

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 426 411**

51 Int. Cl.:

B01J 20/08 (2006.01)

B01J 20/10 (2006.01)

B01J 20/18 (2006.01)

B01J 20/28 (2006.01)

B01D 53/04 (2006.01)

B01D 53/047 (2006.01)

B01J 20/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.03.2004 E 04007873 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.08.2013 EP 1464392**

54 Título: **Sistema adsorbente, de capas múltiples, para separaciones de gases por adsorción a presión oscilante**

30 Prioridad:

03.04.2003 US 406706

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

23.10.2013

73 Titular/es:

**AIR PRODUCTS AND CHEMICALS, INC. (100.0%)
7201 HAMILTON BOULEVARD
ALLENTOWN, PA 18195-1501, US**

72 Inventor/es:

**GOLDEN, CATHERINE MARIE ANNE;
GOLDEN, TIMOTHY CHRISTOPHER y
BATTAVIO, PAULA JEAN**

74 Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Luis Alfonso

ES 2 426 411 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

Sistema adsorbente, de capas múltiples, para separaciones de gases por adsorción a presión oscilante

5 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a procesos de adsorción por oscilación de presión (PSA) y, más particularmente, a purificación de hidrógeno, separación de aire, producción de monóxido de carbono, eliminación o recuperación de hidrocarburos mediante PSA y procesos de adsorción rápida por oscilación de presión (RPSA).

10 La creciente demanda de hidrógeno, particularmente en el refinado y procesamiento del petróleo ha proporcionado una fuerte motivación económica para desarrollar procesos para recuperar hidrógeno de gas combustible de refinería, gas de hornos de coque y otras fuentes similares, así como de fuentes más tradicionales tales como efluente gaseoso de reformadores. Para la mayoría de las aplicaciones, se requiere un producto de hidrógeno de alta pureza.

15 El proceso de producción y recuperación de hidrógeno mediante reformado con vapor y/o aire de corrientes gaseosas ricas en hidrocarburos, tales como gas natural, nafta, u otras mezclas de hidrocarburos de bajo peso molecular, es bien conocido en la técnica. Fuentes comerciales típicas para la producción de hidrógeno incluyen reformado de gas natural u oxidación parcial de diversos hidrocarburos. El reformado se lleva a cabo haciendo reaccionar al hidrocarburo con vapor y/o con gas que contiene oxígeno (por ejemplo, aire o aire enriquecido en oxígeno), produciendo una corriente de hidrógeno gaseoso que contiene cantidades adjuntas de óxidos de carbono, agua, metano residual y nitrógeno. A menos que se desee la recuperación de monóxido de carbono, el monóxido de carbono se convierte normalmente en dióxido de carbono mediante reacción de intercambio agua-gas para maximizar el contenido de hidrógeno en la corriente. Habitualmente, esta corriente de gas es enviada a continuación a una unidad de PSA. Otras fuentes de gas rico en hidrógeno que pueden mejorarse mediante tecnología de PSA a un producto de alta pureza incluyen gases efluentes de refinería con contaminantes de hidrocarburos C₁-C₆. Véase, por ejemplo, la patente de Estados Unidos No. 3.176.444 de Kiyonaga.

20 En procesos de PSA, un gas de múltiples componentes se hace pasar, como mínimo, por uno de una pluralidad de lechos de adsorción a una presión elevada para adsorber, como mínimo, un componente fuertemente adsorbido mientras que, como mínimo, un componente adsorbido de forma relativamente débil pasa a su través. En el caso de la producción de hidrógeno mediante adsorción por oscilación de presión (H₂ PSA), el H₂ es el componente adsorbido débilmente que pasa a través del lecho. Véase, por ejemplo, las patentes de Estados Unidos Nos. 3.430.418 de Wagner, 3.564.816 de Batta y 3.986.849 de Fuderer y otros. En un momento definido, la etapa de alimentación se interrumpe y el lecho de adsorción se despresuriza en una o más etapas, lo que permite que un producto de H₂ esencialmente puro salga del lecho. A continuación se lleva a cabo una etapa de desorción a contracorriente, seguida por una purga y represurización a contracorriente. Los recipientes de H₂ PSA generalmente contienen una mezcla de carbón activado, para eliminación de CO₂ y CH₄ a granel, seguida por un tamiz molecular para la eliminación de CO y N₂. Véase, por ejemplo, la patente de Estados Unidos No. 3.430.418 de Wagner.

