

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 373 984**

51 Int. Cl.:

B01D 53/04 (2006.01)

B01D 53/75 (2006.01)

B01D 53/86 (2006.01)

H05B 6/60 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07120499 .4**

96 Fecha de presentación: **12.11.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **1923121**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.05.2008**

54 Título: **MÉTODO PARA EL CALENTAMIENTO TERMO-CROMATOGRÁFICO DE LECHOS FIJOS.**

30 Prioridad:
14.11.2006 DE 102006054301
22.12.2006 DE 102006062651

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
10.02.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
10.02.2012

73 Titular/es:
**HELMHOLTZ-ZENTRUM FÜR
UMWELTFORSCHUNG GMBH - UFZ
PERMOSERSTRASSE 15
04318 LEIPZIG, DE**

72 Inventor/es:
**Roland, Ulf;
Kopinke, Frank-Dieter;
Buchenhorst, Daniel y
Kraus, Markus**

74 Agente: **Tomas Gil, Tesifonte Enrique**

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).

ES 2 373 984 T3

DESCRIPCIÓN

Método para el calentamiento termo-cromatográfico de lechos fijos

5 [0001] La invención se refiere a un método para el calentamiento específico y selectivo de lechos fijos y para la iniciación de un flujo acoplado de sustancia y de energía con las características citadas en la reivindicación 1.

[0002] En aproximadamente todos los campos de actividad económica se calientan sustancias sólidas para la iniciación de diferentes procesos físicos, químicos o biológicos.

10 Mientras que para el calentamiento de medios fluidos están a disposición una multitud de métodos eficientes, para el calentamiento de sustancias sólidas todavía existe una gran necesidad de desarrollo, ya que los lechos compactos generalmente poseen una conductividad térmica efectiva baja y generalmente no pueden ser mezclados.

La mayoría de los métodos actualmente empleados en la técnica se basan en el calentamiento indirecto de paredes y superficies límites en contacto con el lecho compacto, con lo cual la velocidad de calentamiento y la homogeneidad se limitan en el lecho compacto debido a procesos de transmisión térmica y transporte de calor.

15 Otra posibilidad establecida consiste en calentar lechos compactos sobre el flujo de gas portador. Sin embargo, aquí la entrada de energía en el lecho compacto es limitada por la capacidad térmica específica relativamente baja del flujo de gas.

20 [0003] Por otro lado métodos de calentamiento directos como calefacción de resistencia ómica, calentamiento dieléctrico o inductivo poseen algunas ventajas, ya que la entrada de energía del flujo de gas portador o de procesos de transporte de calor sobre superficies y superficies límites está desacoplada y se realiza "libre de corriente de sustancia".

Bajo estas opciones el calentamiento dieléctrico posee la flexibilidad máxima en cuanto a los medios calentables, puesto que es aplicable también para sustancias con conductividad ómica muy baja.

25 En el área del calentamiento dieléctrico se ha establecido técnicamente especialmente la aplicación de microondas (MW) con frecuencias de generalmente algunos GHz y de ondas de radio (RW) con frecuencias en el área Mhz.

Mientras que la aplicación MW es restringida por las profundidades de penetración generalmente cortas de las ondas electromagnéticas al calentamiento de volúmenes más pequeños, generalmente también se pueden calentar lechos fijos en escala de metros cúbicos mediante RW.

30 A parte de esto, a través de la aplicación de una red de adaptación electrónica en conexión con el generador RW, es posible la optimización de la entrada de energía para medios con características dieléctricas diferentes.

De esta manera mediante RW se pueden calentar también eficientemente materiales secos, mientras que mediante MW generalmente esto no es posible.

35 [0004] Una particularidad de los métodos de calentamiento dieléctrico frente a métodos convencionales, que se basan en la conducción del calor en el medio o dentro del material, consiste en que pueden establecerse diferencias de temperatura dentro del lecho compacto.

Esto es realizable, por ejemplo, debido a que existen sustancias con características dieléctricas diferentes y por tanto con una energía de absorción diferente.

40 Los procesos de compensación de calor contrarrestan la formación de gradientes de temperatura dentro del lecho fijo.

A través de la posición invariable de las partículas de material individuales en el relleno es también definido el perfil de temperatura resultante del calentamiento dieléctrico.

45 [0005] Los procesos técnicos junto con los lechos fijos generalmente están unidos con flujos de materiales a través del lecho fijo, que se realizan sobre el flujo de gas portador.

La interacción con el relleno tiene lugar en la adsorción y desorción, reacciones químicas, calentamiento o enfriamiento o procesos de separación.

50 [0006] Métodos de calentamiento convencionales se conocen, por ejemplo, de los documentos US 6 358 374 B1, WO 99/03565, DE 198 10 028 A1 y WO 79/00251.

En la aplicación de métodos de calentamiento convencionales las temperaturas son constantes temporalmente durante períodos más largos, puesto que se delimitan los índices de calentamiento y la evacuación de calor, y espacialmente constantes.

55 En consecuencia, la temperatura sólo se puede utilizar restringida como parámetro de proceso.

[0007] El cometido de la presente invención consiste, por consiguiente, en indicar un método para el calentamiento específico de lechos fijos, con el que se puede realizar y controlar un gradiente de temperatura dentro del lecho fijo.

