



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 359 687**

(51) Int. Cl.:
B01D 53/047 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **03014498 .4**

(96) Fecha de presentación : **03.07.2003**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1380336**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **14.01.2004**

(54) Título: **Funcionamiento y optimización del proceso de adsorción de oscilación de presión.**

(30) Prioridad: **10.07.2002 US 192360**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
25.05.2011

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
25.05.2011

(73) Titular/es: **AIR PRODUCTS AND CHEMICALS, Inc.**
7201 Hamilton Boulevard
Allentown, Pennsylvania 18195-1501, US

(72) Inventor/es: **Graham, David Ross;**
Whitley, Roger Dean;
Chiang, Robert Ling;
Weist, Edward Landis, Jr.;
Golden, Timothy Christopher y
Labuda, Matthew James

(74) Agente: **Ungría López, Javier**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Funcionamiento y optimización del proceso de adsorción de oscilación de presión

5 Antecedentes de la invención

La adsorción de oscilación de presión es un importante proceso de separación de gas que se usa ampliamente en las industrias de procesamiento y fabricación. La adsorción de oscilación de presión se usa para recuperar productos de gas de alta pureza a partir de corrientes de gas de proceso en crudo, por ejemplo en producción de hidrógeno, o como alternativa para productos de gas atmosférico transportado o para procesos de separación de aire criogénico "in situ". El proceso de adsorción de oscilación de presión se ha desarrollado en gran medida para la separación de una amplia variedad de mezclas de gas que incluyen, por ejemplo, la separación de aire para proporcionar productos de oxígeno y nitrógeno. Para volúmenes más pequeños de producto en aplicaciones de separación de aire, los procesos de adsorción de oscilación de presión pueden usar una única base adsorbente y uno o más tanques de almacenamiento de gas para proporcionar una corriente constante de producto así como gas para la represurización y purga. En mayores volúmenes de producto, se usan múltiples bases adsorbentes en paralelo con ciclos superpuestos para generar una corriente constante de producto así como para proporcionar gas para la represurización y purga.

Pueden funcionar procesos de adsorción de oscilación de presión en los que las presiones máximas y mínimas de ciclo son ambas superatmosféricas, en los que la presión máxima de ciclo es superatmosférica y la presión mínima de ciclo es atmosférica, en los que la presión máxima de ciclo es superatmosférica y la presión mínima de ciclo es subatmosférica, o en los que la presión máxima de ciclo es casi atmosférica y la presión mínima de ciclo es subatmosférica. Los dos últimos procesos se han descrito en la técnica como adsorción de oscilación de presión al vacío (AOPV) y adsorción de oscilación al vacío (AOV). Para los fines de la siguiente divulgación, se usará el término genérico "adsorción de oscilación de presión" o AOP para describir cualquier proceso cíclico de adsorción de gas que utiliza el efecto de la presión sobre la capacidad adsorbente para separar mezclas de gas. Las presiones utilizadas en un proceso genérico de AOP pueden ser superatmosféricas, subatmosféricas, atmosféricas o combinaciones de las mismas.

La tecnología del proceso AOP ha mejorado de manera significativa durante la última década. Los ciclos sofisticados de proceso y los adsorbentes mejorados han llevado a un funcionamiento más eficiente y económico de plantas de AOP, en particular para la separación de aire, la recuperación de hidrógeno y monóxido de carbono a partir de la síntesis de gas, y la recuperación de hidrógeno e hidrocarburos ligeros a partir de corrientes de gas en refinerías y plantas petroquímicas. Se desean más mejoras y los usuarios de tecnología AOP continúan buscándolas.

Dos medidas importantes de la actuación del proceso AOP son la cantidad de adsorbente requerido para un índice determinado de producción y la recuperación porcentual del producto deseado a partir de la mezcla de gas de alimentación. Un método conocido para reducir el requisito adsorbente es disminuir el tiempo de ciclo con la envoltura de la presión manteniéndose constante. Sin embargo, una disminución en el tiempo de ciclo puede tener un impacto negativo en la recuperación. Además, las reducciones en el tiempo de ciclo pueden llevar a problemas graves causados por las resultantes elevadas velocidades de gas, que incluyen elevada caída de presión, fluidización y desgaste del material adsorbente. Por lo tanto, se necesita un método para seleccionar condiciones óptimas de funcionamiento para sistemas de AOP para que pueda conseguirse una compensación apropiada entre el bajo requisito adsorbente asociado con los ciclos rápidos y los potenciales efectos negativos asociados con los ciclos rápidos. La presente invención, que se describe a continuación y se define con las reivindicaciones a continuación, proporciona un método simple para conseguir esta compensación.

El documento WO02/49742 desvela un proceso para la separación de un gas preferente a partir de una mezcla de gas, en el que dicha mezcla de gas pasa por un adsorbente que tiene un coeficiente de transferencia de masa (CTM) para oxígeno de al menos 12/seg. El índice de flujo de alimentación de dicha mezcla de gas se establece como flujo molar.

El documento EP 1 188 470 A2 se refiere a la adsorción de oscilación de presión usando una base adsorbente con múltiples capas en las que se deja que el adsorbente se mezcle entre dichas dos capas. Este documento da información sobre $t_{\text{alimentación}}$ pero no desvela explícitamente los coeficientes de transferencia de masa.

El documento WO03/004135 se dirige a un proceso de adsorción de oscilación de presión para la producción de hasta 15 LPM de oxígeno a partir de aire usando un adsorbente que tiene un coeficiente de transferencia de masa que es igual o mayor que 100/seg. El índice de flujo de alimentación se da en términos de flujo molar. Además, en la reivindicación 2 se establece que el tiempo total para un único ciclo adsorción/desorción es inferior a 10 segundos.

Breve resumen de la invención

La invención se refiere a un proceso de adsorción de oscilación de presión que comprende introducir una mezcla de gas de alimentación en una entrada de un vaso adsorbedor durante un periodo de alimentación, en el que la mezcla de gas de alimentación contiene un componente más fuertemente adsorbible y un componente menos fuertemente adsorbible y el vaso adsorbedor contiene una base de material adsorbente que adsorbe selectivamente el componente más fuertemente adsorbible y retirar un gas de producto enriquecido en el componente menos fuertemente adsorbible de una salida del vaso adsorbedor durante al menos una parte del periodo de alimentación, en el que el coeficiente de transferencia de masa compensado por el ciclo adimensional definido como $K \frac{t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}}{V_{\text{alimentación}}}$ se mantiene en el orden de aproximadamente 23 a 250, en el que K es el coeficiente de transferencia de masa de fuerza conductora lineal para la difusión del componente más fuertemente adsorbible en el adsorbente más cercano a un extremo del producto de la base del material adsorbente, $t_{\text{alimentación}}$ es la duración del periodo de alimentación, V_{ads} es el volumen vacío de una sección del vaso adsorbedor que contiene la base del material adsorbente y $V_{\text{alimentación}}$ es el volumen de la mezcla de gas de alimentación introducido en la entrada del vaso adsorbedor durante el periodo de alimentación, y en el que $V_{\text{alimentación}}$ se define como NRT/P_{ads} , donde N es el número de moles de la mezcla de gas de alimentación introducidos en la entrada del vaso adsorbedor durante el periodo de alimentación $t_{\text{alimentación}}$, R es la constante universal de los gases, T es la temperatura media absoluta de la mezcla de gas de alimentación en la entrada del vaso adsorbedor y P_{ads} es la presión absoluta del gas de alimentación en la entrada del vaso adsorbedor. El componente más fuertemente adsorbido puede ser nitrógeno y el componente menos fuertemente adsorbido puede ser oxígeno.

El valor de $K \frac{t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}}{V_{\text{alimentación}}}$ puede mantenerse en el orden de aproximadamente 23 a aproximadamente 100. El material adsorbente puede comprender una o más zeolitas, con o sin material aglutinante, seleccionadas del grupo consistente en las zeolitas CaA, NaX, CaX, BaX, LiX, NaLSX, CaLSX, BaLSX y LiLSX.

El componente más fuertemente adsorbido puede ser monóxido de carbono y el componente menos fuertemente adsorbido puede ser hidrógeno. En esta realización, $K \frac{t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}}{V_{\text{alimentación}}}$ puede mantenerse en el orden de aproximadamente 66 a aproximadamente 250. El material adsorbente puede comprender una o más zeolitas, con o sin material aglutinante, seleccionadas del grupo consistente en las zeolitas CaA, NaX, CaX, BaX, LiX, NaLSX, CaLSX, BaLSX y LiLSX.

Típicamente, la duración del periodo de alimentación está en el orden de aproximadamente 7 a aproximadamente 20 segundos y el material adsorbente comprende partículas con un diámetro medio de partícula en el orden de aproximadamente 1,2 a aproximadamente 1,6 mm. Más específicamente, la duración del periodo de alimentación puede estar en el orden de aproximadamente 3 a aproximadamente 60 segundos y el material adsorbente puede comprender partículas con un diámetro medio de partícula en el orden de aproximadamente 0,8 a aproximadamente 1,2 mm.

La duración del periodo de alimentación puede estar en el orden de aproximadamente 0,25 a aproximadamente 30 segundos y el material adsorbente puede comprender partículas con un diámetro medio de partícula en el orden de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 0,8 mm.