25 La producción de hidrógeno mediante adsorción por oscilación de presión es una industria de muchos millones de dólares que suministra hidrógeno de alta pureza para industrias de producción química, industrias de refinado de metales y otras industrias relacionadas. El coste de hidrógeno de sistemas reformadores/PSA integrados se ve afectado por los costes tanto de capital como operativos del sistema. Claramente, la producción económica de hidrógeno requiere unos costes de capital y operativos lo más bajos posible. El coste de capital viene dictado en gran medida por el tamaño del reformador y el tamaño de los lechos de PSA. El tamaño del lecho de PSA disminuye a medida que la productividad de hidrógeno de la PSA aumenta. La productividad de hidrógeno puede aumentar mediante ciclos de proceso mejorados o adsorbentes mejorados. El tamaño del reformador está afectado en su mayoría por la recuperación de hidrógeno de la PSA. Las mejoras de la recuperación de hidrógeno en la PSA dan como resultado un tamaño del reformador más pequeño (dado que existe una menor necesidad de producir hidrógeno fuera del reformador debido a una mejor recuperación en la PSA). Las mejoras de la recuperación de hidrógeno también dan como resultado una demanda reducida de gas de alimentación del reformador, es decir, gas natural, que constituye generalmente el mayor coste operativo del reformador. La recuperación de hidrógeno en la PSA también puede mejorar mediante ciclos de proceso mejorados o adsorbentes mejorados.

30 Es conocida la utilización de sistemas adsorbentes multiestratificados en separación de gas. Sin embargo, estos sistemas adsorbentes multiestratificados están constituidos por una combinación de capas adsorbentes activas con capas adsorbentes inactivas que funcionan como soporte o separadores. (Véase la patente de Estados Unidos No. 6.293.998 B1 de Dolan y otros; la patente de Estados Unidos No. 6.143.057 de Bülow y otros; la patente de Estados Unidos No. 5.645.626 de Edlund y otros, la patente de Estados Unidos No. 5.498.278 de Edlund, la patente de Estados Unidos No. 5.693.230 de Asher, la patente de Estados Unidos No. 6.210.652 B1 de Bou y otros, la patente japonesa No. 08266847 de Suzuki y otros, y la patente japonesa No. 57/132531 de Imamura y otros)

35 La patente de Estados Unidos No. 6.406.523 B1 de Connar y otros, las patentes de Estados Unidos Nos. 6.176.897 B1 5.256.172, 5.096.469; 5.082.473, 4.968.329, 4.801.308, 4.702.903 de Keefer; y las patentes de Estados Unidos

Nos. 6.056.804 y 6.051.050 de Keefer y otros, y la publicación estadounidense No. 2001/0023640 A1 de Keefer y otros describen dispositivos de adsorción rápida por oscilación de presión para separación de gas que están constituidos por un material adsorbente con un material de refuerzo y que tienen separadores entre láminas adsorbentes para establecer canales de flujo en una dirección de flujo tangencial a las láminas y entre pares de láminas adyacentes.

La patente de Estados Unidos No. 5.338.450 de Maurer describe el aparato utilizado en un sistema de adsorción por oscilación térmica (TSA) para purificación de gas. El aparato está constituido por un cilindro que contiene un lecho adsorbente enrollado en espiral. Las corrientes de fluido a tratar y recuperar después del tratamiento en el lecho circulan radialmente a través de las capas adsorbentes. Las capas adsorbentes comprenden partículas adsorbentes separadas por cribas de entrada y de salida. Una pared impermeable se enrolla entre las cribas de entrada y de salida definiendo un canal de entrada y uno de salida entre la pared y, respectivamente, la criba de entrada y la de salida para, respectivamente, distribuir y recoger las corrientes de fluido. La patente enseña que, dado que el gas se hace circular radialmente a través del grosor de las capas adsorbentes, son necesarias cribas para retener y formar las capas, y se requiere una pared impermeable para crear el canal para la circulación de fluido.

La patente de Estados Unidos No. US 6.152.991 de Ackley, la patente de Estados Unidos No. 6.027.548 de Ackley y otros, la patente de Estados Unidos No. 5.810.909 de Notaro y otros, la patente de Estados Unidos No. 5.769.928 de Leavitt, la patente de Estados Unidos No. 6.165.252 de Kendall, la patente de Estados Unidos No. 5.674.311 de Notaro y otros y la patente japonesa No. 04110011 de Shusaku y otros describen sistemas de separación de gas por adsorción donde un adsorbedor se secciona en múltiples zonas y cada zona contiene un único adsorbente. Por consiguiente, en un momento dado en el proceso, las moléculas de gas en una sección dada del adsorbedor pueden estar en contacto con un tipo de adsorbente solamente.

