

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 395 399**

51 Int. Cl.:

B01D 53/26 (2006.01)

C07C 17/389 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.06.2007 E 07733228 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la solicitud europea: **18.03.2009 EP 2035117**

54 Título: **Procedimiento para secar un flujo gaseoso comprendiendo un fluoropropeno**

30 Prioridad:

14.06.2006 GB 0611742

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
12.02.2013

73 Titular/es:

**MEXICHEM AMANCO HOLDINGS S.A. DE C.V.
(100.0%)
Rio San Javier No. 10 Fraccionamiento Viveros
del Rio
Tlalnepantla, Estado de Mexico C.P. 54060, MX**

72 Inventor/es:

**LOW, ROBERT ELLIOTT y
CORR, STUART**

74 Agente/Representante:

URÍZAR ANASAGASTI, José Antonio

ES 2 395 399 T3

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

[0001] La invención se refiere generalmente a desecantes para el secado de fluidos que contengan propanos fluorados. En particular, la invención se refiere a la utilización de desecantes que contienen tamices moleculares que tienen tamaños de poros definidos.

5 [0002] En general se reconoce que es importante controlar los niveles de agua presente dentro de sistemas de refrigeración por compresión de vapor que utilizan fluidos halogenados como los medios de transferencia térmica. Los altos niveles de humedad en estos sistemas pueden dar lugar a una serie de problemas de fiabilidad y rendimiento. Con niveles cercanos o superiores a aquéllos donde puede formarse agua en fase libre, pueden formarse clatratos sólidos o cristales de hielo. Los clatratos sólidos pueden formarse a temperaturas por encima de la del punto normal de congelación del agua. Estos materiales sólidos pueden actuar para restringir el flujo de refrigerante, especialmente a través del dispositivo de expansión, normalmente una válvula, tubo de orificio o tubo capilar, que se utiliza para regular el flujo de refrigerante por el sistema.

10 [0003] A niveles inferiores de humedad, muchos materiales poliméricos encontrados en sistemas de compresores herméticos, en particular los relacionados con el aislamiento de motor eléctrico hermético como el nylon y el PET, pueden estar sujetos a degradación hidrolítica que lleva a quemado del motor y fallo prematuro del sistema. La humedad también puede actuar para corroer los componentes metálicos del sistema y contribuye al fenómeno de encobrado en cobre donde el cobre es transportado desde componentes fabricados en cobre y se deposita sobre superficies de aleación ferrosa. Cuando estas superficies están en el compresor, tales como válvulas y elementos de pistón, esta deposición actúa para reducir holguras mecánicas y, eventualmente, puede conducir a gripado.

15 [0004] Con el fin de minimizar los efectos negativos de la humedad en sistemas de refrigeración, estos sistemas incorporan un material desecante con el fin de absorber selectivamente la humedad del fluido circulante. Tradicionalmente, estos desecantes se han fabricado a partir de una serie de materiales como alúmina activada, gel de sílice y tamices moleculares de aluminosilicato (zeolitas). El desecante se utiliza generalmente en la forma de un núcleo poroso moldeado que consiste en uno o más de los materiales desecantes, o en la forma de un relleno de perlas o gránulos de desecante. En cualquier caso, el desecante se mantiene dentro de un cartucho y el refrigerante, en forma líquida o en vapor, se hace pasar por el cartucho en contacto con el desecante.

20 [0005] Los tamices moleculares de zeolita son de particular interés ya que pueden combinar una alta capacidad de retención de la humedad con la capacidad de reducir el contenido de humedad del fluido de refrigeración a niveles bajos. Con el fin de lograr un rendimiento satisfactorio del desecante con tales tamices moleculares, es importante minimizar la absorción competitiva de refrigerante. Esto se logra normalmente mediante la selección de un tamiz molecular con una dimensión de abertura del poro que es lo suficientemente pequeña de tal manera que la absorción de refrigerante se reduce al mínimo, pero que es suficientemente amplia como para mantener tasas satisfactorias de absorción de humedad. Esta minimización de absorción de refrigerante también es necesaria con el fin de evitar la degradación del refrigerante por reacción dentro de los canales de tamiz molecular.