El proceso puede además comprender un periodo de purga durante el cual un gas de purga se introduce en el vaso adsorbedor y pasa a través de la base del material adsorbente para desorber el material más fuertemente adsorbido, en el que el valor de $(\Delta P/P)_{\text{purga}}$ se mantiene por debajo de aproximadamente 0,3, donde ΔP es la caída de presión a través de la base del material adsorbente al final del periodo de purga y P es la presión mínima absoluta en la base del material adsorbente al final del periodo de purga.

La base del material adsorbente puede comprender dos o más adsorbentes.

El funcionamiento del proceso de adsorción de oscilación de presión puede controlarse seleccionando un valor deseado de un coeficiente de transferencia de masa compensado por el ciclo adimensional definido como $K \frac{t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}}{V_{\text{alimentación}}}$ y ajustando la velocidad de flujo del gas de alimentación, la duración del periodo de alimentación o la velocidad de flujo del gas de alimentación y la duración del periodo de alimentación para mantener el valor deseado de $K \frac{t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}}{V_{\text{alimentación}}}$, donde K es el coeficiente de transferencia de masa de fuerza conductora lineal para la difusión del componente más fuertemente adsorbible en el adsorbente más cercano a un extremo del producto de la base del material adsorbible, $t_{\text{alimentación}}$ es la duración del periodo de alimentación, V_{ads} es el volumen vacío de una sección del vaso adsorbedor que contiene la base del material adsorbente y $V_{\text{alimentación}}$ es el volumen de la mezcla de gas de alimentación introducido en la entrada del vaso adsorbedor durante el periodo de alimentación, y en el que $V_{\text{alimentación}}$ se define como NRT/P_{ads} , donde N es el número de moles de la mezcla de gas de alimentación introducidos en la entrada del vaso adsorbedor durante el periodo de alimentación $t_{\text{alimentación}}$, R es la constante universal de los gases, T es la temperatura media absoluta de la mezcla de gas de alimentación en la

entrada del vaso adsorbedor y P_{ads} es la presión absoluta del gas de alimentación en la entrada del vaso adsorbedor.

El valor deseado de $K \frac{V_{ads}}{V_{alimentación}}$ puede estar en el orden de aproximadamente 23 a aproximadamente 250. En esta realización, el componente más fuertemente adsorbido puede ser nitrógeno y el material menos fuertemente adsorbido puede ser oxígeno. El valor deseado de $K \frac{V_{ads}}{V_{alimentación}}$ puede situarse en el orden de aproximadamente 23 a aproximadamente 100. El material adsorbente puede comprender una o más zeolitas, con o sin material aglutinante, seleccionadas del grupo consistente en las zeolitas CaA, NaX, CaX, BaX, LiX, NaLSX, CaLSX, BaLSX y LiLSX.

El componente más fuertemente adsorbido puede ser monóxido de carbono y el material menos fuertemente adsorbido puede ser hidrógeno. En esta realización, el valor deseado de $K \frac{V_{ads}}{V_{alimentación}}$ puede situarse en el orden de aproximadamente 66 a aproximadamente 250. El material adsorbente puede comprender una o más zeolitas, con o sin material aglutinante, seleccionadas del grupo consistente en las zeolitas CaA, NaX, CaX, BaX, LiX, NaLSX, CaLSX, BaLSX y LiLSX.

El índice de flujo de gas de purga puede contralarse de manera que $(\Delta P/P)_{purga}$ se mantiene por debajo de aproximadamente 0,3, donde ΔP es la caída de presión a través de la base del material adsorbente al final del periodo de purga y P es la presión mínima absoluta en la base del material adsorbente al final del periodo de purga.

La base del material adsorbente puede comprender dos o más adsorbentes.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es un gráfico del índice de producción frente al coeficiente de transferencia de masa de fuerza conductora lineal para los procesos ejemplares de adsorción de oscilación de presión.

La Fig. 2 es un gráfico del índice de producción a escala frente al coeficiente de transferencia de masa compensado por el ciclo adimensional para los procesos ejemplares de adsorción de oscilación de presión.

La Fig. 3 es un gráfico del índice de producción frente al coeficiente de transferencia de masa compensado por el ciclo adimensional para valores de $K \frac{V_{ads}}{V_{alimentación}}$ para los procesos ejemplares de adsorción de oscilación de presión.

La Fig. 4 es un gráfico de la recuperación porcentual frente al coeficiente de transferencia de masa compensado por el ciclo adimensional para los procesos ejemplares de adsorción de oscilación de presión.

La Fig. 5 es un gráfico del índice de producción frente a $(\Delta P/P)_{purga}$ para la producción de oxígeno a partir de aire.

Descripción detallada de la invención

Los procesos de AOP pueden categorizarse por la naturaleza de las interacciones entre las moléculas de gas que se están separando y el material adsorbente. La separación de gas se realiza por el hecho de que cada componente en una mezcla de gas se caracteriza por un grado diferente de interacción en el nivel molecular con la superficie y la estructura interna del poro del material adsorbente. Un tipo de proceso de AOP es un proceso basado en el equilibrio en el que la separación se efectúa mediante diferentes capacidades de adsorción de equilibrio del adsorbente para cada uno de los componentes en la mezcla de gas. Los ejemplos de separaciones basadas en el equilibrio incluyen la separación de oxígeno de aire usando adsorbentes de zeolita; la separación de hidrógeno de mezclas que contienen metano, dióxido de carbono, monóxido de carbono e hidrógeno usando adsorbentes de zeolita y/o carbono activado; y la retirada de vapor de agua de corrientes de gas usando adsorbentes de zeolita o alúmina activada. Un segundo tipo de proceso de AOP es un proceso basado en la cinética en el que la separación se efectúa mediante diferentes índices de adsorción de cada componente en el material adsorbente. Los ejemplos de separaciones basadas en la cinética incluyen la producción de nitrógeno de alta pureza a partir de aire usando adsorbentes de tamiz molecular de carbono. La presente invención está específicamente relacionada con las separaciones basadas en el equilibrio que usan adsorción de oscilación de presión.

La actuación de un sistema de AOP basado en el equilibrio está influenciada por un número de parámetros y propiedades del sistema que incluyen capacidad de trabajo, selectividad del adsorbente, tiempo de ciclo, caída de presión, proporción de presión, geometría del vaso adsorbedor y las propiedades de transferencia de masa del adsorbente. Los efectos de algunos de estos parámetros sobre la actuación son bien conocidos. Por ejemplo, generalmente se desean los adsorbentes con capacidades activas elevadas y selectividades elevadas. Sin embargo, para un material adsorbente determinado, la elección apropiada de un tiempo de ciclo y de la geometría del vaso

adsorbedor también tiene un impacto significativo sobre la actuación del sistema influenciando en la caída de presión en la base adsorbente y los efectos de la transferencia de masa. Actualmente, no existe ningún método satisfactorio para optimizar la actuación de un sistema de AOP seleccionando el tiempo de ciclo apropiado y la configuración del vaso para materiales adsorbentes determinados.

En el desarrollo de la presente invención se descubrió inesperadamente que algunos de los parámetros importantes que determinan la actuación de los sistemas de AOP podían elegirse de acuerdo con un criterio muy simple. Se descubrió que los sistemas de adsorción que funcionan con ciertas combinaciones de tiempo de ciclo, índice de transferencia de masa adsorbente, índice de flujo de gas de alimentación y el volumen adsorbente producen una actuación óptima del proceso.

La actuación de los sistemas de AOP puede presentarse matemáticamente usando modelos conocidos de procesos de adsorción. En el desarrollo de la presente invención, la transferencia de gas de la fase de gas al adsorbente se presentó usando el modelo bien conocido de transferencia de masa de fuerza conductora lineal descrito, por ejemplo, en la Publicación PCT WO 99/43416. La relación básica de la transferencia de masa se da como:

$$\rho_b \frac{\partial q_i}{\partial t} = K_i (c_i - c_i^*) \quad (1)$$

donde P_b es la densidad empaquetada del adsorbente, q_i es la carga media del adsorbato i sobre el adsorbente, t es el tiempo, K_i es el coeficiente de transferencia de masa de fuerza conductora lineal para la difusión del componente i en el adsorbente, c_i es la concentración del componente i en la fase de gas y c_i^* es la concentración de gas en equilibrio con la fase adsorbida. El coeficiente de transferencia de masa puede calcularse usando la ecuación

$$K_i = \frac{60 \varepsilon_p (1 - \varepsilon_b) D_p}{d_p^2} \quad (2)$$

donde ε_p es la porosidad de las gotas o partículas adsorbentes, ε_b es la fracción vacía de la base adsorbente, D_p es la difusividad eficaz del poro y d_p es el diámetro medio de gota o partícula. La definición de D_p incluye el factor de tortuosidad de los poros en el adsorbente.