60 De tal modo deben ser superadas particularmente las limitaciones según el estado de la técnica y establecer un método de calentamiento, que permita el calentamiento adaptado de lechos fijos al proceso respectivo.

Unido a ello debe existir la posibilidad de influir igualmente de una manera ventajosa en las corrientes de sustancia a través del lecho fijo.

65 [0008] Esta tarea es solucionada según la invención a través de las características de la parte de caracterización de la reivindicación 1 junto con las características en el preámbulo.

Configuraciones oportunas de la invención están contenidas en las reivindicaciones secundarias.

[0009] El método según la invención para el calentamiento de un lecho fijo presenta los siguientes pasos del proceso: calentamiento dieléctrico del lecho fijo a través de la introducción de radiación electromagnética en el lecho fijo, mediante ondas de radio o microondas en una gama de frecuencias entre 100 kHz y 50 GHz, introducción de un medio de transmisión en la zona de corriente o en otra zona del lecho fijo y flujo simultáneo del lecho fijo con un gas portador, con lo cual el gas portador se introduce continuamente en el lecho fijo y el medio de transmisión es introducido discontinuamente antes de o durante el calentamiento dieléctrico en el lecho fijo, el lecho fijo contiene al menos un componente adsorbente del medio de transmisión y el medio de transmisión sea absorbido, por lo menos en parte, en el lecho fijo, y el medio de transmisión absorba, por lo menos, una parte de la radiación electromagnética, permanencia del medio de transmisión en el lecho fijo de tal manera que el medio de transmisión inicie una absorción de energía aumentada del lecho fijo en comparación con el lecho fijo puro, calentamiento del lecho fijo a causa de la absorción de energía aumentada del lecho fijo, desorción del medio de transmisión a causa del calentamiento del lecho fijo, y transporte del medio de transmisión desorbido por el lecho fijo mediante el flujo de gas portador mediante la repetición de los pasos adsorción, calentamiento y desorción, con lo cual se produce un pulso de temperatura móvil a través del lecho fijo.

[0010] La propagación acoplada de sustancia y de energía en forma de pulso en el lecho fijo es denominada como pulso termo-cromatográfico (o también de manera simplificada como pulso de temperatura).

[0011] El lecho fijo es atravesado preferiblemente de manera continua por el gas portador, mientras que el medio de transmisión se introduce de manera discontinua en el lecho fijo.

Preferiblemente el medio de transmisión se introduce en intervalos definidos en el lecho fijo, con lo cual los espacios de tiempo correspondientes dependen del proceso y típicamente están en el intervalo entre algunos minutos y horas.

Preferiblemente el medio de transmisión se introduce periódicamente cada 2 hasta 60 min.

El período de tiempo para la introducción del medio de transmisión es corto en comparación con el intervalo.

Preferiblemente el tiempo para la colocación (dosificación) del medio de transmisión asciende a menos de 60 s, con lo cual esta duración depende a su vez del proceso técnico concreto.

[0012] Preferiblemente son utilizados medios de transmisión, cuyo factor de pérdida dieléctrica, es decir, la parte imaginaria de la constante dieléctrica relativa en la frecuencia empleada es grande frente al factor de pérdida dieléctrica del lecho fijo.

Se prefiere el uso de agua como medio de transmisión.

Para medios de transmisión especialmente preferidos, el factor de pérdida dieléctrica asciende a más del triple del factor de pérdida dieléctrica del material de lecho fijo sin medio de transmisión.

Preferiblemente el fluido de transmisión es introducido a través del gas portador que entra o por la inyección directa en el lecho fijo.

La inyección se realiza preferiblemente en la zona de flujo del lecho fijo.

[0013] Preferiblemente la cantidad del medio de transmisión a introducir es elegida de tal manera que se realiza una interacción, por ejemplo por adsorción, de al menos el 50 % (preferiblemente el 80 % y aún más preferiblemente el 99 %) del medio de transmisión introducido en una zona que corresponde a menos del 50 % (preferiblemente 30 % y aún más preferido 15 %) de la longitud del lecho fijo.

Bajo la longitud del lecho fijo se entiende aquí el trayecto recto imaginario de una molécula de gas portadora representativa, que lo recorre por medio de la superficie límite de flujo entrante y saliente.

En un reactor tubular recto esto es la longitud de lecho compacto, en un tubo en U o un tubo curvado varias veces la longitud del eje central.

[0014] La iniciación de un pulso termo-cromatográfico (pulso de temperatura) se vincula a determinadas características dieléctricas y otras físicas de la sustancia sólida.

Preferiblemente zeolitas de estructura diferente (faujasita como zeolita NaY, ZSM-5, zeolita A, entre otras cosas), γ -óxido de aluminio, gel de sílice y/o carbón activado pueden ser usados como matrices.

Los materiales de sustancia sólida pueden consistir también en mezclas de sustancia o materiales dotados.

En un caso de aplicación preferida se trata de catalizadores de metal noble soportados.

[0015] Preferiblemente se realiza el calentamiento del lecho fijo mediante ondas de radio o microondas.

Puesto que a través de la absorción de energía del medio de transmisión se debe iniciar el calentamiento del lecho fijo, se prefiere la aplicación de sustancias sólidas porosas con una capacidad de absorción grande correspondientemente como material de lecho fijo.