25 [0006] Mientras que el control de humedad dentro de un sistema de refrigeración es muy importante, también es necesario secar los fluidos refrigerantes, como parte de su proceso de fabricación. De esta manera, cualquier humedad que se pueda incorporar al refrigerante a través de los pasos del proceso de fabricación, por ejemplo, mediante lavado acuoso, puede ser eliminada antes de que el fluido se envase o se colocan en recipientes receptores. El secado del fluido evita por tanto cualquier problema de corrosión o formación de hielo asociado con la manipulación y el almacenamiento de los fluidos y ayuda a asegurar que la posterior introducción del fluido en un circuito de refrigeración no introduzca excesivos niveles de humedad que puedan sobrecargar la capacidad de secado de cualquier desecante de sistema en línea.

30 [0007] El Protocolo de Montreal provocó la sustitución de los refrigerantes tradicionales de clorofluorocarbono (CFC) e hidroc fluorocarbono (HCFC), incluido el R-12 (diclorodifluorometano), R-22 (clorodifluorometano) y R-502, una mezcla azeotrópica de R-22 y R-115 (cloropentafluoroetano). Estas sustancias han sido generalmente reemplazadas por los refrigerantes de hidrof luorocarbono (HFC) de fórmula general $C_nH_xF_y$ (donde $n = 1$ a 3 , $x = 1$ a $(2n-1)$ y $(x + y) = 2n + 2$) y sus mezclas.

35 [0008] Estos fluidos de refrigeración se utilizan generalmente en combinación con un lubricante sintético del compresor, lo más a menudo un éster, un polialquilenglicol (PAG) o un éter de polivinilo (PVE). Tanto los refrigerantes HFC como sus lubricantes sintéticos son más polares y más higroscópicos que la combinación tradicional de refrigerantes CFC y HCFC con sus lubricantes de compresores de aceite mineral o hidrocarburo sintético.

40 [0009] Uno de los refrigerantes más comunes utilizados históricamente fue el R-12. Este fue reemplazado por el R-134a (1,1,1,2 - tetrafluoroetano) en la década de 1990 en la mayoría de sus áreas de aplicación. Una de las áreas únicas de aplicación más grandes para el R-134a es en sistemas de aire acondicionado de automoción en el que se utiliza junto con un lubricante de compresor de glicol de polialquilenos. Otras áreas de aplicación incluyen la refrigeración doméstica e industrial en los que se utiliza generalmente en conjunción con un lubricante de compresor de éster o PVE, normalmente un éster de la familia de ésteres neopentilpoliol (POE). R-134a es también un

componente de mezclas de refrigerantes que se han utilizado para reemplazar a R-22 y R-502 en aplicaciones de congelación, refrigeración y acondicionamiento de aire comercial y residencial.