Otras formas del modelo de fuerza conductora lineal dan expresiones diferentes. Por ejemplo, la Patente de Estados Unidos N° 5.672.195 describe un modelo de fuerza lineal en el que el coeficiente de fuerza conductora lineal puede darse por

$$a_k = \frac{15 D_p}{r_p^2} \left(\frac{1}{1 + \frac{1 - \varepsilon_p}{\varepsilon_p} K_h} \right) \quad (3)$$

donde r_p es el radio medio de las gotas o partículas adsorbentes y K_h es el coeficiente de la Ley de Henry, por lo que K_i se relaciona con a_k mediante la siguiente relación:

$$K_i = a_k (1 - \varepsilon_b) (\varepsilon_p + (1 - \varepsilon_p) K_h) \quad (4)$$

Mientras que la ecuación (2) proporciona un método para calcular K_i , el método preferente para determinar K_i es realizar un test avanzado o de longitud de base no usada, que es un método habitual para medir la cinética de adsorción. Los tests para este fin se describen, por ejemplo, en la Publicación PCT WO 99/43416 y los datos del test avanzado se describen en Gas Separation by Adsorption Processes por Ralph T. Yang, Imperial College Press, 1987, págs. 141-200.

A continuación se describe un procedimiento preferente para realizar el test avanzado.

1) El adsorbente que va a examinarse se carga en un vaso de adsorción. La base adsorbente debería ser lo suficientemente larga como para que los efectos de entrada sean insignificantes. Una geometría preferente para la base adsorbente es un diámetro de 2,54 cm (1 pulgada) y una longitud de 152 cm (60 pulgadas).

2) La base se satura con el componente menos fuertemente adsorbido de la mezcla de gas que va a separarse fluyendo el gas menos fuertemente adsorbido como un componente puro en la entrada de la base hasta que la composición de gas de salida está lo más cerca posible de la composición de entrada. La presión, temperatura e índice de flujo molar del gas en la salida de la base deberían ser lo más próximos posibles a las condiciones de alimentación del proceso real, por ejemplo, aproximadamente 300 °K y $1,5 \cdot 10^5$ Pa (1,5 atm) para la separación de aire.

3) La composición del gas de entrada cambia rápidamente a un valor lo más próximo posible a la composición del gas de alimentación para el proceso real. La presión, temperatura e índice de flujo molar no se cambian. Se controlan la composición de gas, el índice de flujo molar, la presión y la temperatura del gas que sale de la base.

4) Los resultados del test avanzado se simulan resolviendo las ecuaciones de masa, momento y conservación de energía y usando el modelo de fuerza conductora lineal para evaluar el índice de transferencia de masa de la fase de gas al adsorbente. Las ecuaciones determinantes se describen en el artículo de D. G. Hartzog y S. Sircar titulado "Sensitivity of PSA Process Performance to Input Variables" en Adsorption, 1, 133-151 (1995). La solución de estas ecuaciones se describe en el texto de referencia citado anteriormente. También, un programa de simulación que resuelve las ecuaciones determinantes se describe en un artículo de R. Kumar, V. G. Fox, D. G. Hartzog, R. E. Larson, Y. C. Chen, P. A., Houghton y T. Naheiri titulado "A Versatile Process Simulator for Adsorptive Separations" en Chemical Engineering Science, Vol. 49, N° 18, págs. 3115-3125.

5) Las simulaciones se repiten con diferentes valores de K_i hasta que se determinan los valores que mejor se ajustan a los datos experimentales.

Se simuló un sistema AOP para la separación de oxígeno de aire usando un programa de ordenador similar al descrito en el artículo de Kumar citado anteriormente. El sistema AOP incluyó un tanque de almacenamiento de gas y un único vaso adsorbedor que se llenó con una base de material adsorbente. El ciclo del proceso para el sistema consistió en repetir las etapas de alimentación, evacuación y purga. La etapa de alimentación comprendió dos fases. Para la primera fase, el vaso adsorbedor se presurizó introduciendo aire en su extremo de alimentación. Para la segunda fase, el aire continuó fluyendo en el extremo de la alimentación del vaso adsorbedor mientras un gas de producto rico en oxígeno se retiró del extremo del producto del vaso. El gas rico en oxígeno fluyó al tanque de almacenamiento de gas. Para la etapa de evacuación, el vaso se despresurizó cerrando el extremo de su producto y retirando el gas del extremo de su alimentación. Para la etapa de purga, se continuó retirando el gas del extremo de alimentación del vaso mientras se introdujo el gas de purga del tanque de almacenamiento en el extremo del producto del vaso. Una corriente de producto se retiró continuamente del tanque de almacenamiento de gas. Se controló el índice de flujo de corriente de producto para mantener una concentración media de oxígeno del 90% en el tanque de almacenamiento de gas. El índice de flujo de gas de purga se estableció en un valor que maximizó el índice de flujo de corriente de gas. La temperatura del gas de alimentación fue 48,9 °C (120 °F) y la temperatura ambiente que rodeó el vaso adsorbedor fue 37,8 °C (100 °F). Se asumió que un sistema apropiado de retención eliminó la fluidización y el desgaste del adsorbente.

Las simulaciones abarcaron la amplia gama de condiciones de funcionamiento dadas en las Tablas 1 y 2. La Tabla 1 muestra el nombre asignado a cada conjunto de condiciones de funcionamiento, el tipo de adsorbente, el tamaño de partícula adsorbente, el diámetro de la base adsorbente y la longitud de la cama adsorbente. La Tabla 2 muestra los tiempos de la etapa del ciclo y el final de las presiones de la etapa evaluadas en el extremo de la alimentación de la base del material adsorbente. Para cada conjunto de condiciones de funcionamiento, las simulaciones se realizaron con una gama de coeficientes de transferencia de masa.

Tabla 1

Nombre del Conjunto	Adsorbente	Tamaño de Partícula Adsorbente (mm)	Diámetro de Base Adsorbente (pulgadas)	Longitud de Base Adsorbente (pulgadas)
Ciclo de 27 seg	zeolita del tipo X intercambiada con Li	0,85	(12,4) 31,5 cm	(15,6) 39,6 cm
Ciclo de 13,5 seg	zeolita del tipo X intercambiada con Li	0,85	(12,4) 31,5 cm	(15,6) 39,6 cm
P más alto	zeolita del tipo X intercambiada con Li	0,85	(12,4) 31,5 cm	(15,6) 39,6 cm
Producción baja	zeolita del tipo X intercambiada con Li	0,85	(2,5) 6,4 cm	(20) 51 cm
Alimentación corta	zeolita del tipo X intercambiada con Li	0,85	(12,4) 31,5 cm	(15,6) 39,6 cm
Adsorbente de baja capacidad	zeolita del tipo X intercambiada con Li con baja capacidad	0,85	(12,4) 31,5 cm	(15,6) 39,6 cm
Adsorbente de baja selectividad	zeolita del tipo X intercambiada con Na	0,85	(12,4) 31,5 cm	(15,6) 39,6 cm

Tabla 2

Nombre del Conjunto	Tiempos de etapa Alimentación/Evacuación/Purga (segundos)	Final de presiones de etapa Alimentación/Evacuación/Purga (atm)
Ciclo de 27 seg	10/9/8	(1,5/0,33/0,33) 152/33,4/33,4 [$\cdot 10^3$ Pa]
Ciclo de 13,5 seg	5/4,5/4	(1,5/0,33/0,33) 152/33,4/33,4 [$\cdot 10^3$ Pa]
P más alto	10/9/8	(3,0/0,33/0,33) 304/33,4/33,4 [$\cdot 10^3$ Pa]
Producción baja	10/9/8	(1,5/0,33/0,33) 152/33,4/33,4 [$\cdot 10^3$ Pa]
Alimentación corta	5/9/8	(1,5/0,33/0,33) 152/33,4/33,4 [$\cdot 10^3$ Pa]
Adsorbente de baja capacidad	10/9/8	(1,5/0,33/0,33) 152/33,4/33,4 [$\cdot 10^3$ Pa]
Adsorbente de baja selectividad	10/9/8	(1,5/0,33/0,33) 152/33,4/33,4 [$\cdot 10^3$ Pa]

5

Los resultados de simulación se muestran en la Fig. 1, en la que el índice de producción del sistema, definido como índice de flujo de la corriente del producto con 90% de oxígeno, se determina como una función del coeficiente de transferencia de masa de fuerza conductora lineal para varias condiciones del ciclo del proceso mostradas en las Tablas 1 y 2. El índice de producción de litros habituales por minuto en la Fig. 1 se define a 21 °C (70 °F) y 101·10³Pa (una atmósfera) absoluta. Ciertas combinaciones de condiciones de funcionamiento producen elevados

10

índices de producción, mientras que otras combinaciones producen índices más bajos de producción. A partir de los datos de la Fig. 1, está claro que la actuación de los sistemas de AOP es complicada y que no existen pautas obvias para determinar las condiciones óptimas de funcionamiento.

