reformado húmedo o seco, reacción de desplazamiento del gas de agua, oxicomustiones, etc.). En todos estos procesos se generan gases ricos en CO<sub>2</sub> que puede ser recuperados mediante un proceso de adsorción en lecho fijo con el material objeto de la invención para su posterior concentración.

### Breve descripción de las figuras

La Fig. 1 muestra las isotermas de adsorción de nitrógeno de un óxido de magnesio comercial (MgO com.) y del óxido de magnesio de alta superficie (MgO inv.) de la invención. En el eje de abscisas se muestra la presión relativa de nitrógeno (definida como el cociente entre la presión parcial de nitrógeno, y su presión de vapor a la temperatura de ebullición), mientras que en el eje de ordenadas se muestra la cantidad de gas adsorbido en  $\text{cm}^3/\text{g}$ . Se observa como el óxido de magnesio de alta superficie (MgO inv.) presenta un mayor volumen de poros que el óxido de magnesio comercial (MgO com.), y un bucle de histéresis característico de materiales mesoporosos.

La Fig. 2 presenta los difractogramas de los óxidos de magnesio comercial (MgO com.) y de alta superficie (MgO inv.). En el eje de abscisas se representa el ángulo de difracción ( $2\theta$ , en  $^\circ$ ), mientras que en ordenadas la intensidad del haz difractado (int., en cuentas). Se observa como el MgO inv. presenta una cristalinidad mucho menos marcada que el óxido de magnesio comercial.

La Fig. 3 ilustra las isotermas de adsorción de  $\text{CO}_2$  a  $50^\circ\text{C}$  del óxido de magnesio de alta superficie de la invención, correspondientes a 6 ciclos consecutivos ( $1^\circ$ ,  $2^\circ$ ,  $3^\circ$ ,  $4^\circ$ ,  $5^\circ$  y  $6^\circ$ ). En el eje de abscisas se representa el tiempo (t) en horas, mientras que en ordenadas, la cantidad de  $\text{CO}_2$  adsorbido en  $\text{mmol/g}$ .

### Explicación de una forma de realización preferente

Para una mejor comprensión de la presente invención, se exponen los siguientes ejemplos de realización preferente, descritos en detalle, que deben entenderse sin carácter limitativo del alcance de la invención.

El método de preparación consistió en la hidratación con agua destilada de un óxido de magnesio comercial (n $^\circ$  CAS: 1309-48-4), a razón de 10 ml de agua por cada gramo de MgO, en condiciones de agitación severa a temperatura ambiente. La suspensión resultante se sometió a continuación a una etapa de envejecimiento a  $80^\circ\text{C}$  durante 4 horas, bajo agitación. El exceso de agua se eliminó mediante secado a  $85^\circ\text{C}$  durante toda la noche, obteniéndose así  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ . Finalmente se consiguió el MgO de alta superficie por tratamiento térmico del  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  en dos etapas, la primera a  $350^\circ\text{C}$  durante 5 h y la segunda a  $500^\circ\text{C}$  durante 8 h.

El análisis morfológico, mediante fisisorción de nitrógeno (Fig. 1) y difracción de rayos X (Fig. 2), de la muestra de MgO de partida y de la tratada ponen de manifiesto los cambios estructurales derivados del proceso. El área superficial específica se incrementó desde 25.8 hasta  $221 \text{ m}^2/\text{g}$ , mientras que el volumen de mesoporos pasó de  $0.166$  a  $1.15 \text{ cm}^3/\text{g}$ . Por su parte, los difractogramas reflejaron una cristalinidad mucho más acusada en el caso de la muestra comercial, lo que está en consonancia con su menor área superficial.

El estudio de la capacidad de adsorción de  $\text{CO}_2$  se llevó a cabo por termogravimetría. Para ello se empleó un programa consistente en varias etapas, a saber: en primer lugar se llevó a cabo un pretratamiento de la muestra a  $450^\circ\text{C}$  en flujo de nitrógeno para purgar la superficie; a continuación, la temperatura se descendió hasta  $50^\circ\text{C}$  para comenzar una etapa de saturación de  $\text{CO}_2$  durante 10 h y, finalmente, se realizó la desorción del  $\text{CO}_2$  adsorbido. Esta última etapa constó, a su vez, de dos fases: inicialmente se evacuó la parte fisisorbida por arrastre con  $\text{N}_2$  a temperatura constante ( $50^\circ\text{C}$ ) y, por último, se aplicó una rampa de temperatura de  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  hasta  $450^\circ\text{C}$  para eliminar la fracción quimisorbida. Este programa de adsorción a  $50^\circ\text{C}$ -desorción se aplicó tanto al MgO comercial, como al MgO de alta superficie. Las capacidades de adsorción de  $\text{CO}_2$  obtenidas para el MgO comercial y de alta superficie fueron  $0.40$  y  $1.50 \text{ mmol/m}^2$ , respectivamente, lo que demuestra la validez del método de preparación propuesto.