- 5 [0010] El potencial de calentamiento global (GWP) del R-134a, 1300 en relación con CO₂ en una escala de tiempo de 100 años, ha conducido a una presión para desarrollar refrigerantes alternativos benignos para la capa de ozono con un GWP reducido. Una familia de fluidos en consideración como alternativas al R-134a es la de propanos fluorados. De particular interés es el R-1234yf (2,3,3,3-tetrafluoropropeno) que puede utilizarse por sí solo, o mezclado con otros fluidos de bajo GWP como CF₃I, para producir mezclas no inflamables con propiedades físicas y termodinámicas apropiadas para usarse en una serie de aplicaciones en las que se utiliza actualmente el R-134a.
- 10 También son de interés los fluidos refrigerantes que comprenden R-1225ye (1,1,1,2,3 pentafluoropropeno), preferentemente sin CF₃I. Son de interés las dos formas isoméricas de R-1225ye, concretamente, las formas E y Z. El R-1234yf, como los HFC establecidos, es una especie polar y puede ser usado en conjunción con lubricantes de PAG, PVE y éster utilizados actualmente con el R-134a u otros refrigerantes de HFC. CF₃I es relativamente no polar y puede ser usado con lubricantes tradicionales de aceite mineral o hidrocarburos sintéticos. Mezclas que comprenden R-1234yf y CF₃I se puede utilizar con lubricantes de PAG, PVE y éster o con lubricantes tradicionales de compresores de aceite mineral o hidrocarburo sintético.
- 15 [0011] Por lo tanto, existe una necesidad de proporcionar un material desecante compatible para uso con R-1234yf o R-1225ye-o con mezclas que comprenden R-1234yf y CF₃I. Además, hay una necesidad de proporcionar un desecante que sea compatible con R-1234yf, R-1225ye y mezclas que contienen R-1234yf y CF₃I, y un lubricante de compresor asociado.
- 20 [0012] De acuerdo con la presente invención, se proporciona un método de secado de un fluido que comprende un fluoropropeno, cuyo método comprende la etapa de contactar el fluido con un desecante que comprende un tamiz molecular que tiene aberturas que tienen un tamaño según su dimensión mayor de alrededor de 3 Å a cerca de 5 Å.
- [0013] Preferiblemente, el tamiz molecular tiene aberturas que tienen un tamaño según su dimensión mayor desde aproximadamente 3 Å a unos 4 Å.
- 25 [0014] Convenientemente, el tamiz molecular tiene aberturas que tienen un tamaño según su dimensión mayor de alrededor de 4 Å.
- [0015] Ventajosamente, el fluoropropeno es R-1234yf, o R-1225ye, por ejemplo R-1225ye ya sea en la mezcla de isómeros E y Z en equilibrio termodinámico o cinético, o en formas isoméricas individuales relativamente puras, por ejemplo, mayor que alrededor del 50%, convenientemente más de alrededor del 80%, convenientemente más de 90% del isómero Z o más de 50%, convenientemente más de 80%, convenientemente más de 90% del isómero E.
- 30 [0016] Preferiblemente, el fluido comprende al menos un componente adicional de refrigerante.
- [0017] Convenientemente, el al menos un componente adicional de refrigerante se selecciona de CF₃I, R-134a y el R152a
- [0018] Ventajosamente, el fluido comprende además un lubricante.
- 35 [0019] Preferiblemente, el lubricante se selecciona de ésteres, PAG, PVE, aceites minerales e hidrocarburos sintéticos.
- [0020] Convenientemente, el fluido comprende además un estabilizador.
- [0021] Ventajosamente, el estabilizador se selecciona de epóxidos, dienos y fenoles.
- [0022] Preferiblemente, el fluido comprende además un colorante.
- 40 [0023] Convenientemente, el colorante es un fluoresceno.
- [0024] Ventajosamente, el desecante comprende al menos un desecante o adsorbente adicional que no sea el tamiz molecular.
- [0025] Preferiblemente, el al menos un desecante o adsorbente adicional se selecciona de alúmina, sílice y carbón activo.
- 45 [0026] Convenientemente, el desecante no contiene ningún desecante adicional que no sea el tamiz molecular.
- [0027] Ventajosamente, el fluido es un fluido de transferencia térmica.
- [0028] Preferiblemente, el desecante está contenido en un cartucho.

[0029] Según un aspecto adicional de la invención, se proporciona un método de fabricación de un fluido que comprende un fluoropropeno, método que comprende un método de secar el fluido tal como se define en este documento.

5 [0030] Según otro aspecto de la invención, se proporciona un método para proporcionar refrigeración usando un fluido de transferencia térmica que comprende un fluoropropeno, cuyo método comprende un método para secar el fluido tal como se define en este documento.

[0031] Preferiblemente, el método de proporcionar refrigeración se lleva a cabo en un sistema móvil de aire acondicionado.

[0032] Convenientemente, el sistema móvil de aire acondicionado es un sistema de aire acondicionado de automóvil.

10 [0033] Según un aspecto adicional de la invención, se proporciona un dispositivo de transferencia térmica que comprende un fluido de transferencia térmica que comprende un fluoropropeno, y un desecante que comprende un tamiz molecular que tiene aberturas que tienen un tamaño según su dimensión mayor de aproximadamente 3 Å a cerca de un 5 Å.

[0034] Preferiblemente, el dispositivo de transferencia térmica es un sistema de refrigeración.

15 [0035] Convenientemente, el dispositivo de transferencia térmica es un sistema de aire acondicionado de automóvil.

[0036] La invención se describirá ahora, a modo de ejemplo, con referencia a la figura que acompaña, en las que;

la figura 1 muestra los niveles de agua en CF₃I (TFIM), R-1234yf y R-134a, después de secar con tamices moleculares, y,

la figura 2 se muestra la capacidad de desecantes en el secado de CF₃I (TFIM), R-1234yf y R-134a.