Mientras los resultados en la Fig. 1 no muestran tendencias obvias, se descubrió que los resultados podían correlacionarse como se muestra en la Fig. 2, que es un gráfico del índice de producción a escala como una función de un coeficiente de transferencia de masa compensado por el ciclo adimensional definido como $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}} / V_{\text{alimentación}}$. Aquí, K es el coeficiente de transferencia de masa de fuerza conductora lineal para la difusión en el adsorbente o capa del adsorbente más cercano al extremo del producto de la base del material adsorbente del componente que limita la pureza del producto. Por ejemplo, en la separación de oxígeno de aire, el nitrógeno es el componente que limita la pureza del producto de oxígeno, y el limitador K es para la difusión de nitrógeno en el adsorbente más cercano al extremo del producto de la base del material adsorbente. En el presente documento, el extremo del producto de la base se define como la superficie de la base de la que se retira el gas del producto. En un vaso adsorbedor cilíndrico que contiene una base adsorbente cilíndrica convencional, esta superficie es circular y está cerca o es adyacente a la salida del vaso adsorbedor. En un vaso adsorbedor cilíndrico que contiene una base adsorbente de flujo radial, esta superficie es cilíndrica y está en comunicación fluida con la salida del vaso adsorbedor. En cualquier tipo de base adsorbedora, el gas del producto se retira por la salida del vaso adsorbedor. $t_{\text{alimentación}}$ es el tiempo de alimentación del sistema de adsorción definido como el período de tiempo durante el que el gas de alimentación se introduce en el vaso adsorbedor (incluyendo la represurización de alimentación así como las etapas del producto de alimentación/realización), V_{ads} es el volumen vacío de una sección del vaso adsorbedor que contiene la base del material adsorbente y $V_{\text{alimentación}}$ es la cantidad de gas introducido en el sistema durante el tiempo de alimentación. En concreto, $V_{\text{alimentación}}$ se calcula como

$$V_{\text{alimentación}} = \frac{NRT}{P_{\text{ads}}} \quad (5)$$

donde N es el número de moles introducidos en la entrada del vaso adsorbedor durante el tiempo de alimentación $t_{\text{alimentación}}$, R es la constante universal de los gases, T es la temperatura media absoluta del gas introducido en el vaso adsorbedor y P_{ads} es la presión absoluta del gas de alimentación en la entrada del vaso adsorbedor.

El siguiente procedimiento se usó para determinar el índice de producción a escala: (1) el valor del índice de producción que corresponde al valor más grande K se seleccionó para cada conjunto de condiciones de funcionamiento en la Fig. 1, y (2) todos los valores del índice de producción en cada conjunto de condiciones de funcionamiento se dividieron entre el valor seleccionado del índice de producción. El componente que limita la pureza del producto se define como el componente más fuertemente adsorbible de la mezcla de gas de alimentación que debe mantenerse por debajo de un cierto valor para que el producto de gas sea aceptable. Cuando más de un componente debe mantenerse por debajo de un cierto valor, debería elegirse el componente con el valor más bajo de K_i . Una vez que se identifica el componente que limita la pureza del producto, $K = K_i$ donde i se refiere al componente que limita la pureza del producto. Con el coeficiente de transferencia de masa compensado por el ciclo adimensional como parámetro correlativo, todos los datos en la Fig. 2 caen a lo largo de la misma curva. La Fig. 2 también incluye resultados de una simulación de un sistema de AOP para la producción de hidrógeno a partir de una alimentación típica de un reformador de metano con vapor. Los datos para los diversos casos de producción de oxígeno y el caso de producción de hidrógeno caen a lo largo de la misma curva.

La relación entre el índice de producción a escala y el coeficiente de transferencia de masa compensado por el ciclo adimensional $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}} / V_{\text{alimentación}}$ se usó a continuación para calcular el índice de producción como una función de $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}} / V_{\text{alimentación}}$ para dos valores diferentes de la proporción $K V_{\text{ads}} / V_{\text{alimentación}}$. Los resultados se muestran en la Fig. 3, que ilustra que para cada valor de $K V_{\text{ads}} / V_{\text{alimentación}}$, el índice de máxima producción se da en un valor de $K V_{\text{ads}} / V_{\text{alimentación}}$ de aproximadamente 23. El índice de producción de litros habituales por minuto en la Fig. 3 se define a 21 °C (70 °F) y una atmósfera absoluta. El requisito adsorbente, que se define como el peso del adsorbente en kilogramos dividido entre el índice de producción del sistema en litros habituales por minuto, es inversamente proporcional al índice de producción. Por lo tanto, las condiciones de funcionamiento que maximizan el índice de producción son las mismas operaciones de funcionamiento que minimizan el requisito adsorbente.

Otro parámetro importante de actuación para un sistema de AOP es la recuperación, definida como el porcentaje molar del producto deseado introducido en el sistema de adsorción que sale con la corriente del producto. La recuperación como una función $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}} / V_{\text{alimentación}}$ se da en la Fig. 4, que muestra que se alcanza asintóticamente un valor máximo para la recuperación cuando el valor de $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}} / V_{\text{alimentación}}$ aumenta. Debido a que la recuperación máxima se alcanza asintóticamente, en la práctica el límite superior de $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}} / V_{\text{alimentación}}$ se elige para que la recuperación sea al menos aproximadamente el 99% del límite

asintótico. A partir de la Fig. 4 se puede ver que el 99% del límite asymptótico de recuperación se da en un valor $K_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ de aproximadamente 250. Un sistema genérico de AOP funciona de modo que el coeficiente de transferencia de masa compensado por el ciclo adimensional se encuentre en el orden de aproximadamente $23 < K_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}} < 250$. Para los sistemas de producción de oxígeno, en los que un pequeño requisito adsorbente es importante, un orden más preferente de funcionamiento es aproximadamente $23 < K_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}} < 100$. Para la producción de hidrógeno, un nivel de funcionamiento de aproximadamente $66 < K_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}} < 250$ es preferente ya que la recuperación del producto es un factor importante de funcionamiento.

Para conseguir el máximo beneficio con este modo de funcionamiento, los efectos negativos asociados con la caída de presión no deberían limitar la actuación. Los efectos de caída de presión en la actuación de sistemas se determinaron simulando los sistemas de AOP usados para producir oxígeno a partir de aire. Los ciclos del proceso y las condiciones de funcionamiento para los sistemas simulados fueron los mismos que los elegidos para el caso "ciclo de 27 seg" en las Tablas 1 y 2. El valor adsorbente se mantuvo constante y las simulaciones se realizaron para varias proporciones de la longitud de la base adsorbente L con el área transversal de la base adsorbente A. Los resultados se muestran en la Fig. 5, en la que el índice de producción se determina como una función de $(\Delta P/P)_{\text{purga}}$, donde ΔP es la caída de presión a lo largo de la base del material adsorbente al final de periodo de purga y P es la presión mínima absoluta en la base del material adsorbente al final de periodo de purga. El índice de producción de litros habituales por minuto en la Fig. 5 se define a 21 °C (70 °F) y una atmósfera absoluta. Los sistemas con valores más pequeños de $(\Delta P/P)_{\text{purga}}$ dan mayores índices de producción, y los sistemas con un $(\Delta P/P)_{\text{purga}}$ de menos de aproximadamente 0,3 son preferentes. En la práctica, el valor $(\Delta P/P)_{\text{purga}}$ puede minimizarse usando una base de material adsorbente con un pequeño valor de L/A. Las bases adsorbentes con valores pequeños de L/A también tienen una menor probabilidad de fluidización y desgaste del adsorbente.

El término genérico "material adsorbente" como se usa en el presente documento significa cualquier material o combinación de materiales capaces de adsorber componentes gaseosos. El término "adsorbente" se refiere a un tipo específico de material adsorbente, por ejemplo, carbono activado. Un adsorbente puede tener la forma de material granular poroso como, por ejemplo, gotas, gránulos y extrudados. Como alternativa, un adsorbente puede tener la forma de una estructura puede tener la forma de una estructura autoportante como, por ejemplo, una base aglomerada, un monolito, un laminado o una configuración de tejidos. La presente invención puede aplicarse a cualquiera de estos tipos de adsorbentes.

Una base de material adsorbente se define como una zona fijada de uno o más adsorbentes a través de la cual la mezcla de gas fluye durante el proceso de separación. La base o el material adsorbente pueden contener un único tipo de adsorbente o como alternativa puede contener capas o zonas de diferentes tipos de adsorbentes. Cuando se usan múltiples capas, el adsorbente más cercano al extremo del producto de la base del material adsorbente se usa para definir el valor limitativo de K como se ha analizado anteriormente.

Los siguientes Ejemplos ilustran la presente invención pero no limitan la invención a ninguno de los detalles específicos descritos en el presente documento.

Ejemplo 1

Este ejemplo ilustra la actuación de un sistema de AOP que funciona (1) con un tiempo de ciclo largo típico de la técnica anterior (véase A New Process Separation of Gas Streams por G. E. Keller II y R. L. Jones, ASC Symposium Series 135, 1980, págs. 275-286) con gotas adsorbentes de un diámetro medio de ~1,4 mm; (2) con un tiempo de ciclo corto con gotas adsorbentes de un diámetro medio de ~1,4 mm; y (3) con un tiempo de ciclo corto con partículas más pequeñas (diámetro medio de ~0,85 mm). El sistema de AOP incluye un tanque de almacenamiento de gas y un único vaso adsorbedor que se llena con una base de adsorbente. El aire se introduce en el sistema, y se produce una corriente de producto con una concentración de oxígeno del 90%. El ciclo del proceso de AOP consiste en una etapa de alimentación con final de presión de etapa de $152 \cdot 10^3$ Pa (1,5 atm), una etapa de evacuación con un final de presión de etapa de $33,4 \cdot 10^3$ Pa (0,33 atm) y una etapa de purga con un final de presión de etapa de $33,4 \cdot 10^3$ Pa (0,33 atm). El índice de flujo de gas de purga se elige para maximizar el índice de flujo de corriente de producto. La proporción del tiempo de evacuación con el tiempo de alimentación es 0,9 a 1, y la proporción del tiempo de purga con el tiempo de alimentación es 0,8 a 1. La temperatura del gas de alimentación es 48,9 °C (120 °F) y la temperatura ambiente es 37,8 °C (100 °F). El adsorbente es una zeolita del tipo X intercambiada con litio, y la base adsorbente es cilíndrica con un diámetro de 31,5 cm (12,4 pulgadas) y una longitud de 39,6 cm (15,6 pulgadas). Para este sistema, un requisito adsorbente pequeño es importante y la alta recuperación es de importancia secundaria.