La capacidad de regeneración del MgO de alta superficie se estudió sometiendo a la muestra a 6 ciclos consecutivos de adsorción-desorción. Como se refleja en la Fig. 3, tras el primer ciclo la capacidad de adsorción se vio mermada, alcanzándose un valor residual prácticamente constante en los subsiguientes ciclos.

Por último, la influencia de la temperatura en la capacidad de adsorción del MgO de alta superficie se determinó llevando a cabo la etapa de saturación a distintas temperaturas, entre  $50$  y  $400^\circ\text{C}$ . Los datos obtenidos en función de la temperatura y el número de ciclos se recogen en la Tabla 1, donde puede constatarse una disminución de la capacidad de adsorción con la temperatura, presentando valores significativos, no obstante, hasta  $300^\circ\text{C}$ .

# ES 2 354 671 A1

TABLA 1

*Capacidad de adsorción de CO<sub>2</sub> (mmol/g) para la muestra MgO de alta superficie objeto de la invención, en función de la temperatura (50-400°C) y el número de ciclos de adsorción-desorción*

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55  
60  
65

ciclo	50 °C	100 °C	200 °C	300 °C	400 °C
1	1.50	1.33	0.87	0.47	0.11
2	1.00	1.04	0.75	0.38	0.14
3	0.92	0.99	0.72	0.36	0.12
4	0.92	0.96	0.69	0.33	0.12
5	0.88	0.93	0.70	0.34	0.11
6	0.84	0.92	0.65	0.31	0.11

**REIVINDICACIONES**

5 1. Método para la obtención de un óxido de magnesio de alta superficie y eficaz para la adsorción de CO<sub>2</sub> que comprende las siguientes etapas:

- 10 a. hidratación con agua destilada de un óxido de magnesio, a razón de entre 5 y 20 mL de agua por cada gramo de óxido de magnesio;
- b. envejecimiento de la suspensión a temperaturas entre 50 y 150°C y entre 2 y 24 horas;
- 15 c. secado de la suspensión anteriormente descrita a una temperatura entre 60 y 150°C, durante un tiempo entre 2 y 48 horas;
- d. primera etapa de tratamiento térmico del material procedente del secado a una temperatura entre 350 y 500°C, durante un tiempo entre 4 y 12 horas;
- 20 e. segunda etapa de tratamiento térmico del material procedente de secado, a una temperatura entre 350 y 500°C, durante un intervalo de tiempo entre 4 y 12 horas.

2. Óxido de magnesio de alta superficie, obtenido según la reivindicación 1, **caracterizado** por poseer una alta superficie específica mayor de 200 m<sup>2</sup>/g.

25 3. Óxido de magnesio de alta superficie, obtenido según la reivindicación 2, **caracterizado** porque su capacidad de adsorción de CO<sub>2</sub> en una mezcla de gases es superior a 0.1 mmol/g en un intervalo de temperaturas entre 50 y 400°C.

30 4. Óxido de magnesio de alta superficie, obtenido según la reivindicación 2, **caracterizado** porque tras una adsorción de CO<sub>2</sub> en una mezcla de gases, se regenera a partir de 450°C.

35 5. Uso del óxido de magnesio de alta superficie de las reivindicaciones 2, 3 ó 4 en procesos de captura selectiva de CO<sub>2</sub> en corrientes gaseosas que contienen CO<sub>2</sub>.