20 [0037] Hemos encontrado sorprendentemente que desecantes de tamiz molecular de zeolita con dimensiones nominales de poro por debajo de 5 Å, se pueden utilizar con refrigerantes que comprenden al menos un fluoropropeno, opcionalmente mezclados con al menos un componente refrigerante adicional. En particular, hemos encontrado que los desecantes de tamiz molecular de zeolita con dimensiones nominales de poro por debajo de 5 Å, se pueden utilizar de manera beneficiosa para eliminar la humedad de R-1234yf o R 1225ye y mezclas de R-1234yf y R-1225ye con otros componentes refrigerantes, en particular R -134a, R-152a y / o CF₃I.

25 [0038] La figura 1 representa el contenido de agua de equilibrio de los refrigerantes en contacto con una serie de tamices moleculares de zeolita con dimensiones nominales de poro que van desde 3 Å (M3A) a 10 Å (MS13X). Está claro que a medida que aumenta el tamaño nominal de poro del tamiz molecular, el contenido de agua de todos los refrigerantes examinados también aumenta, de aproximadamente 0,003 mg de H₂O por mg de zeolita con la zeolita de 3Å a aproximadamente 0,02 mg de H₂O por mg de zeolita con la zeolita de 10 Å. Sorprendentemente, la zeolita de 5Å funciona mal con el R-1234yf como refrigerante, sólo consiguiendo un contenido de agua comparable al de la zeolita de 10 Å. Esto es particularmente sorprendente, ya que debería esperarse que el propeno fluorado sea mayor que el R-134a y por lo tanto debería esperarse que sea absorbido menos eficazmente por la zeolita de 5Å.

30 [0039] También, WO01/83411 da a conocer la eliminación de impurezas de (hidro) haloalqueno de los flujos de producto usando un adsorbente sólido. En particular, WO01/83411 describe la eliminación de R-1234yf de los flujos de producto utilizando un adsorbente con un tamaño de poro de desde aproximadamente 7 Å a unos 10 Å.

35 [0040] De los resultados experimentales, hemos encontrado que con el fin de proporcionar un secado efectivo de los fluidos refrigerantes que comprenden R-1234yf, se requiere un tamiz molecular de zeolita con una dimensión nominal de poro menor que 5Å. Debido a las reducidas tasas de absorción de agua asociadas con tamices moleculares de zeolita con dimensiones nominales de poro por debajo de unos 3 Å, este valor representa el extremo inferior del rango aceptable de las dimensiones de los poros de zeolita.

40 [0041] El bajo rendimiento de las zeolitas de poro 5 Å, se refleja en el correspondiente contenido de agua del tamiz molecular representado en la figura 2. En este caso, la zeolita 5Å tiene un contenido de agua similar al del sistema 10 Å, aproximadamente 0,08 mg H₂O por mg de zeolita. Por el contrario, tanto el R-134a como el CF₃I dan lugar a capacidades de aproximadamente 0,09 mg CF₃I por mg de zeolita. Claramente, un desecante con una capacidad de agua inferior puede todavía ser usado para secar un fluido refrigerante, pero requeriría emplear una cantidad mayor con el fin de absorber una cantidad determinada de la humedad del fluido.

45 [0042] Es improbable que los desecantes de la invención actúen para eliminar aditivos tales como estabilizantes, colorantes ni potenciadores de lubricidad del fluido de refrigeración circulante que comprende un fluoropropeno y un lubricante. De esta manera, es improbable que los desecantes de la invención comprometan la estabilidad térmica del fluido de refrigeración o comprometan el rendimiento del lubricante de compresor.

50

Experimental

Ejemplo 1

5 [0043] Tamices moleculares de zeolita 3Å, 5Å y 13X fueron adquiridos de Aldrich Chemical Company. El tamiz molecular 4Å XH se obtuvo de National Refrigeration Suppliers contenido en cartuchos de cobre hilado. La titulación Karl-Fischer para determinar el contenido de agua de los refrigerantes se llevó a cabo en un instrumento Cou-Lo Compact suministrado por GRScientific.