Para tres casos diferentes, la Tabla 3 muestra el tiempo de alimentación, el coeficiente de transferencia de masa de la fuerza conductora lineal para la difusión de nitrógeno en el adsorbente, el tamaño de partícula adsorbente, el

factor de transferencia de masa compensado por el ciclo adimensional, el requisito adsorbente (kg de adsorbente por litro habitual por minuto de producto) y la recuperación. El caso del tiempo con el ciclo largo tiene una recuperación alta, pero el requisito adsorbente es muy grande. El caso del tiempo con el ciclo corto con las partículas del mismo tamaño tiene un requisito adsorbente más pequeño, pero la recuperación es muy baja. Una actuación óptima se consigue para el caso del tiempo de ciclo corto y partículas pequeñas que es la variedad preferente del factor de transferencia de masa compensado por el ciclo adimensional para los sistemas de producción de oxígeno (23-100). El requisito adsorbente es muy pequeño comparado con los otros casos, y la recuperación es bastante alta.

Tabla 3

$T_{\text{alimentación}}$ (seg)	K (seg^{-1})	d_p (mm)	$K_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$	Requisito adsorbente (kg/slpn)	Recuperación (%)
60	12	1,4	119	2,0	46,5
5	12	1,4	13,8	1,65	6,4
5	32	0,85	34,0	0,3	31,6

Ejemplo 2

Este Ejemplo ilustra los efectos de varios tiempos de ciclo e índices de transferencia de masa en un sistema de AOP. El sistema de AOP es similar al descrito en el Ejemplo 1, pero con un tamaño diferente de base adsorbente. En el presente ejemplo, la base adsorbente tiene un diámetro de 15 cm (6 pulgadas) y una longitud de 12,4 cm (4,9 pulgadas).

Para tres conjuntos diferentes de condiciones de funcionamiento, la Tabla 4 muestra el tiempo de alimentación, el coeficiente de transferencia de masa de la fuerza conductora lineal para la difusión de nitrógeno en el adsorbente, el tamaño de partícula adsorbente, el factor de transferencia de masa compensado por el ciclo adimensional, el requisito adsorbente y la recuperación. El conjunto de condiciones de funcionamiento con el valor más alto de $K_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ tiene una recuperación alta y un gran requisito adsorbente, y el conjunto con el valor más bajo de $K_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ tiene una recuperación baja y un gran requisito adsorbente. Las condiciones óptimas de funcionamiento son aquellas con un $t_{\text{alimentación}}$ de 6 seg y un valor de $K_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ en el nivel preferente para la producción de oxígeno de 23 a 100. Para este conjunto de condiciones, el requisito adsorbente es muy pequeño, y la recuperación es similar a la del conjunto con el valor más alto de $K_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$.

Tabla 4

$T_{\text{alimentación}}$ (seg)	K (seg^{-1})	d_p (mm)	$K_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$	Requisito adsorbente (kg/slpn)	Recuperación (%)
30	88	0,5	446	0,88	53,0
5	88	0,5	97,7	0,21	48,7
5	12	1,4	13,4	0,87	11,8

Ejemplo 3

Un sistema de AOP para producción de oxígeno a partir de aire funcionó con varios conjuntos de condiciones de funcionamiento. Los componentes claves para el sistema incluyeron un vaso adsorbedor, un tanque de almacenamiento de gas, uno o dos calefactores y varias válvulas de retención. Para algunos conjuntos de condiciones de funcionamiento, la unidad se configuró como se muestra en la Fig. 1 de la Patente de Estados Unidos N° 6.156.101. Para otros conjuntos, la configuración se modificó sustituyendo el único calefactor (componente 11 en la Fig. 1 en la Patente de Estados Unidos N° 6.156.101) por dos calefactores y sustituyendo cada una de las válvulas de retención (componentes 23 y 43 en la misma figura) por dos válvulas de retención en paralelo. Para ambas configuraciones, la unidad funcionó de una manera descrita en el texto de la Patente de Estados Unidos N° 6.156.101.

Para ambas configuraciones se usaron el mismo vaso adsorbedor, tanque de almacenamiento de gas y tipo de válvulas de retención. El vaso adsorbente fue cilíndrico con un diámetro interno de 6,6 cm (2,6 pulgadas) y una longitud de 45,09 cm (17,75 pulgadas). El vaso se cargó con el adsorbente hasta una altura de aproximadamente 43 cm (17 pulgadas). Se usó un dispositivo de retención en el vaso adsorbedor para evitar la fluidización del adsorbente. El tanque de almacenamiento de gas tenía un volumen de 2250 centímetros cúbicos que se llenó con

13X de adsorbente. Se usaron válvulas de retención ajustable en línea Swagelok (número de parte B-4CA-3) como válvulas de retención para la alimentación y purga. Las válvulas de retención para la alimentación se refieren a aquellas que permiten que el gas fluya desde el vaso adsorbedor al tanque del almacenamiento de gas (por ejemplo, el componente 23 en la Fig. 1 de la Patente de Estados Unidos N° 6.156.101), y las válvulas de retención para la purga se refieren a aquellas que permiten que el gas fluya desde el tanque de almacenamiento de gas al vaso adsorbedor (por ejemplo, el componente 43 en la Fig. 1 de la Patente de Estados Unidos N° 6.156.101). Las válvulas de retención para la alimentación se ajustaron para conseguir una presión de ruptura de aproximadamente $2,4 \cdot 10^4$ Pa (3,5 psi), y las válvulas de retención para la purga se ajustaron para conseguir una presión de ruptura de aproximadamente $97 \cdot 10^3$ Pa (14 psi).

Para cuatro conjuntos diferentes de las condiciones de funcionamiento que abarcan ambas configuraciones, la Tabla 5 muestra el tipo de adsorbente, el tamaño de partícula adsorbente, los tiempos de las etapas, el final de las presiones de las etapas y la pureza del oxígeno. En la Tabla 5, el tiempo de alimentación se refiere a la cantidad total de tiempo que el gas entró en el extremo de la alimentación del vaso adsorbedor (suma de alimentación de aire, represurización final dual y represurización de alimentación como se hace referencia en la Patente de Estados Unidos N° 6.156.101) y el tiempo de evacuación se refiere a la cantidad total de tiempo que el gas salió del extremo de alimentación del vaso adsorbedor (suma de evacuación y evacuación/purga como se hace referencia en la Patente de Estados Unidos N° 6.156.101). Para los casos con un tiempo de alimentación de 11,6 segundos, el sistema se configuró con un único calefactor Gast 72R645-P112-D303X, una única válvula de retención para la alimentación, y una única válvula de retención para la purga. Para los casos con un tiempo de alimentación de 5,7 segundos, el sistema se configuró con dos calefactores Gast 72R645-P112-D303X en paralelo, dos válvulas de retención para la alimentación en paralelo, y dos válvulas de retención para la purga en paralelo.

Se midieron el coeficiente de transferencia de masa para la difusión en el adsorbente, el índice de producción y la recuperación, y los resultados se muestran en la Tabla 6. El comportamiento con respecto al coeficiente de transferencia de masa compensado por el ciclo, $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ es idéntico al observado para las simulaciones anteriormente descritas. Para el Caso 1a, $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ es igual a 115, que está justo fuera del nivel preferente para la producción de oxígeno (23-100). Para este caso, la recuperación y el índice de producción son bastante elevados. Para el Caso 1b, $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ es más bajo en 58, y el índice de producción aumentó de manera significativa con un descenso muy modesto en la recuperación. Este resultado demuestra que los valores de $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ en el nivel preferente producen una actuación óptima. Para el caso 2a, $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ está en el nivel preferente, mientras que para el Caso 2b, el valor de $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ está fuera del nivel preferente. El índice de producción y la recuperación son más elevadas para el Caso 2a en comparación con el Caso 2b, que además demuestra que la actuación óptima se observa para $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ dentro del nivel preferente de 23-100 para un proceso de producción de oxígeno. Se consigue una mejor actuación para los Casos 1a y 1b en comparación con los Casos 2a y 2b. Esta tendencia es consistente con lo observado para las simulaciones descritas anteriormente, en concreto que los valores más elevados de $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ generalmente llevan a una actuación superior.