Una serie de patentes se refieren la utilización de un sistema adsorbente multiestratificado para aplicaciones que difieren de la adsorción por oscilación de presión y requieren la utilización de filtros o sistemas de membrana. (Véase la patente de Estados Unidos No. 5.120.331 de Landy, la patente de Estados Unidos No. 5.964.221 de McKenna y la patente de Estados Unidos No. 6.126.723 de Drost).

La patente de Estados Unidos No. 4.234.326 de Bailey y otros da a conocer la utilización de una tela de carbón activado en filtros adsortivos para purificación de aire. Bailey y otros describen un filtro que comprende capas de tejido de carbón vegetal dispuestas de diversas maneras para acomodar diferentes configuraciones de flujo, pero preferentemente situadas paralelas a la dirección del flujo de gas. Capas permeables al aire hechas de fibra de vidrio, fibra de lana o espuma de celda abierta con un grosor entre 0,1 y 1 mm separan las capas de tejido adsorbente. Sin embargo, esta patente no da a conocer la utilización de una capa adsorbente que tiene mayor densidad que la tela. Además, la patente no aborda la utilización de dicha tela adsorbente en un proceso adsortivo cíclico y no enseña los beneficios de transferencia rápida de masa en un proceso de adsorción de ciclo rápido. De hecho, el filtro adsortivo no se regenera, sino que se desecha una vez que se ha gastado.

Las patentes anteriores describen procesos de ciclo de adsorción por oscilación de presión convencionales para separación de gas donde el tiempo del ciclo es del orden de minutos. (Véase la patente de Estados Unidos No. 3.430.418 de Wagner, la patente de Estados Unidos No. 3.564.816 de Batta, y la Patente de Estados Unidos 5.250.088 de Yamaguchi y otros).

Las patentes más recientes relacionadas con la adsorción rápida por oscilación de presión describen tiempos de ciclo mucho más cortos, del orden de segundos o incluso fracciones de un segundo. (Véase la patente de Estados Unidos No. 6.231.644 B1 de Jain y otros, la patente de Estados Unidos No. 6.176.897 B1 de Keefer, y la patente de Estados Unidos No. 6.056.804 de Keefer y otros).

El documento US-A 4.964.888 da a conocer un proceso de adsorción para separar un primer componente de una mezcla haciendo pasar a la mezcla en fase de vapor a través de una primera zona de adsorción que comprende material adsorbente particulado que tiene un tamaño de partícula promedio que supera un tamaño de partícula promedio mínimo y posteriormente a través de una segunda zona de adsorción que comprende material adsorbente particulado que tiene un tamaño de partícula promedio que no supera un tamaño de partícula máximo, en el que el tamaño de partícula promedio máximo no supera el tamaño de partícula promedio mínimo, en condiciones eficaces para causar la adsorción, como mínimo, de una fracción de la mezcla en la primera zona de adsorción y, como mínimo, una fracción del primer componente en la segunda zona de adsorción y retirar un producto empobrecido en el primer componente desde un punto aguas abajo de la segunda zona de adsorción.

Por consiguiente, se desea dar a conocer un sistema mejorado para PSA rápida. Se desea, además, dar a conocer dichos sistemas que comprenden la utilización de adsorbentes mejorados.

CARACTERÍSTICAS DE LA INVENCION

Por consiguiente, la presente invención da a conocer un compuesto de adsorción de gas, en el que todas las capas adsorbentes son capas adsorbentes activas que comprenden un adsorbente de alta densidad que comprende una

capa adsorbente de alta densidad que tiene una primera densidad, como mínimo, de 0,4 g/cc y un primer coeficiente de transferencia de masa, como mínimo, de $0,5 \text{ s}^{-1}$; y un adsorbente de baja densidad que comprende una capa adsorbente de baja densidad que tiene una segunda densidad de menos de 0,4 g/cc y un segundo coeficiente de transferencia de masa, como mínimo, de $0,5 \text{ s}^{-1}$; teniendo el compuesto de adsorción de gas un coeficiente de transferencia de masa del compuesto, como mínimo, de $0,5 \text{ s}^{-1}$, en el que el adsorbente de alta densidad está en un contacto sustancialmente contiguo con el adsorbente de baja densidad y cada uno del adsorbente de alta densidad y el adsorbente de baja densidad tiene un área de superficie adsorbente, como mínimo, de $500 \text{ m}^2/\text{g}$; y la capa adsorbente de baja densidad es una tela que tiene un diámetro de poro promedio de más de 5 \AA y la capa adsorbente de alta densidad es una lámina fabricada enredando particulados adsorbentes finos con partículas más grandes de carbón activado y un polímero fibrilado, estando dicha tela compactada junto con dicha lámina.