10 [0044] Una cantidad pesada, aproximadamente 0,4 g de tamiz molecular de zeolita que había sido previamente secada en un flujo de gas nitrógeno a 150°C durante 12 horas, se colocó en un recipiente a presión de acero inoxidable con un volumen interior de 50 ml equipado con una válvula de acceso. La válvula del recipiente fue utilizada para evacuar el recipiente antes de la introducción de una cantidad pesada de fluido refrigerante, aproximadamente 40 g, que contiene una cantidad conocida, aproximadamente 40 mg, de agua. Después de la mezcla inicial, el recipiente se dejó en reposo a unos 23°C durante un período de 3 horas antes de una pequeña muestra de fluido refrigerante fuera retirada del recipiente a través de la válvula de acceso y el contenido de agua se determinó por titulación Karl-Fischer. El recipiente se dejó en reposo durante un total de 24 horas para llegar al equilibrio antes de determinar el contenido de agua del refrigerante por extracción de una muestra adicional de fluido.

20 [0045] Para determinar el contenido de humedad del refrigerante, una muestra de fluido refrigerante se pasó a través de la válvula de acceso y se dejó evaporar en una longitud de tubo de acero inoxidable que conduce a la célula de titulación Karl-Fischer. El vapor resultante se midió en la célula de titulación Karl-Fischer. El contenido de humedad de la muestra desecante se calculó por diferencia.

Humedad del refrigerante a las 24 horas (mg H2O/mg refrigerante)

[0046]

	MS3A	MS4A	MS5A	MS13X
TFIM	0,003	0,012	0,009	0,02
R-1234yf	0,003	0,01	0,021	0,019
R-134a	0,004	0,007	0,009	0,02

Capacidad de tamiz a las 24 horas (mg H2O/mg tamiz)

25 [0047]

	MS3A	MS4A	MS5A	MS13X
TFIM	0,097	0,088	0,091	0,08
R-1234yf	0,097	0,09	0,079	0,081
R-134a	0,096	0,093	0,091	0,08

30 [0048] El tamiz molecular MS13X tiene un diámetro nominal de poro de 10Å. Las zeolitas preferidas son las que tienen tamaños de poro en el intervalo de desde 3Å a por debajo de unos 5 Å, en particular, las que tienen dimensiones de poro en el rango de unos 3Å a unos 4Å. Ejemplos concretos de tamices moleculares de zeolita disponibles en el mercado que entran en este rango preferido incluyen XH-7 y XH-9 fabricados por UOP, y MS594 y MS592 fabricados por Grace.

Ejemplo 2

[0049] En una variación del ejemplo 1, el R-1225ye húmedo fue probado con una variedad de tamices moleculares y comparado con el R-134a.

35 [0050] En este experimento, el refrigerante se "mojó" por adición de 0,5 g de agua destilada a un cilindro vaciado, al que se añadió luego 250g refrigerante. Esta mezcla se dejó equilibrar a temperatura ambiente durante varias horas antes de ser analizada por Karl Fischer para contacto de humedad líquida.

[0051] El desecante se preparó secándolo a 200°C con nitrógeno líquido pasando a su través durante al menos 16 horas, se añadió luego 0,8 g de desecante a un cilindro seco limpio que fue luego vaciado antes de añadir 70 g de líquido refrigerante "mojado". Esto se dejó luego a temperatura ambiente y se analizó por duplicado proporcionando un valor medio para humedad líquida después de 3 y 24 horas.

5 Resultados

[0052]

	3A				4A				5A				13X		
Tiempo/h	0	3	24		0	3	24		0	3	24		0	3	24
R-134a	769	382	31	R-134a	656	79	45	R-134a	816	132	70	R-134a	833	202	163
R-1225ye	641	275	55	R-1225ye	574	306	78	R-1225ye	598	329	181	R-1225ye	641	404	357

10

3A	mg agua por mg tamiz	mg agua por mg refrigerante
R-1225ye	0.095	0.005
<u>R-134a</u>	0.096	0.004

15

5A	mg agua por mg tamiz	mg agua por mg refrigerante
R-1225ye	0.084	0.016
<u>R-134a</u>	0.091	0.009

20

4A	mg agua por mg tamiz	mg agua por mg refrigerante
R-1225ye	0.093	0.007
<u>R-134a</u>	0.093	0.007

25

13X	mg agua por mg tamiz	mg agua por mg refrigerante
R-1225ye	0.069	0.031
<u>R-134a</u>	0.080	0.020

[0053] Los resultados indican un tamaño de tamiz óptimo de 3-4Å, el rendimiento de tamices con un tamaño de poro mayor de 4Å es pobre.