40

45

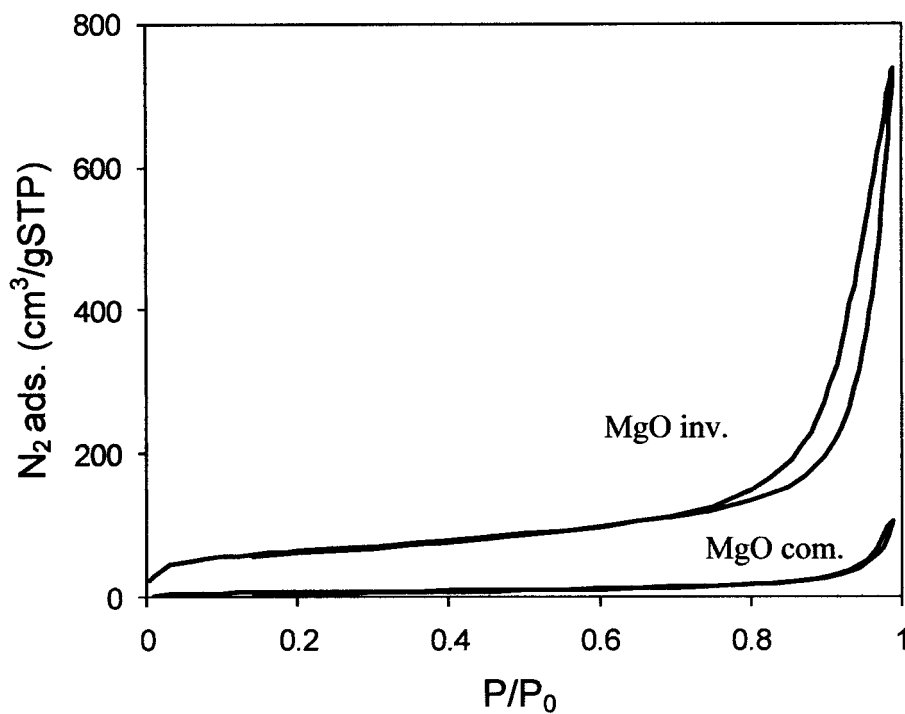
50

55

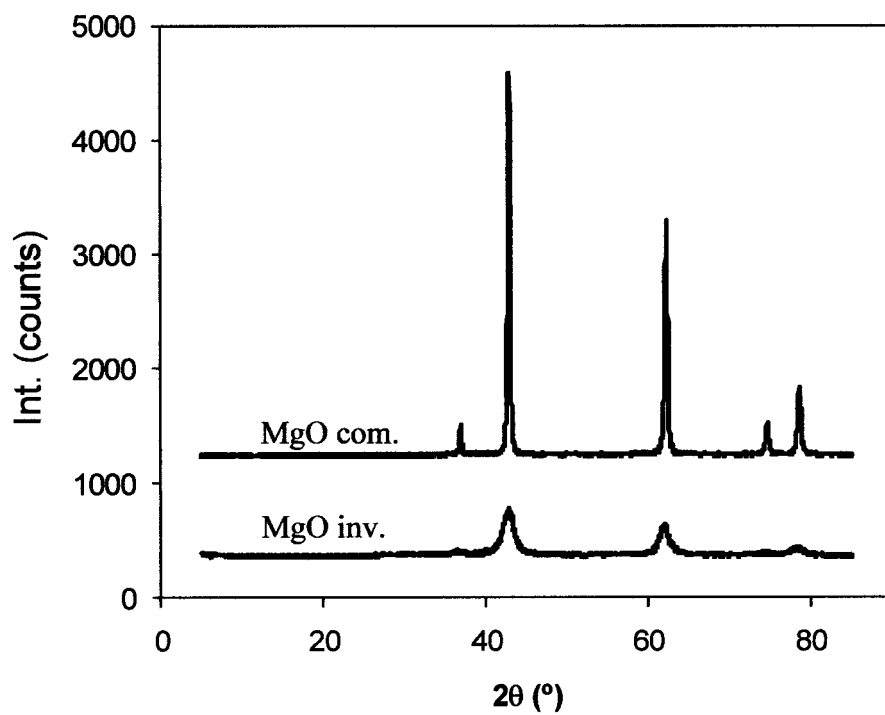
60

65

**FIG. 1**

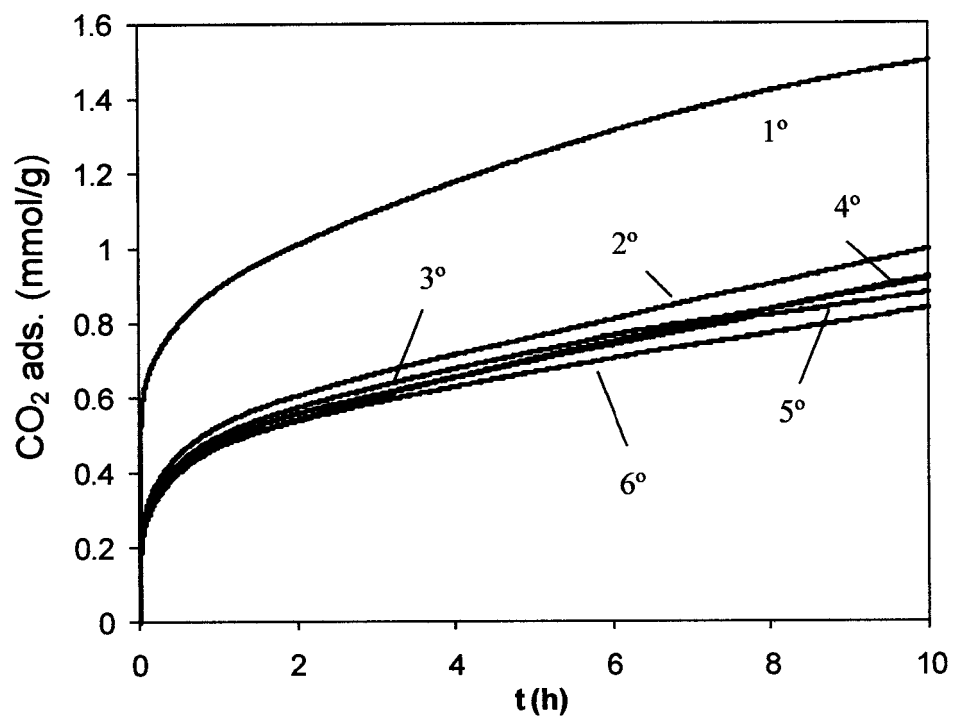


**FIG. 2**





**FIG. 3**





OFICINA ESPAÑOLA  
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②<sup>1</sup> N.º solicitud: 201100036

②<sup>2</sup> Fecha de presentación de la solicitud: 10.01.2011

③<sup>2</sup> Fecha de prioridad:

## INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤<sup>1</sup> Int. Cl.: Ver Hoja Adicional

### DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	EP 1074297 A2 (AIR PROD & CHEM) 07.02.2001, ejemplo 23, párrafo 66 y tabla 4.	1-5
A	BHAGIYALAKSHMI, M. et al. "Synthesis of mesoporous magnesium oxide: Its application to CO <sub>2</sub> chemisorption" International Journal of Greenhouse Gas Control, 15.09.2009, Volumen 4 Páginas 51-56; apartados 1 y 3.2.	1-5
A	WARD, S.M. et al. "Carbon dioxide sorption studies on magnesium oxide" Thermochimica Acta, 01.06.1983, Volumen 64 Páginas 107-114; apartados results y conclusion.	1-5

#### 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 nº:

Fecha de realización del informe  
25.02.2011

Examinador  
A. Urrecha Espluga

Página  
1/4

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

**B01J20/04** (01.01.2006)

**B01D53/62** (01.01.2006)

**C01F5/02** (01.01.2006)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

B01J, B01D, C01F

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, TXTUS, XPESP, NPL.

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 25.02.2011

**Declaración**

<b>Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)</b>	Reivindicaciones 1	<b>SI</b>
	Reivindicaciones 2-5	<b>NO</b>
<b>Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)</b>	Reivindicaciones	<b>SI</b>
	Reivindicaciones 1-5	<b>NO</b>

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

**Base de la Opinión.-**

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