Preferiblemente se utilizan zeolitas porosas, óxidos de metal o carbones activados con tamaños de poro intermedios en el rango nanométrico (1 nm hasta 1000 nm).

[0016] Para iniciar un pulso termo-cromatográfico, la cantidad del medio de transmisión a introducir y la intensidad de la radiación electromagnética acoplada en el lecho fijo son preferiblemente elegidas de tal manera que el lecho fijo de aquella zona en la que se adsorbe el medio de transmisión se calienta a una temperatura, en la que al menos el 60 % (preferiblemente el 80 % y aún más preferido por encima del 90 %) del medio de transmisión adsorbido se

desorbe.

Preferiblemente, antes de la introducción de un medio de transmisión, el lecho fijo es calentado de tal manera que se realiza una adsorción de al menos el 90 % del medio de transmisión introducido en una zona, que corresponde menos del 30 % de la longitud del lecho fijo.

5 [0017] Preferiblemente, una velocidad aspirada correspondiente a las características del proceso del medio de transmisión es ajustada por el lecho fijo debido a una repetida adsorción, calentamiento, desorción y transporte mediante gas portador a través de la elección del material del lecho fijo, así como del medio de transmisión, así como la elección del parámetro de cantidad de dosificación y la velocidad de dosificación del medio de transmisión y la intensidad de la radiación electromagnética.

10 Esta velocidad, la velocidad del pulso termo-cromatográfico en su movimiento por el lecho fijo, puede variar en límites amplios.

Ésta es en aplicaciones preferidas en el campo de la técnica de reacción, por ejemplo, de entre 1 y 100 mm/min.

15 [0018] A continuación, se debe concretar una serie de posibilidades de aplicación en conexión con el pulso termo-cromatográfico.

Las variantes descritas como preferidas se pueden realizar respectivamente solas o en conexión las unas con las otras.

20 [0019] A través del aumento de la temperatura en conexión con el pulso termo-cromatográfico se inicia preferiblemente una reacción química en una zona del lecho fijo.

Preferiblemente, la reacción química es una oxidación.

Preferiblemente, la reacción química es una reacción exotérmica.

25 Preferiblemente, después del inicio de la reacción química se reduce la intensidad del campo electromagnético dispuesto para el calentamiento dieléctrico.

En otra variante preferida, una reacción endotérmica se inicia a través del pulso termo-cromatográfico.

[0020] Preferiblemente, con el pulso de temperatura (pulso termo-cromatográfico) es eliminado un producto de reacción del lecho fijo.

30 Preferiblemente mediante ello son modificadas la selectividad total y/o el total de ventas de la reacción.

Preferiblemente es impedida, por lo menos en parte, la disgregación de un producto térmicamente sensible.

Preferiblemente se realiza mediante el pulso de temperatura una separación de materia en el lecho fijo.

Preferiblemente son producidos gradientes de temperatura locales altos (al menos 10 K/cm) en el lecho fijo.

Preferiblemente se logran índices de calentamiento locales altos (de más que 5 K/min) en el lecho fijo.

35 Preferiblemente se logran a través de la desorción del medio de transmisión y/o unos índices de enfriamiento altos de otra sustancia (índice de enfriamiento logrado de más de 5 K/min) en el lecho fijo.

[0021] Preferiblemente se realiza una sobreconcentración de al menos una sustancia mediante el pulso de temperatura.

40 Preferiblemente, el aumento de la temperatura del pulso de temperatura es usado para la activación de un catalizador o para el aumento del rendimiento de un catalizador.

Preferiblemente, la duración de la vida efectiva del catalizador es aumentada por la regulación de temperatura mediante el pulso de temperatura y/o una desactivación del catalizador es impedida por lo menos en parte.

Preferiblemente son producidas temporalmente zonas reactivas mediante el pulso de temperatura en el lecho fijo.

45 [0022] Preferiblemente se introduce el medio de transmisión en el gas portador y/o un gas de proceso, se acumula en el transcurso de la corriente de paso del lecho fijo e inicia a una concentración suficiente un pulso de temperatura que se desplaza por el lecho fijo, que debido a una repetida adsorción, calentamiento, desorción y transporte del medio de transmisión se desplaza mediante gas portador.

50 [0023] Un dispositivo adecuado para la realización del método según la invención para el calentamiento específico selectivo de un lecho fijo atravesable, que se conecta con un medio para el calentamiento dieléctrico del lecho fijo, presenta medios para la introducción de un medio de transmisión, preferiblemente durante el calentamiento dieléctrico del lecho fijo, para iniciar el pulso de calor y de flujo de sustancia que atraviesa el lecho fijo.

55 El reactor de lecho fijo dispone de al menos un orificio de entrada y al menos uno de salida.

El lecho fijo presenta preferiblemente al menos un componente adsorbente.

[0024] Preferiblemente, el dispositivo presenta un medio para la introducción en intervalos del medio de transmisión.

Preferiblemente, el dispositivo presenta un medio para la introducción periódica del medio de transmisión.

60 [0025] Materiales de lecho fijo preferidos son zeolita, γ -óxido de aluminio, gel de sílice y/o carbón activado. Preferiblemente, el medio para la introducción de un medio de transmisión presenta un dispositivo de dosificación (dispositivo de inyección) para un líquido.