Tabla 5

Caso	Adsorbente	Tamaño de partícula adsorbente (mm)	Tiempos de Etapa Alimentación/Evacuación (segundos)	Final de presiones de etapa Alimentación/ Evacuación (atm)	Pureza de Oxígeno (%)
1a	Ceca Siliporite G5085B	0,85	11,6/12	(2,7/0,5) $274/51[\cdot 10^3 \text{ Pa}]$	92
1b	Ceca Siliporite G5085B	0,85	5,7/6,7	(2,7/0,5) $274/51[\cdot 10^3 \text{ Pa}]$	92
2a	Tosoh NSA-100	1,4	11,6/12	(2,8/0,5) $284/51[\cdot 10^3 \text{ Pa}]$	86
2b	Tosoh NSA-100	1,4	5,7/7,3	(2,8/0,5) $284/51[\cdot 10^3 \text{ Pa}]$	86

Tabla 6

Caso	$K(\text{seg}^{-1})$	$K V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}} (\text{seg}^{-1})$	$K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$	Índice de producción (slp m)	Recuperación (%)
1a	60	9,95	115	4,0	30,3
1b	60	10,7	58	6,7	27,6
2a	17	2,80	32	3,2	24,0
2b	17	2,86	16	1,2	5,0

Ejemplo 4

La recuperación de hidrógeno de un gas efluente típico del reformador de metano con vapor se realizó en columnas OD de 2,54 cm (1 pulgada) llenas de dos capas de material adsorbente: 60% carbono activado y 40% de zeolita 5A por volumen. La capa de carbono estaba en el extremo de alimentación de la columna, y la capa de zeolita estaba en el extremo del producto. El carbono activado fue gránulos de Calgon APHP con una densidad de carga superior a 545 kg/m³ (34 libras/pie cúbico) y un volumen de poro de 0,56 cc/gramo como lo determinó la porosimetría de mercurio. La zeolita fue gotas UOP 5A-HP. La alimentación a la unidad de adsorción fue 73% volumen de hidrógeno, 15% dióxido de carbono, 5,5% metano, 5,5% monóxido de carbono y 1% nitrógeno en $2,34 \cdot 10^6$ Pa (325 psig). La purificación se realizó usando el ciclo descrito por la Figura 3 en la Patente de Estados Unidos N° 3.430.418 con cinco columnas adsorbentes y 2 etapas de ecualización de presión. Las columnas se regeneraron en $1,43 \cdot 10^6$ Pa (6 psig). El índice de alimentación en la unidad de adsorción se controló para mantener un producto de hidrógeno que contenía 10 ppm de monóxido de carbono. El tiempo del ciclo y el adsorbente se cambiaron para variar $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$, donde K es el coeficiente de fuerza conductora lineal para la difusión de CO en gotas UOP 5A-HP. La altura de la columna se cambió para mantener una caída de presión de $28 \cdot 10^3$ Pa (<4 psi) durante la etapa de purga.

Los resultados se dan en la Tabla 7. El factor de tamaño de la base (productividad inversa) va a través de un mínimo como $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ incrementado desde 18 a 138. El factor de tamaño de la base se define como la cantidad total del adsorbente requerido para producir 28,3 m³/h (1.000 pies cúbicos por hora) de producto de hidrógeno contenido. La recuperación aumentó cuando el valor de $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ aumentó. Para muchas aplicaciones de purificación de hidrógeno, se puso un mayor énfasis en la recuperación a expensas de la productividad. Por lo tanto, en aplicaciones prácticas, el sistema se diseña y funciona preferentemente para que $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ esté en el nivel más alto de 66 a 250.

Tabla 7

Altura de la Base (pies)	$t_{\text{alimentación}}$	$K (\text{seg}^{-1})$	$K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$	Factor del Tamaño de la Base (m ³ ads/1000m ³ ·h H ₂)/(ft ³ ads/Mscfh H ₂)	Recuperación (%)
1,5 m (5)	16	1,60	18	1,35	67,2
1,5 m (5)	16	5,56	49	0,94	77,5
1,5 m (5)	30	5,56	77	1,40	82,3
6,1 m (20)	240	1,60	138	8,00	89,8

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de adsorción de oscilación de presión que comprende introducir una mezcla de gas de alimentación en una entrada de un vaso adsorbedor durante un periodo de alimentación, en el que la mezcla de gas de alimentación contiene un componente más fuertemente adsorbible y un componente menos fuertemente adsorbible y el vaso adsorbedor contiene una base de material adsorbente que adsorbe de manera selectiva el componente más fuertemente adsorbible, y retirar un gas de producto enriquecido en el componente menos fuertemente adsorbible de una salida del vaso adsorbedor durante al menos una parte del periodo de alimentación, en el que un coeficiente de transferencia de masa compensado por el ciclo adimensional definido como $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ se mantiene en el nivel de aproximadamente 23 a aproximadamente 250, donde K es el coeficiente de transferencia de masa de la fuerza conductora lineal para la difusión del componente más fuertemente adsorbible en el adsorbente más cercano a un extremo del producto de la base del material adsorbente, $t_{\text{alimentación}}$ es la duración del periodo de alimentación, V_{ads} es el volumen vacío de una sección del vaso adsorbedor que contiene la base del material adsorbente, y $V_{\text{alimentación}}$ es el volumen de la mezcla de gas de alimentación introducido en la entrada del vaso adsorbedor durante el periodo de alimentación, y en el que $V_{\text{alimentación}}$ se define como NRT/P_{ads} , donde N es el número de moles de la mezcla de gas de alimentación introducidos en la entrada del vaso adsorbedor durante el periodo de alimentación $t_{\text{alimentación}}$, R es la constante universal de gases, T es la temperatura media absoluta de la mezcla de gas de alimentación en la entrada del vaso adsorbedor y P_{ads} es la presión absoluta del gas de alimentación en la entrada del vaso adsorbedor.
2. El proceso de la Reivindicación 1 en el que el componente más fuertemente adsorbido es nitrógeno y el componente menos fuertemente adsorbido es oxígeno.
3. El proceso de la Reivindicación 2 en el que $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ se mantiene en el orden de aproximadamente 23 a aproximadamente 100.
4. El proceso de la Reivindicación 2 en el que el material adsorbente comprende una o más zeolitas, con o sin material aglutinante, seleccionadas del grupo consistente en las zeolitas CaA, NaX, CaX, BaX, LiX, NaLSX, CaLSX, BaLSX y LiLSX.
5. El proceso de la Reivindicación 1 en el que el componente más fuertemente absorbido es monóxido de carbono y el componente menos fuertemente absorbido es hidrógeno.
6. El proceso de la Reivindicación 5 en el que $K t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}/V_{\text{alimentación}}$ se mantiene en el orden de aproximadamente 66 a aproximadamente 250.
7. El proceso de la Reivindicación 5 en el que el material adsorbente comprende una o más zeolitas, con o sin material aglutinante, seleccionadas del grupo consistente en las zeolitas CaA, NaX, CaX, BaX, LiX, NaLSX, CaLSX, BaLSX y LiLSX.
8. El proceso de la Reivindicación 1 en el que la duración del periodo de alimentación está en el orden de aproximadamente 7 a aproximadamente 120 segundos y el material adsorbente comprende partículas con una diámetro medio de partícula en el orden de aproximadamente 1,2 a aproximadamente 1,6 mm.
9. El proceso de la Reivindicación 1 en el que la duración del periodo de alimentación está en el orden de aproximadamente 3 a aproximadamente 60 segundos y el material adsorbente comprende partículas con una diámetro medio de partícula en el orden de aproximadamente 0,8 a aproximadamente 1,2 mm.
10. El proceso de la Reivindicación 1 en el que la duración del periodo de alimentación está en el orden de aproximadamente 0,25 a aproximadamente 30 segundos y el material adsorbente comprende partículas con una diámetro medio de partícula en el orden de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 0,8 mm.
11. El proceso de la Reivindicación 1 que además comprende la etapa de purgar el vaso adsorbedor introduciendo un gas de purga en el vaso adsorbedor y pasando dicho gas de purga a través de la base del material adsorbente para desorber el componente más fuertemente adsorbido, en el que el valor de $(\Delta P/P)_{\text{purga}}$ se mantiene por debajo de aproximadamente 0,3, donde ΔP es la caída de presión a lo largo de la base del material adsorbente al final del periodo de purga y P es la presión mínima absoluta en la base del material adsorbente al final del periodo de purga.
12. El proceso de la Reivindicación 1 en el que la base del material adsorbente comprende dos o más adsorbentes.
13. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-7, que además comprende las etapas de despresurizar el vaso adsorbente retirando un gas de despresurización del mismo;

purgar la base del material adsorbente durante un periodo de purga en el que un gas de purga se introduce a una velocidad de flujo de gas de purga en el vaso adsorbedor y pasa a través de la base del material adsorbente para desorber el componente más fuertemente adsorbido; y

repetir las etapas de introducción, despresurización y purga de una manera cíclica;

- 5 en el que durante dichas etapas de introducción, despresurización y purga se encuentra la etapa adicional de control del proceso de adsorción de oscilación de presión seleccionando un valor deseado de $K \frac{t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}}{V_{\text{alimentación}}}$ dentro del nivel, y ajustando un índice de flujo del gas de alimentación, la duración del periodo de alimentación, o el índice de flujo del gas de alimentación y la duración del periodo de alimentación para mantener el valor deseado de $K \frac{t_{\text{alimentación}} V_{\text{ads}}}{V_{\text{alimentación}}}$.