**1. Documentos considerados.-**

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	EP 1074297 A2 (AIR PROD & CHEM)	07.02.2001

**2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración**

El objeto de la invención es un método para la obtención de un óxido de magnesio de alta superficie y eficaz para la adsorción de CO<sub>2</sub> y el producto obtenido por dicho procedimiento.

El documento D01 divulga un método para la obtención de una sal doble no estequiométrica de magnesio y un metal alcalino para la adsorción de CO<sub>2</sub>. En el ejemplo 23 se describe la obtención de un óxido de magnesio de elevada superficie que comprende la hidratación con 200ml de agua destilada de 5g de MgO, el envejecimiento de la suspensión a 90-95°C durante 3h y la separación del sólido por filtración. El producto se calcina a 315°C durante 24h. Se obtiene de este modo un MgO con una superficie específica de 236m<sup>2</sup>/g y una capacidad de adsorción de CO<sub>2</sub> reversible de 0.35mmol/g a 375°C (ejemplo 23, párrafo 66 y tabla 4).

Por tanto, el objeto técnico de las reivindicaciones 2-5 relativo al producto obtenido por el procedimiento recogido en la reivindicación 1, carece de novedad a la luz de lo divulgado en D01 (Art. 6 LP).

La diferencia entre el método de obtención de MgO de la reivindicación 1 de la solicitud y el divulgado en D01 radica en el secado y posterior tratamiento térmico del hidróxido de magnesio obtenido tras la etapa de envejecimiento. Si bien se puede reconocer novedad a dicho procedimiento, no es posible reconocer actividad inventiva al mismo, dado que el experto en la materia puede utilizar distintas rampas de temperatura-tiempo en el tratamiento térmico del hidróxido de magnesio para la obtención de un mismo producto en el ejercicio de una actividad rutinaria, sin que implique esfuerzo inventivo.

Por tanto, el objeto técnico de la reivindicación 1 carece de actividad inventiva a la luz de lo divulgado en D01 (Art. 8 LP).