65 [0026] Preferiblemente, el medio para el calentamiento del lecho fijo está caracterizado por al menos dos electrodos adecuados para el calentamiento dieléctrico.

Preferiblemente, al menos un electrodo para la producción de un campo electromagnético en la sustancia sólida se alimenta mediante un alternador de alta frecuencia (generador de AF).

El calentamiento dieléctrico de la sustancia sólida se puede realizar con diferentes geometrías de electrodos o con dipolos axiales (antenas).

5 Preferiblemente el lecho fijo está dispuesto al menos entre dos electrodos idóneos para el calentamiento dieléctrico y al menos uno de los electrodos idóneos para calentamiento dieléctrico está conectado con un alternador de hiperfrecuencia y al menos otro de los electrodos idóneos para el calentamiento dieléctrico está conectado con la toma de tierra.

10 Preferiblemente se utilizan electrodos paralelos en forma de placa por parejas, para realizar una repartición de campo lo más homogénea posible en el lecho fijo.

Preferiblemente el lecho fijo y al menos los dos electrodos idóneos para el calentamiento dieléctrico están dispuestos en el interior de una carcasa de protección.

Preferiblemente, el electrodo, como mínimo uno, adecuado para el calentamiento dieléctrico está conectado vía una red de adaptación electrónica con el generador de AF.

15 [0027] En otra variante preferida de la disposición, el reactor de lecho fijo se conecta con un dispositivo para la producción de microondas de tal modo que el lecho fijo se puede calentar mediante microondas.

20 [0028] Preferiblemente, el medio para la entrada de una mezcla de gases presenta un dispositivo de dosificación y/o un analizador de gas y/o un sensor de humedad de gas.

Preferiblemente, el medio para la salida de la mezcla de gases presenta un indicador de flujo y/o un analizador de gas y/o un sensor de humedad de gas.

25 [0029] Preferiblemente, el dispositivo presenta al menos un sensor de temperatura para la medición de la temperatura del lecho fijo.

En variantes especialmente preferidas los sensores de temperatura son dispuestos en la zona de corriente y/o en el rango de flujo de salida.

En disposiciones especialmente preferidas son utilizados sensores de temperatura de fibra óptica, que miden sin inconvenientes en campos electromagnéticos.

30 [0030] Preferiblemente el dispositivo presenta un medio para la determinación de la carga del lecho fijo respecto a la adsorción de una sustancia nociva y/o una parte de reacción.

Preferiblemente el medio para la determinación de la carga del lecho fijo está conectado con una unidad de control / de procesamiento de datos, que se conecta a su vez con el generador AF y/o a, al menos, un sensor de temperatura y/o a los analizadores de gas y/o a los sensores de humedad de gas.

[0031] Según la invención se puede realizar un calentamiento específico y selectivo de lechos sólidos a través de la iniciación de un de flujo acoplado de sustancia y de energía.

40 En este caso se realiza el acoplamiento de energía en el lecho fijo de tal modo, que a través de la iniciación de un pulso termo-cromatográfico se logran las espacial y temporalmente extensiones de temperatura y de concentración deseadas.

[0032] La idea de la invención consiste en que a través de un medio apropiado se acopla energía electromagnética en el lecho fijo y con ello se realiza un calentamiento dieléctrico.

45 Mediante una sucesión térmica continua iniciada de procesos de adsorción y desorción un pulso focalizado del medio acoplado atraviesa el lecho fijo de la misma manera que una columna cromatográfica.

Acoplado a ello está un pulso de temperatura continuo con el flujo de gas portador, que se puede acoplar a su vez con un transporte de sustancia por medios diferentes.

50 [0033] El calentamiento termo-cromatográfico de lechos fijos puede, por ejemplo, utilizarse para el calentamiento por zonas de reactores de lecho fijo, para la segregación específica de corrientes de sustancia, para la influencia de reacciones químicas mediante la movilización de un producto de reacción o para el calentamiento temporal de lechos fijos.

55 [0034] Campos de aplicación preferidos de la invención son el acoplamiento de procesos adsorción con procesos de reacción, la concentración de pulsos cromatográficos unida a una sobreconcentración de sustancias seleccionadas, la evacuación de productos de reacción termosensibles, la activación de tiempo corto de zonas reactivas en el lecho fijo y el establecimiento de índices de calentamiento altos con una inercia térmica baja.

60 [0035] El método según la invención se basa en el calentamiento dieléctrico de un lecho fijo, preferiblemente mediante ondas de radio o microondas (en un rango de frecuencias preferido entre 100 kHz y 50 GHz), y con ello una transformación de energía electromagnética en calor directamente en el volumen del material.

Por consiguiente, el calentamiento no es limitado por procesos de transporte de calor sobre superficies y superficies límites.

65 Si no tienen lugar los efectos a realizar mediante el método según la invención, el lecho fijo se mantiene mediante la introducción de una potencia base reducida normalmente a una temperatura base específica del proceso.

Esta puede ser también la temperatura ambiente.

En este caso durante los períodos correspondientes no es necesario ningún calentamiento externo.

Principalmente es también posible mantener la temperatura base mediante métodos de calentamiento convencionales (no dieléctricos).