Además, se da a conocer un proceso de adsorción por oscilación de presión para recuperar un producto gaseoso a partir de un gas de alimentación, comprendiendo dicho proceso: suministrar un aparato de adsorción por oscilación de presión que comprende un compuesto de adsorción de gas según la reivindicación 1; alimentar un gas de alimentación en dicho aparato de adsorción por oscilación de presión durante un periodo de alimentación que no supera los 100 segundos; y recuperar dicho producto gaseoso a partir de dicho aparato de adsorción por oscilación de presión.

DESCRIPCIÓN BREVE DE VARIAS VISTAS DE LOS DIBUJOS

La presente invención se describirá junto con los siguientes dibujos, en los que números de referencia similares designan elementos similares y en los que:

La figura 1 es un gráfico que muestra perfiles de saturación para CO_2 al 1% en helio a 50 psig (0,34 MPa) en tres sistemas adsorbentes que incluyen una tela, un compuesto de lámina + tela de la presente invención y gránulos de 1 mm;

La figura 2 es un gráfico que muestra un aumento de la recuperación de H_2 en función del tiempo en la alimentación y un factor de dimensionamiento del lecho para tres sistemas adsorbentes que incluyen una tela, un compuesto de lámina + tela de la presente invención y gránulos de 1 mm;

La figura 3 es un gráfico que muestra un aumento de la recuperación de H_2 en función del tiempo en la alimentación y un factor de dimensionamiento del lecho para dos compuestos de lámina + tela de la presente invención (lámina + tela A y lámina + tela B) que tienen diferentes grosores de las capas de baja densidad;

La figura 4 es un gráfico que muestra un aumento de la recuperación de H_2 en función del tiempo en la alimentación y un factor de dimensionamiento del lecho para compuestos de lámina + tela de la presente invención con una relación variable de un grosor de la capa de alta densidad con un grosor de la capa de baja densidad;

La figura 5 es un gráfico que muestra un aumento de la recuperación de H_2 en función del tiempo en la alimentación y un factor de dimensionamiento del lecho para tres sistemas adsorbentes que incluyen una tela, un compuesto de lámina + tela de la presente invención y gránulos de 1 mm.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

La separación de gas convencional mediante PSA se realiza habitualmente utilizando lechos compactados con perlas o gránulos adsorbentes. Para reducir el tamaño de los sistemas de PSA existentes y seguir manteniendo el mismo rendimiento de producto, es necesario que el tiempo de ciclo del producto se reduzca y, por consiguiente, es necesario aumentar el caudal de corriente del proceso. Mantener una baja caída de la presión y conseguir una rápida velocidad de transferencia de las moléculas de sorbato desde el gas a la fase adsorbida se vuelve crucial en una configuración de PSA rápida cuando el tiempo de residencia de las moléculas en el adsorbedor se acorta.

Las características de transferencia de masa/caída de presión de lechos compactos convencionales no permiten realizar el proceso en ciclos rápidos (más de unos pocos ciclos por minuto). Nuevas configuraciones de adsorbente que presentan una pluralidad de canales con menos resistencia al flujo de gas y, por lo tanto, menos caída de presión se seleccionaron como buenos candidatos para sistemas de PSA rápida. Dichos materiales también requieren transferencia de masa rápida y deben mostrar grandes coeficientes de transferencia de masa de película y sólida, que se traducen en canales muy pequeños, así como paredes adsorbentes muy finas. Simultáneamente, la capacidad de trabajo de los materiales debe ser lo suficientemente alta y el volumen muerto lo suficientemente pequeño para minimizar el tamaño del adsorbedor y operar a una buena recuperación del producto.

Diversas configuraciones del material cumplen la mayoría de los requisitos enumerados anteriormente, pero rara vez ofrecen todas esas ventajas simultáneamente. Por ejemplo, perlas adsorbentes utilizadas en un lecho compacto tradicional mostrarán elevada caída de presión a caudales grandes. Se requeriría que los monolitos adsorbentes tuvieran una densidad de celdas muy alta (de varios cientos a más de mil celdas por pulgada cuadrada o aproximadamente $1/6$ de esas celdas por centímetro cuadrado) para tener una cinética de adsorción rápida, así