25 [0054] En ciertas realizaciones, puede ser beneficioso incluir otro desecante con el tamiz molecular de la invención. Así, en ciertas aplicaciones, el material desecante podría comprender el tamiz molecular solo, mientras que otras aplicaciones pueden utilizar un desecante que contiene el tamiz molecular, además de uno o varios agentes auxiliares, tales como alúmina, sílice y / o carbón activo, por ejemplo para la eliminación de ácidos.

30 [0055] El desecante que se utiliza en el proceso de la presente invención comprende un tamiz molecular que contiene poros que tienen aberturas que tienen un tamaño según su dimensión mayor en el intervalo de aproximadamente 3 Å a unos 5 Å, por ejemplo, de mayor o igual a 3 Å menos que 5Å. Por abertura nos estamos refiriendo a la boca del poro por la cual la molécula a adsorber entra en el cuerpo del poro donde queda atrapada. Las aberturas de los poros pueden ser de forma elíptica, esencialmente circular o incluso de forma irregular, pero generalmente serán de forma elíptica o esencialmente circular. Cuando las aberturas de poro son esencialmente circulares, deberían tener un diámetro en el intervalo de desde aproximadamente 3 Å a unos 5 Å, por ejemplo, desde mayor o igual a 3 Å menos de 5 Å.

35 [0056] Los adsorbentes preferidos son aquellos que comprenden poros que tienen aberturas que tienen un tamaño según su dimensión mayor en el intervalo de aproximadamente 3 Å a unos 4 Å.

- 5 [0057] El desecante puede contener más de una distribución de tamaños de poro, por lo que, además de los poros de la dimensión requerida en los que las aberturas a los poros tengan un tamaño según su dimensión mayor en el intervalo de 3 Å a 5 Å, el adsorbente también puede contener poros que son o más grandes o más pequeños. Por lo tanto, el adsorbente no tiene que contener exclusivamente poros dentro del intervalo 3 Å a 5 Å. Sin embargo, cualquier poro fuera de este intervalo no será tan eficaz en eliminar selectivamente humedad del fluoropropeno.
- 10 [0058] El desecante debe ser en forma particulada y está convenientemente en forma de gránulos o perlas. Cuando se utiliza en la fabricación de fluoropropenos, el adsorbente particulado se dispone normalmente como un lecho o una capa en una torre o columna de adsorción y el flujo de productos pueden ser transportado sobre o a través del lecho. El lecho desecante puede ser un lecho fluidizado o móvil, pero en una realización preferida es un lecho fijo o estático. Cuando se utiliza para secar el fluido circulante en un sistema de refrigeración, el desecante se encuentra convenientemente en forma de gránulos o perlas contenidas en un cartucho, a través del cual se pasa el fluido refrigerante, que contiene cualquier lubricante de compresor circulante. Alternativamente, el desecante puede estar
- 15 en forma de un núcleo sólido poroso que comprende una zeolita de la presente invención, un aglutinante y cualquier desecante o absorbente auxiliar, como el gel de sílice, alúmina o carbón activo. En uso, el núcleo está contenido en un cartucho y se hace pasar el fluido de refrigeración circulante por el cartucho y en contacto con el núcleo.
- [0059] El desecante tiene normalmente un área superficial en el intervalo de 300 a 900 m² / g.
- 20 [0060] El desecante está normalmente pre-tratado antes de su uso mediante calentamiento en una corriente de gas seco, como aire seco o nitrógeno seco. Este proceso es conocido por los expertos en la técnica y tiene el efecto de activar el desecante.
- [0061] Las temperaturas típicas para el pre-tratamiento están en el intervalo de 100 a 400°C.
- 25 [0062] El proceso de la presente invención puede llevarse a cabo con el flujo de producto en la fase líquida o la fase vapor. En un proceso de fabricación de fluoropropeno, el flujo de producto que sale del reactor normalmente se pre-tratará antes de ser sometido al proceso de la presente invención con el fin de reducir el nivel total de impurezas en el flujo de producto. Este pre-tratamiento incluirá normalmente una etapa de destilación. El flujo de producto también puede recircularse y conducirse varias veces a través del mismo lecho adsorbente con el fin de alcanzar el nivel bajo deseado de agua.
- 30 [0063] El proceso de la invención puede ser operado en forma de lotes o continua, aunque la operación continua es la preferida.
- [0064] El presente proceso se opera preferiblemente a una temperatura en el intervalo de -20 a 100°C, más preferiblemente en el intervalo de 10 a 70°C y en particular en el rango de 10 a 50°C.
- [0065] Las presiones preferidas de operación están en el intervalo de 1 a 30 bar, con mayor preferencia en el rango de 5 a 20 bar y en particular en el rango de 6 a 12 bar.
- 35 [0066] La velocidad de alimentación preferida para el flujo de producto al lecho desecante está en el intervalo de 0,1 a 50 hora⁻¹, más preferiblemente en el intervalo de 1 a 30 hora⁻¹ para flujos de producto en fase líquida y en el intervalo de 10 a 10000 hora⁻¹, más preferiblemente en el intervalo de 100 a 5.000 hora⁻¹ para flujos de producto en fase vapor.
- 40 [0067] Durante la operación del presente proceso, la capacidad de adsorción del desecante se consume gradualmente a medida que los poros se ocupan con agua. En la fabricación de fluoropropenos, la capacidad del adsorbente para absorber agua se verá sustancialmente alterada con el tiempo y en esta etapa el adsorbente debe ser regenerado. La regeneración es generalmente efectuada calentando el adsorbente utilizado en una corriente de gas seco, como aire seco o nitrógeno seco, a una temperatura en el intervalo de 100 a 300°C, por ejemplo, 100 a 200°C y una presión en el intervalo de 1 a 30 bar, por ejemplo, 5 a 15 bar. Este proceso es conocido por los expertos en la técnica. Cuando se utiliza en sistemas de refrigeración, el cartucho o núcleo desecante es
- 45 normalmente reemplazado al llegar al agotamiento de la capacidad de absorción de agua del desecante o como parte de un servicio de rutina.