[0036] Frente al calentamiento dieléctrico convencional el método reciente se caracteriza, sin embargo, porque a través de un medio apropiado (medio de transmisión) se inicia una absorción de energía aumentada en el cuerpo sólido.

Tal medio puede presentar, por ejemplo, agua, con lo cual el efecto de la entrada de energía aumentada puede, por una parte, basarse en el efecto directo de agua como molécula de dipolo y, por otra parte, en la interacción del agua con el material de lecho fijo.

El último principio de acción se probó, por ejemplo, para el calentamiento dieléctrico de zeolitas.

Se demostró que la pérdida dieléctrica aumentada en zeolitas húmedas se basa no tanto en el propio efecto de dipolo del agua, sino más bien en la influencia del movimiento de cationes con pérdidas dieléctricas a través de la adsorción de agua.

[0037] Mediante la introducción del medio de transmisión en el lecho fijo se produce en la zona correspondiente un calentamiento dieléctrico veloz partiendo de la temperatura base.

En este caso, el campo electromagnético externo se conecta en todo caso.

Generalmente, el medio de transmisión se adsorbe en el lecho fijo a la temperatura base.

Mediante el aumento de la temperatura tienen lugar una desorción y una liberación del medio de transmisión en el flujo de gas.

A ello se une un transporte por el lecho fijo y una adsorción repetida en la parte más fría del lecho fijo.

A través del acoplamiento continuo de energía electromagnética, calentamiento y desorción, tiene lugar un transporte térmicamente iniciado del medio de transmisión por el lecho fijo comparable con un pulso cromatográfico.

Junto al mismo medio de transmisión pueden también ser transportadas otras sustancias absorbibles por el lecho fijo (efecto termo-cromatográfico).

[0038] El método se caracteriza por el hecho de que bajo condiciones determinadas como características dieléctricas correspondientes del medio de transmisión y matriz, transcurso temporal de la inyección del medio de transmisión y flujo de gas, se logran diferencias de temperatura muy grandes entre la temperatura base y la temperatura en el pulso.

La duración de funcionamiento del pulso a través de la columna de lecho fijo puede ser descrita muy bien en este caso por un proceso, cuya energía de activación característica está correlacionada estrechamente con la entalpía de adsorción del medio de transmisión en la matriz de lecho fijo.

Debido a ello se reduce la duración de funcionamiento del pulso termo-cromatográfico fundamentalmente con temperatura base ascendente y temperatura máxima ascendente.

Este principio básico se pueden vincular con una serie de fenómenos técnicamente relevantes.

Así existe la posibilidad de liberar una sustancia ya adsorbida y transportarla con el pulso por el lecho fijo.

Este transporte puede unirse con una reacción química que esté térmicamente activada.

A través de los fuertes gradientes de temperatura en el ambiente del pulso se puede lograr una concentración de pulsos, es decir, un aumento de la concentración local de las sustancias sorbidas.

Es característico que las sustancias desorbidas generalmente se encuentran sólo de manera breve en el área de temperatura alta, ya que el pulso atraviesa relativamente rápido el lecho fijo.

Mediante este hecho se pueden evitar transformaciones de materias indeseadas, por ejemplo, con sustancias térmicamente sensibles.

Campos de aplicación resultan, por ejemplo, por la eliminación adsorbente de sustancias de este tipo del flujo de gas y por la regeneración sucesiva del lecho adsorbente o por la evacuación de productos de reacción termosensibles en reacciones químicas de materia.

En este contexto pueden también ser muy ventajosos los rápidos procesos realizables de calentamiento y enfriamiento.

[0039] Generalmente el método según la invención ofrece frente a técnicas convencionales la ventaja de una eficiencia de energía más alta, ya que los procesos de sobrecalentamiento pueden ocurrir muy efectivamente tanto espacial como también temporalmente en el lecho fijo.

La sobreconcentración de sustancias ofrece la opción de eliminarlas de forma considerablemente más económica del flujo de gas y reciclarlas después de la regeneración del adsorbente.

[0040] La invención es detalladamente descrita a continuación por medio de ejemplos de realización.

[0041] Se muestra:

Fig. 1: una representación esquemática de un dispositivo según la invención para el calentamiento de un lecho de materia sólida y para la iniciación de un pulso termo-cromatográfico (pulso de temperatura),

Fig. 2: los resultados de medición logrados con el dispositivo mostrado en la Fig. 1 (temperaturas y flujo de masa

del medio de transmisión) durante un paso completo del medio de transmisión por el lecho fijo (a consecuencia de una repetida adsorción, desorción y transporte por el gas portador) según un primer ejemplo de realización ejemplar del método según la invención,

5 Fig. 3: las temperaturas detectadas durante todo el ciclo del pulso termo-cromatográfico dentro del lecho de materia sólida en forma de tubo en U, así como la detección correspondiente del pulso de temperatura, y

Fig. 4: los resultados de medición logrados con el dispositivo mostrado en la Fig. 1 para la desorción de un hidrocarburo del lecho fijo (temperaturas, flujo de masa del medio de transmisión y concentraciones de gas del hidrocarburo Toluol) durante un paso completo del medio de transmisión por el lecho fijo (a consecuencia de una repetida adsorción, desorción, transporte del medio de transmisión por el lecho fijo), que está previamente cargado con hidrocarburo, según un segundo ejemplo de realización ejemplar del método según la invención.