- 10 14. El método de la reivindicación 13 en el que el índice de flujo de gas se controla de manera que $(\Delta P/P)_{\text{purga}}$ se mantiene por debajo de aproximadamente 0,3, donde ΔP es la caída de presión a lo largo de la base del material adsorbente al final del periodo de purga y P es la presión mínima absoluta en la base del material adsorbente al final del periodo de purga.

15

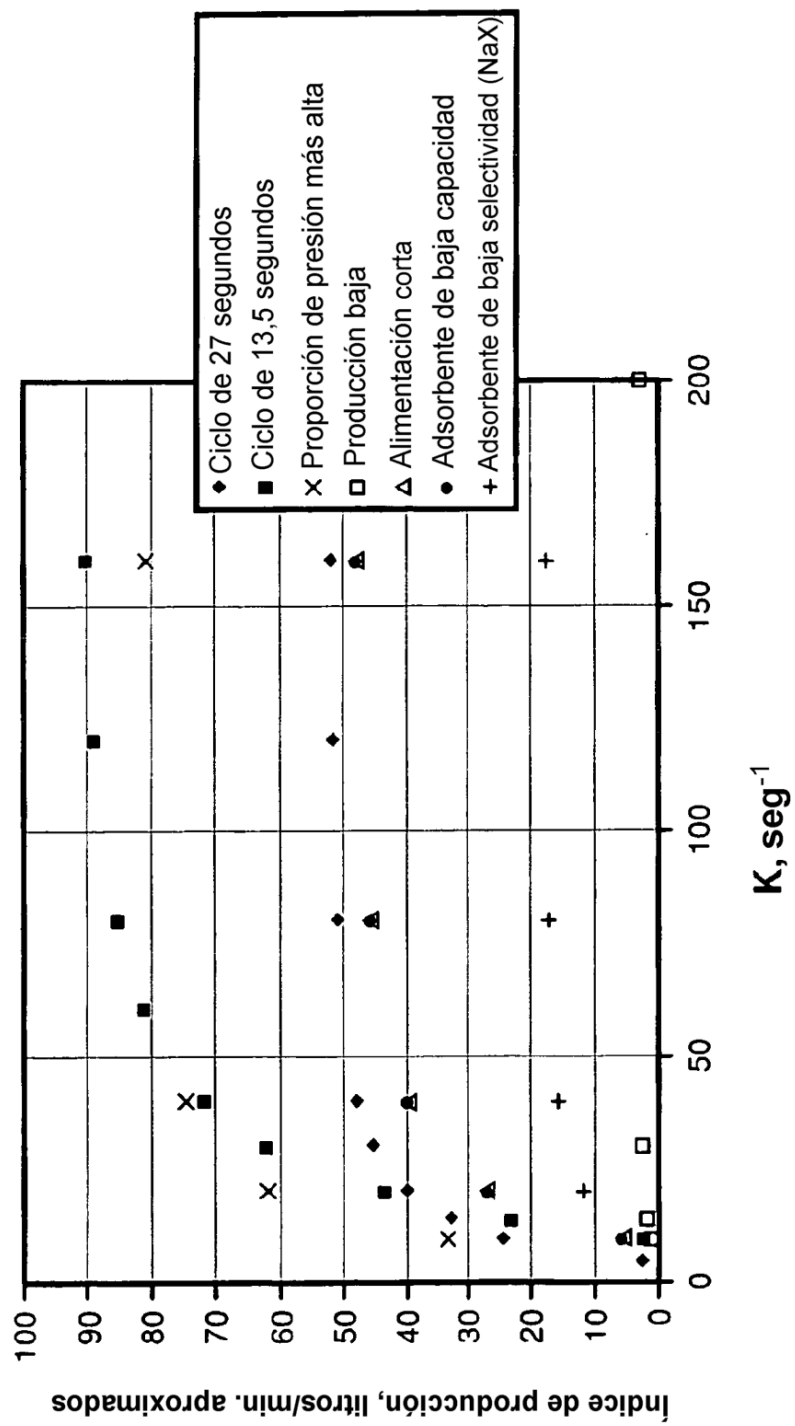


FIG. 1

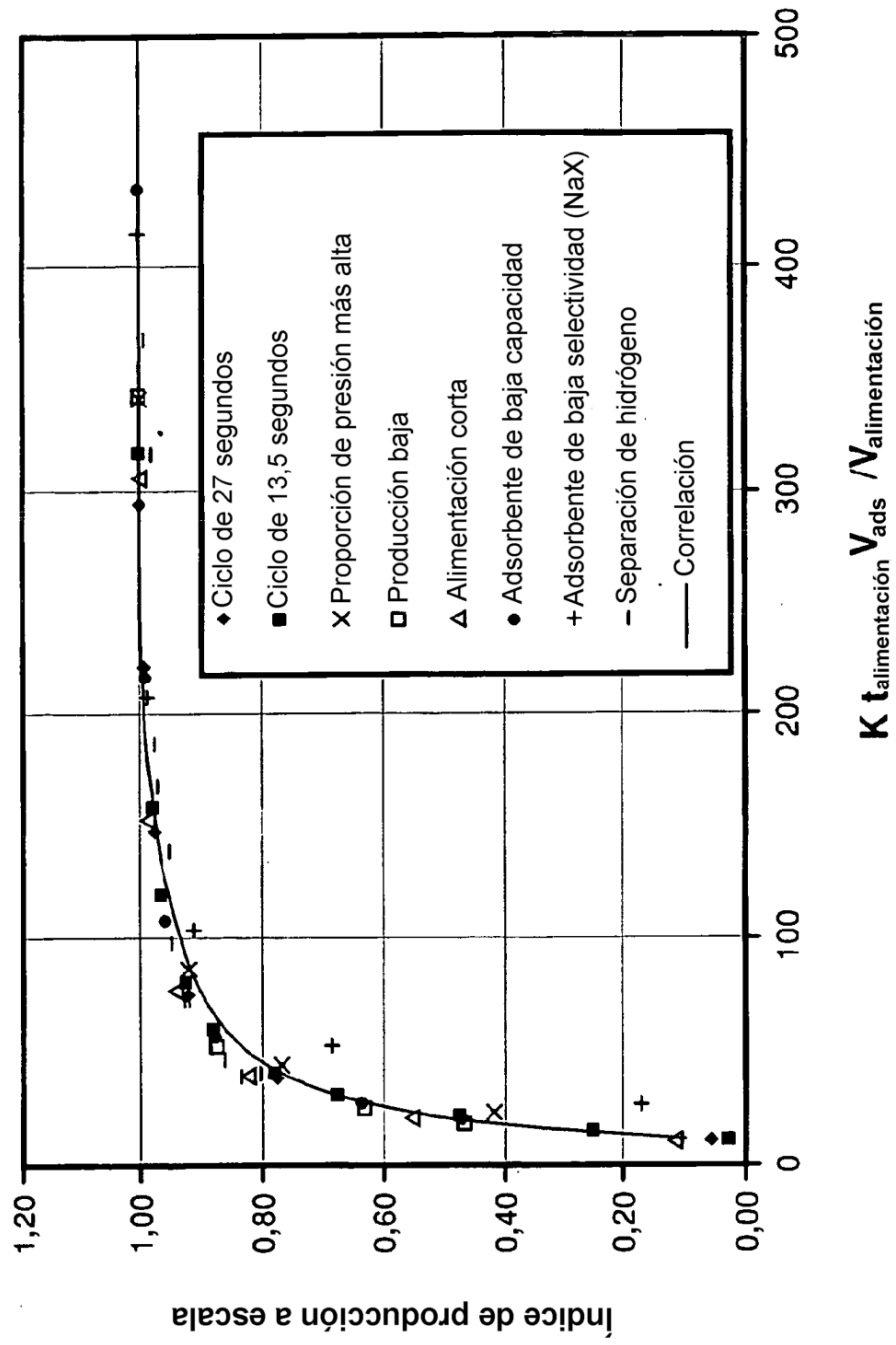


FIG. 2

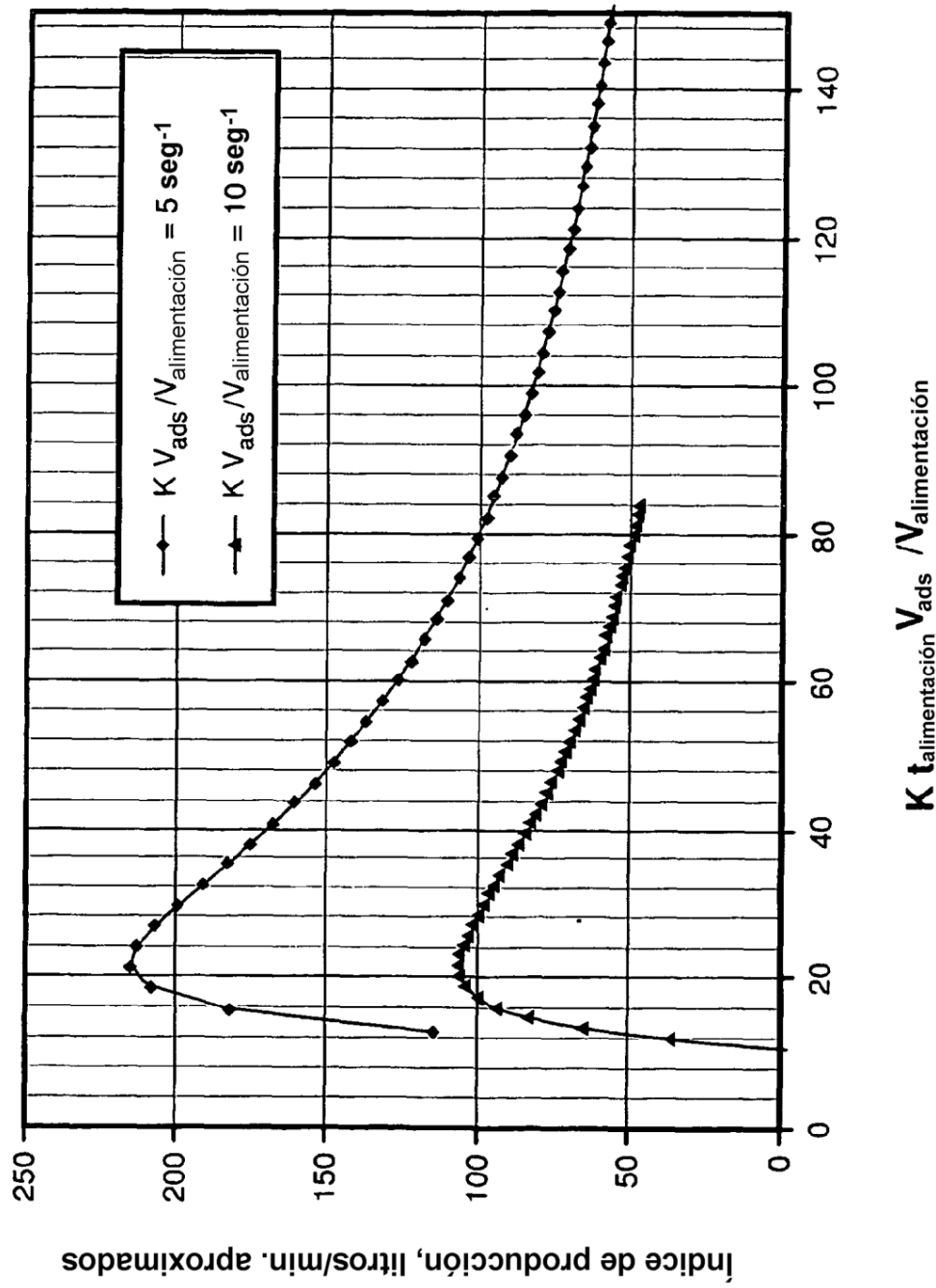


FIG. 3

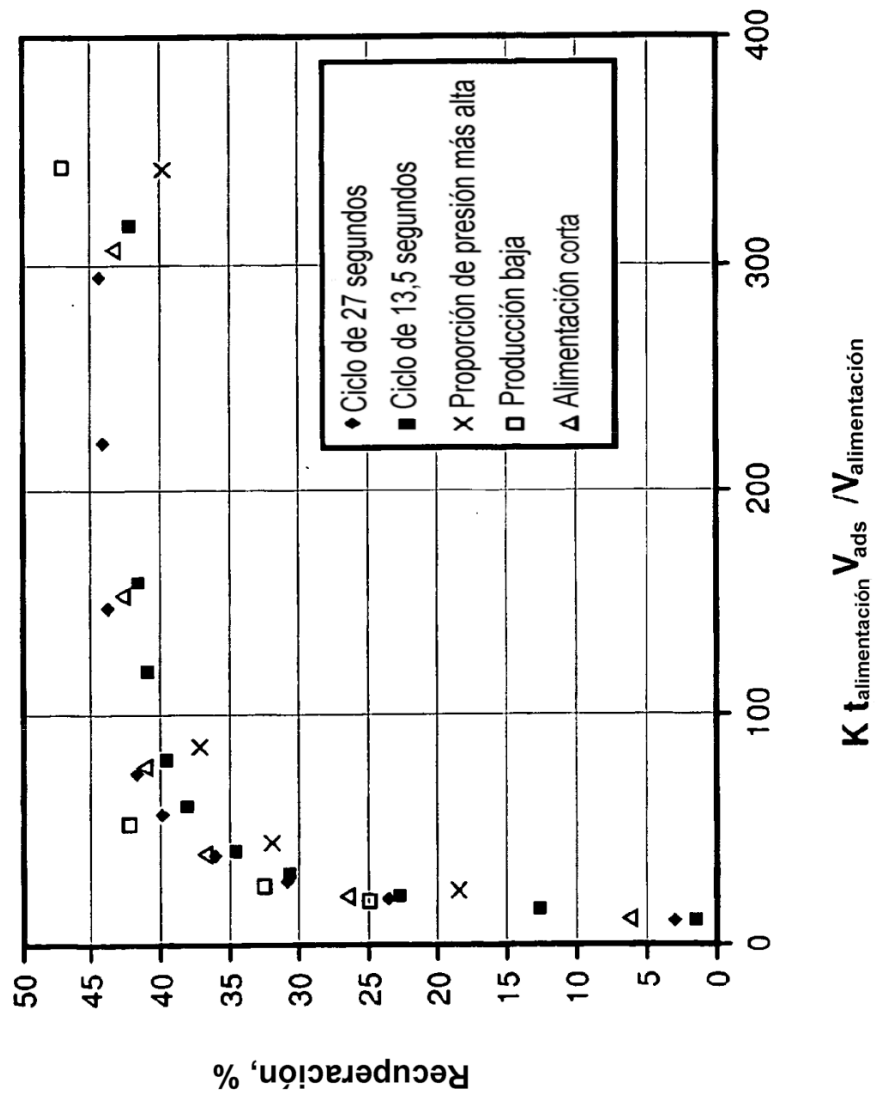


FIG. 4

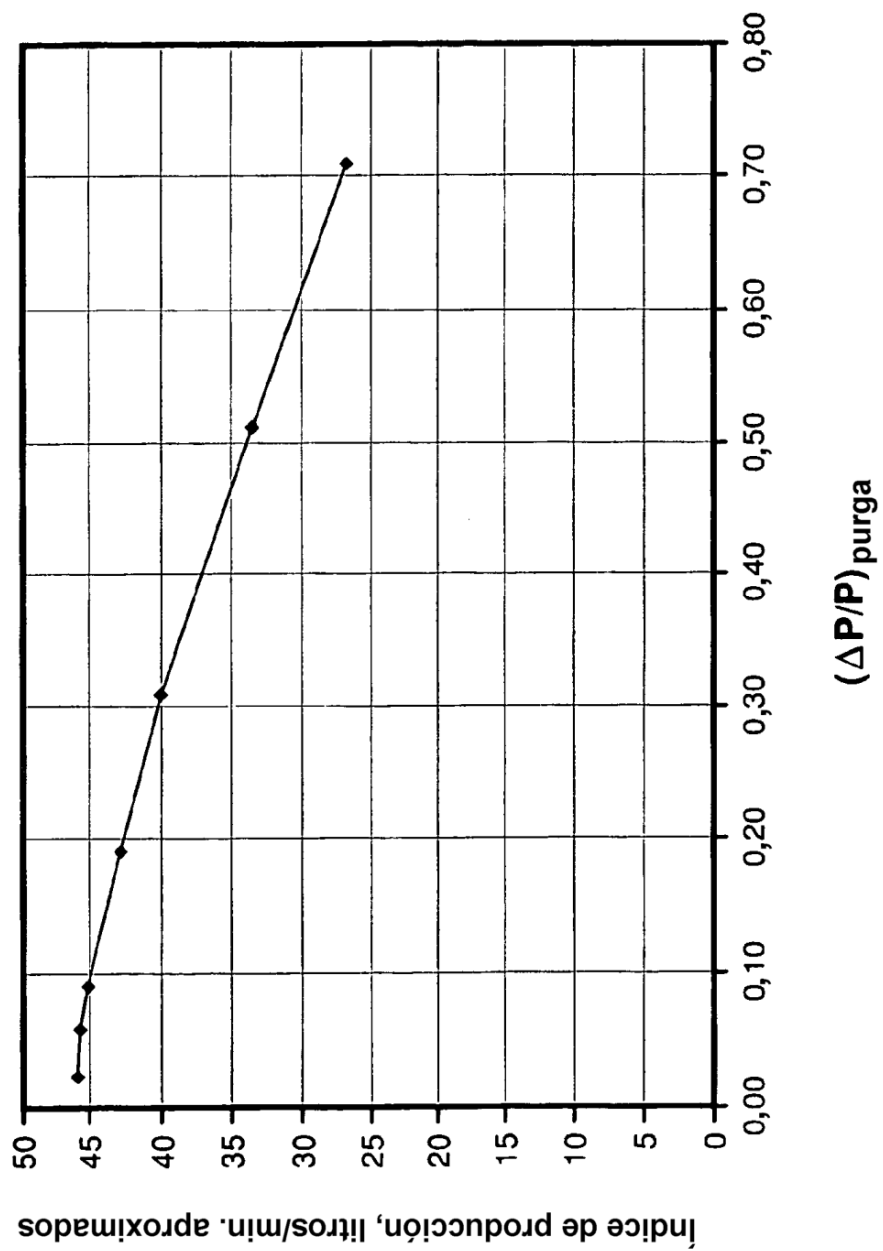


FIG. 5