REIVINDICACIONES

1. Un método de secado de un fluido que comprende un fluoropropeno, cuyo método comprende la etapa de contactar el fluido con un desecante que comprende un tamiz molecular que tiene aberturas que tienen un tamaño según su dimensión mayor de desde aproximadamente 3 Å a cerca de un 5 Å.
- 5 2. Un método según la reivindicación 1, en el que el tamiz molecular tiene aberturas que tienen un tamaño según su dimensión mayor de desde aproximadamente 3 Å a unos 4 Å.
3. Un método según la reivindicación 1 ó 2 en el que el tamiz molecular tiene aberturas que tienen un tamaño según su dimensión mayor de alrededor de 4 Å.
4. Un método según cualquier reivindicación anterior, en el que el fluoropropeno es R-1234yf o R 1225ye.
- 10 5. Un método según cualquier reivindicación anterior, en el que el fluido comprende al menos un componente refrigerante adicional.
6. Un método según la reivindicación 5 en el que el al menos un componente refrigerante adicional se selecciona de CF₃I, R-134a y el R152a.
7. Un método según cualquier reivindicación anterior, en el que el fluido comprende además un lubricante.
- 15 8. Un método según la reivindicación 7, en el que el lubricante se selecciona de ésteres, PAG, PVE, aceites minerales e hidrocarburos sintéticos.
9. Un método según cualquier reivindicación anterior, en el que el fluido comprende además un estabilizador.
10. Un método según la reivindicación 9 en el que el estabilizador se selecciona de epóxidos, dienos y fenoles.
11. Un método según cualquier reivindicación anterior, en el que el fluido comprende además un colorante.
- 20 12. Un método según la reivindicación 11 en el que el colorante es un fluoresceno.
13. Un método según cualquier reivindicación anterior, en el que el desecante comprende al menos un desecante o absorbente adicional distinto del tamiz molecular.
14. Un método según la reivindicación 13 en donde el al menos un desecante o absorbente adicional se selecciona de alúmina, sílice y carbón activo.
- 25 15. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que el desecante no contiene ningún otro desecante adicional distinto del tamiz molecular.
16. Un método según cualquier reivindicación anterior, en el que el fluido es un fluido de transferencia térmica.
17. Un método según cualquier reivindicación anterior, en el que el desecante está contenido en un cartucho.
- 30 18. Un método de fabricación de un fluido que comprende un fluoropropeno, cuyo método comprende un método para secar el fluido como se define en cualquier reivindicación precedente.
19. Un método para proporcionar refrigeración usando un fluido de transferencia térmica que comprend un fluoropropeno, cuyo método comprende un método para secar el fluido como se define en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17.
- 35 20. Un método según la reivindicación 19 en el que el método de proporcionar refrigeración se lleva a cabo en un sistema móvil de aire acondicionado.
21. Un método según la reivindicación 20 en el que el sistema móvil de aire acondicionado es un sistema de aire acondicionado de automóvil.
22. Un dispositivo de transferencia térmica que comprende un fluido de transferencia térmica que comprende un fluoropropeno, y un desecante que comprende un tamiz molecular que tiene aberturas que tienen un tamaño según su dimensión mayor de desde aproximadamente 3 Å a cerca de 5 Å.
- 40 23. Un dispositivo de transferencia térmica según la reivindicación 22 en el que el dispositivo de transferencia térmica es un sistema de refrigeración.
24. Un dispositivo de transferencia térmica según la reivindicación 22 o 23 en el que el dispositivo de transferencia térmica es un sistema de aire acondicionado de automóvil.