15 [0042] El lecho de masa 11 se realizó llenando (longitud de relleno aprox. 170 mm) un tubo en U (diámetro interior 8 mm) con una zeolita NaY en forma de granulado (diámetro de partícula aprox. 1 mm). El tubo en U 11 se hallaba entre dos electrodos de placa 10, 12 paralelos y formaba por consiguiente el dieléctrico de un condensador.

20 Los electrodos 10, 12 fueron conectados por una red de adaptación 13 electrónica mediante conductos coaxiales a un generador AF refrigerado por agua 14 (frecuencia 13,56 MHz, potencia máxima 1 kW).

En el lecho fijo 11 fueron colocados en diferentes lugares sensores de temperatura 9 de fibra óptica, que permitían una medición continua en el campo electromagnético.

Reactor de lecho de fijo 11 y Matchbox fueron cubiertos por una carcasa de protección 16 de chapa de cobre, para minimizar la radiación electromagnética parasitaria en el ambiente.

25 El flujo de gas portador (aire seco) a través del lecho fijo ascendía a aprox. 150 ml/min.

En la corriente de entrada y de salida del reactor 11 fueron instalados sensores de humedad 7.

El conjunto está esquemáticamente representado en la Figura 1.

30 [0043] El electrodo 12 de la red de adaptación 13 electrónica está unido con el generador de AF 14.

Estos últimos están conectados con un ordenador de sistema de control.

El otro electrodo 10 está conectado a tierra.

El lecho fijo 11 presenta una zona de entrada de corriente y una zona de salida de corriente.

El gas portador es conducido por una tubería 3, a la que están conectados un dispositivo de dosificación 5, un analizador de gas 6 y un sensor de humedad de gas 7, sobre la zona de entrada de corriente en el lecho fijo 11.

35 El gas portador saliente (aire) del lecho fijo 11 es extraído del lecho fijo 11 vía la zona de salida de flujo y una tubería 2, a la que se conectan un indicador de flujo 4, un analizador de gas 6 y un sensor de humedad de gas 7.

El lecho fijo 11 en el presente ejemplo de realización está formado en forma de tubo en U (véase particularmente la Fig. 3), sin embargo la invención no se limita a ello.

40 Más bien es concebible cualquier tipo de lecho fijo con al menos una zona de salida corriente y al menos una de salida de corriente.

[0044] En un primera fase experimental, el lecho compacto 11 se calentó con una potencia de 70 W sobre una temperatura base de aprox. 60°C.

45 Debido a la repartición isótropa de campo y de sustancia, las temperaturas logradas dentro del lecho fijo 11 aproximadamente fueron constantes.

La transición a la segunda fase experimental se realizó a través de la inyección de un pulso de agua (aprox. 50 µl, duración de inyección < 1 s) sobre la inyección directa de agua 8 en la zona de entrada de flujo del lecho fijo 11.

Por ello se inició un pulso de temperatura progresivo, que recorría el lecho fijo en aprox. 20 min.

50 A ello se unió un pulso de agua, que abandonó igualmente en aprox. 20 min el lecho fijo con el flujo de gas portador.

Extensiones de temperatura y de humedad se ilustran en la Figura 2.

En las Fig. 2 y 4 ^{indespues} representa la corriente de masa del medio de transmisión (agua) en el flujo de salida, T_{inicio} representa la temperatura del lecho fijo 11 en la zona de flujo de entrada, T_{medio} representa la temperatura en la mitad del tubo en U, T_{final} representa la temperatura del lecho fijo 11 en la zona de salida de flujo y C_{Toluol} representa la concentración de Toluol en la corriente.

55 [0045] La temperatura máxima lograda en el pulso ascendió a aprox. 220°C, la diferencia de temperatura para la temperatura base por consiguiente aproximadamente 160 K.

Los fuertes gradientes de temperatura resultantes dentro del lecho fijo 11 son además ilustrados (Fig. 3) con ayuda de una fotografía infrarroja (medición a través del vidrio).

60 Debe tenerse en cuenta que se alcanzó aproximadamente la misma anchura del pulso de agua en la corriente de salida cuando se introdujo el agua como medio de transmisión por un período prolongado en la temperatura base en el reactor.

[0046] En un otro ejemplo de realización (véase la Fig. 4), el reactor descrito arriba (Fig. 1) se cargó sobre el flujo de gas a temperatura ambiente con Toluol (concentración en el flujo de gas aprox. 3000 ppmv, duración de carga 20 min).

A continuación, se cambió el gas portador por aire puro y seco, con lo cual el flujo de gas con 150 ml/min permaneció constante.

Después de aproximadamente 15 min se inició la fase de desorción a través de la inyección de un pulso de agua (40 µl) como medio de transmisión.

- 5 Un pulso de temperatura y de transporte de sustancia acoplado y que recorre el lecho fijo condujo al desarrollo de concentración de agua y Toluol en la corriente de salida del reactor de lecho de masa 11 representado en la Fig. 4. Un análisis consecutivo de la carga residual (< 5 % del valor inicial) mostró que el Toluol se eliminó mediante el calentamiento termo-cromatográfico aproximadamente por completo del lecho adsorbente y con ello se alcanzó una alta concentración de hidrocarburo temporal (máximo 1,1 Vol.-%).
- 10 Este último aspecto es relevante, por ejemplo, cuando el aire saliente debe ser depurado a continuación mediante un método termo catalítico o cuando está prevista una reutilización del desorbato.

REIVINDICACIONES

1. Método para el calentamiento de un lecho fijo (11), en el cual el lecho fijo (11) presenta al menos una zona de entrada para la entrada de un gas portador en el lecho fijo (11) y al menos una zona de salida para la salida del gas portador del lecho fijo (11), con las siguientes etapas del proceso:

- calentamiento dieléctrico del lecho fijo (11) mediante la introducción de radiación electromagnética en el lecho fijo (11), mediante ondas de radio o microondas en un rango de frecuencia entre 100 kHz y 50 Ghz,

- introducción de un medio de transmisión en la zona de entrada o en otra zona del lecho fijo (11) y llenado simultáneo del lecho fijo (11) con un gas portador, donde el gas portador se introduce en el lecho fijo (11) de forma continua y el medio de transmisión se introduce de forma discontinua en el lecho fijo (11) antes de o durante el calentamiento dieléctrico,

- el lecho fijo (11) contiene al menos un componente adsorbente del medio de transmisión y el medio de transmisión es adsorbido por lo menos en parte en el lecho fijo (11), y

- el medio de transmisión absorbe por lo menos una parte de la radiación electromagnética,

- permanencia del medio de transmisión en el lecho fijo (11) de tal manera que el medio de transmisión inicia una absorción de energía aumentada del lecho fijo (11) en comparación con el lecho fijo puro,

- calentamiento del lecho fijo (11) a causa de la absorción de energía aumentada del lecho fijo (11),

- desorción del medio de transmisión a causa del calentamiento del lecho fijo (11), y

- transporte del medio de transmisión desorbido por el lecho fijo (11) mediante el flujo de gas portador mediante la repetición de los pasos de adsorción, calentamiento y desorción, con lo cual se produce un pulso de temperatura que atraviesa el lecho fijo (11).

2. Método según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por el hecho de que** el medio de transmisión es introducido de nuevo en el lecho fijo (11), cuando el medio de transmisión ha atravesado completamente el lecho fijo (11) debido a una repetida adsorción, calentamiento, desorción y transporte posterior mediante el gas portador.

3. Método según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por el hecho de que** el medio de transmisión es introducido periódicamente cada 2 hasta 180 min, con lo cual la introducción del medio de transmisión se realiza dentro de un periodo de tiempo de 90 s.

4. Método según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por el hecho de que** el medio de transmisión se introduce en el lecho fijo (11) a través del gas portador afluente y/o **de que** el medio de transmisión se introduce en el lecho fijo (11) mediante inyección directa.

5. Método según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por el hecho de que** el lecho fijo (11) contiene una sustancia sólida con estructura de zeolita, un óxido de metal poroso, gel de sílice y/o carbón activado.

6. Método según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por el hecho de que** se usa agua como medio de transmisión.

7. Método según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por el hecho de que** a causa del pulso de temperatura que atraviesa el lecho fijo (11) se inicia en la zona correspondiente del lecho fijo (11) una reacción química.

8. Método según la reivindicación 7, **caracterizado por el hecho de que** después de la iniciación de una reacción química exotérmica se reduce la intensidad del campo electromagnético utilizado para el calentamiento dieléctrico.

9. Método según una de las reivindicaciones 7 y 8, **caracterizado por el hecho de que** al menos uno de los efectos siguientes se consigue mediante el pulso de temperatura:

evacuación de un producto de reacción del lecho fijo (11), prevención de la segregación de un producto térmicamente inestable, influencia de la selectividad de una reacción, influencia de las adiciones de una reacción, separación de materia, obtención de gradientes de temperatura locales de más de 10 K/cm, obtención de índices de calentamiento locales de más de 5 K/min, obtención de índices de enfriamiento de más de 5 K/min mediante desorción, sobreconcentración de una sustancia en el área del pulso de

temperatura, activación de un catalizador, aumento de la duración de la vida de un catalizador y establecimiento de zonas reactivas en el lecho fijo (11).

- 5 10. Método según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por el hecho de que** la velocidad del medio de transmisión es controlada debido a una repetida adsorción, calentamiento, desorción y transporte posterior mediante el gas portador a través de los siguientes parámetros:
- material del lecho fijo (11) y del medio de transmisión,
 - 10 - cantidad del medio de transmisión introducido, e
 - intensidad de la radiación electromagnética