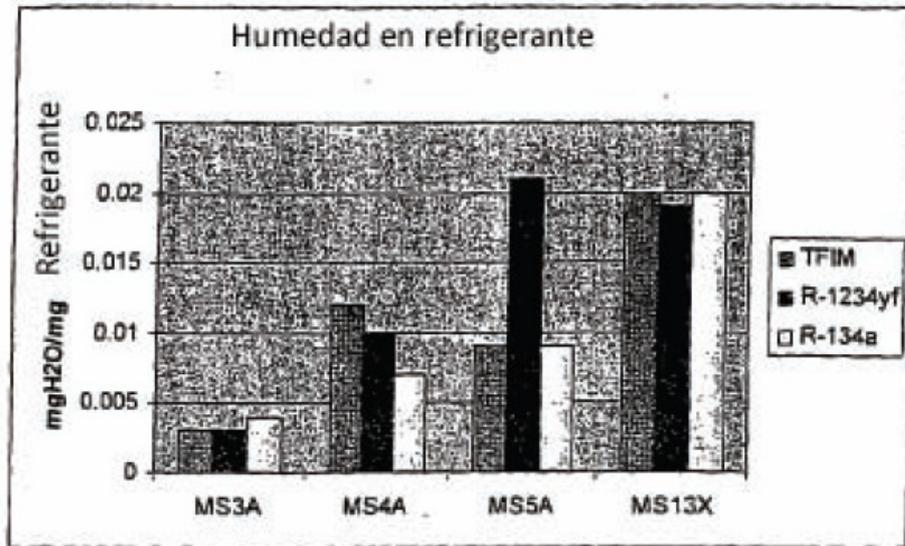


Figure 1. Contenido de humedad en refrigerante

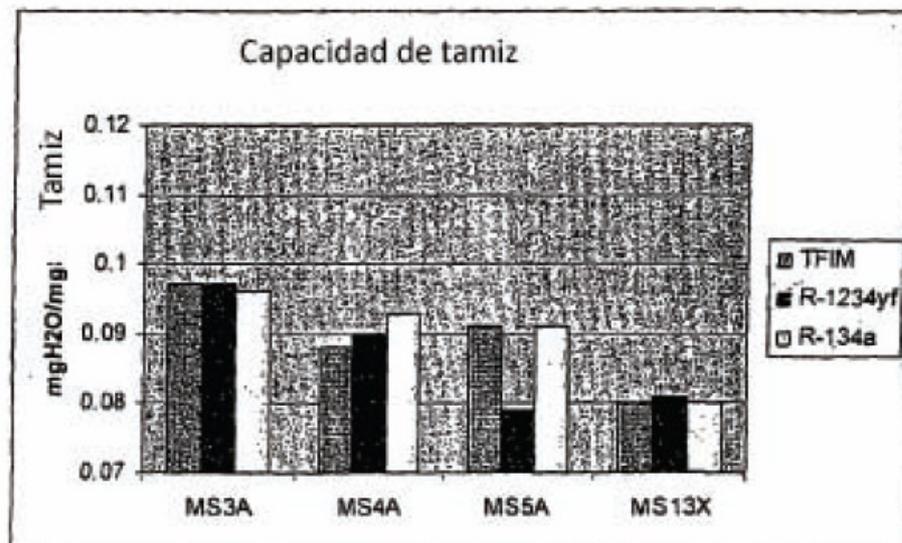


Figure 2. Contenido de humedad en Desecante