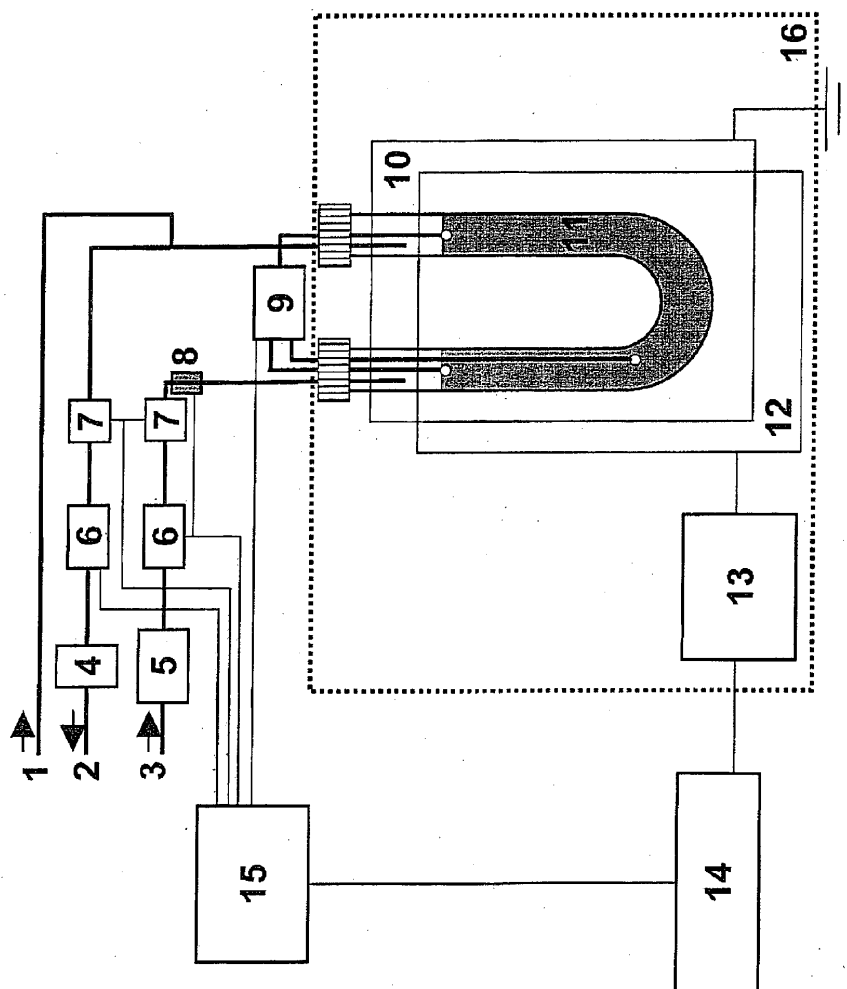


Fig. 1

Fig. 2

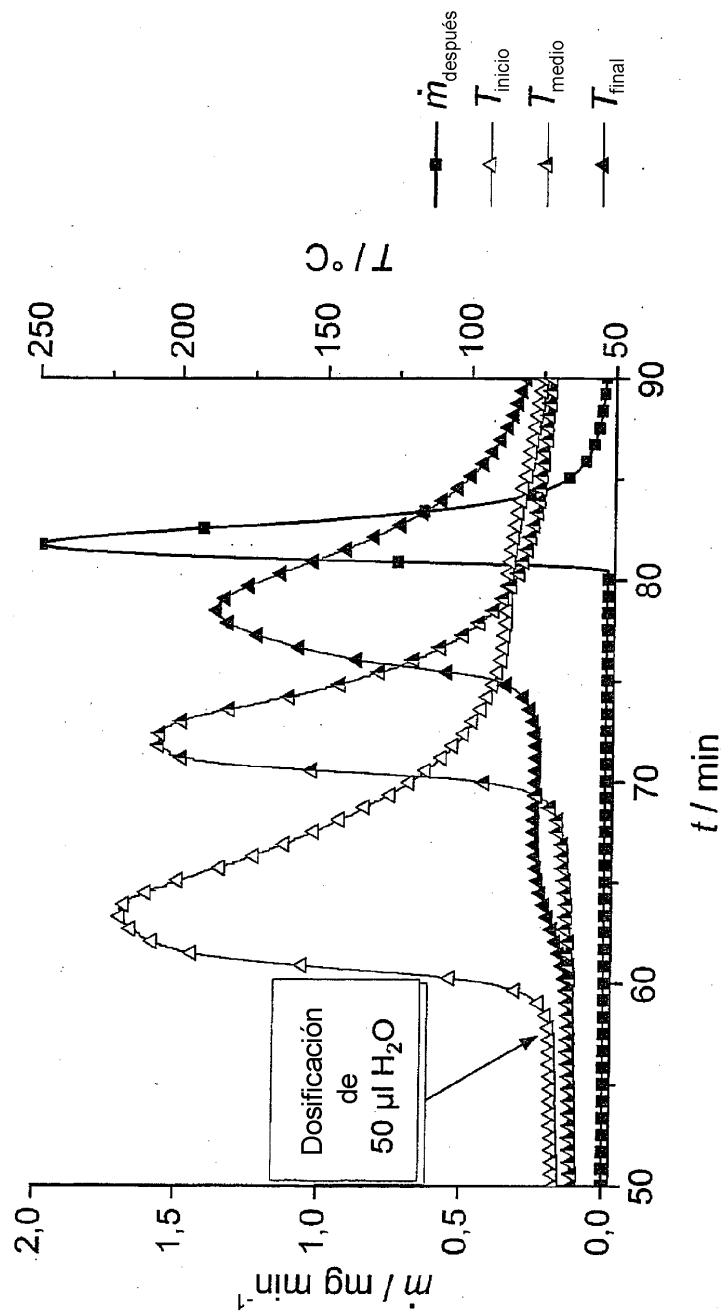


Fig. 3