como densidad aparente razonable. La fabricación de dichos monolitos es compleja, y los monolitos a dicha alta densidad de celdas con un inventario suficientemente grande de adsorbente activo aún no están disponibles. En el caso de estructuras laminadas, para cumplir los requisitos anteriores, es necesario que el grosor de las láminas adsorbentes y el tamaño del espacio entre láminas consecutivas sean ambos muy pequeños y requieren soporte externo, matriz de refuerzo y sistemas de separación. Los métodos de creación de dichos sistemas de separación implican crear relieves o crestas en los laminados, corrugar los laminados y alternar capas corrugadas y no corrugadas, y utilizar un dispositivo de separación externo entre las capas adyacentes. Estos sistemas de separación deben seleccionarse para minimizar la caída de presión a través del adsorbedor y no deben obstruir la trayectoria de flujo entre capas adyacentes. Los tejidos adsorbentes pueden mostrar los beneficios combinados de perlas convencionales, así como adsorbentes estructurados para aplicaciones de PSA rápida (RPSA). La cinética rápida, baja caída de presión y ningún requisito de soporte externo o separadores caracterizan estos materiales y hacen de ellos excelentes candidatos para procesos de RPSA.

Es un objetivo de la presente invención describir la utilización de un compuesto de adsorción de gas que comprende adsorbentes con diferente densidad y permeabilidad, en el que cada adsorbente tiene un área de superficie adsorbente, como mínimo, de $500 \text{ m}^2/\text{g}$. Otro objetivo de la presente invención es describir la utilización de dicho compuesto de adsorción de gas en un proceso de PSA. Además, otro objetivo de la presente invención es describir la utilización de dicho compuesto de adsorción de gas en un proceso de PSA rápida.

Tal como se utiliza en el presente documento, el término "PSA" abarca no solamente los procesos de PSA en términos estrictos, sino también procesos similares tales como VSA (adsorción por oscilación de vacío) y MPSA (adsorción por oscilación de presión mixta).

La presente invención surge del descubrimiento de los presentes inventores de que la utilización de todas las capas adsorbentes activas en una composición en la que las capas difieren en su densidad y permeabilidad en lugar de una combinación de una capa adsorción activa y una inactiva permite reducir significativamente el tamaño de un recipiente adsorbente necesario para procesar la misma cantidad de gas de alimentación.

Un compuesto de adsorción de gas de la presente invención incluye un adsorbente de alta densidad que comprende una capa adsorbente de alta densidad que tiene una primera densidad, como mínimo, de $0,4 \text{ g/cc}$ y un adsorbente de baja densidad que comprende una capa adsorbente de baja densidad que tiene una segunda densidad de menos de $0,4 \text{ g/cc}$, preferentemente menos de $0,3 \text{ g/cc}$, en el que el adsorbente de alta densidad está en contacto sustancialmente contiguo con el adsorbente de baja densidad. Cada uno del adsorbente de alta densidad y el adsorbente de baja densidad tiene un área de superficie adsorbente, como mínimo, de $500 \text{ m}^2/\text{g}$ y preferentemente, como mínimo, $1000 \text{ m}^2/\text{g}$.

Las expresiones "adsorbente de baja densidad" y "adsorbente de alta permeabilidad" se utilizan de forma intercambiable en el presente documento. Además, las expresiones "adsorbente de alta densidad" y "adsorbente de baja permeabilidad" se utilizan de forma intercambiable en el presente documento. De hecho, la permeabilidad a los gases de los adsorbentes generalmente disminuye al aumentar la densidad del adsorbente. Por consiguiente, una comparación relativa entre los dos tipos de capas adsorbentes, que deben utilizarse simultáneamente en la presente invención, puede deducirse en base a la permeabilidad a los gases o la densidad.

En algunas realizaciones, la capa de alta densidad del compuesto de adsorción de gas de la presente invención tiene una primera permeabilidad al aire mayor de 0 y hasta 0,5 Darcy ($0,494 \times 10^{-12} \text{ m}^2$), y el adsorbente de baja densidad tiene una segunda permeabilidad al aire, como mínimo, de 15 Darcy ($14,805 \times 10^{-12} \text{ m}^2$), en el que la primera permeabilidad y la segunda permeabilidad se miden mediante aire que fluye a presión atmosférica y temperatura ambiente en una dirección perpendicular al plano de cada capa adsorbente de un grosor conocido y midiendo la caída de presión a través de la capa a una velocidad de flujo de gas dada en las condiciones anteriores.

Preferentemente, como mínimo una de la capa adsorbente de alta densidad y la capa adsorbente de baja densidad comprende, como mínimo, un miembro seleccionado entre el grupo que comprende carbón activado, zeolitas, alúmina y gel de sílice. En algunas realizaciones, como mínimo una de la capa adsorbente de alta densidad y la capa adsorbente de baja densidad está impregnada con sales metálicas, y/o modificada mediante oxidación, reducción y/o intercambio iónico. El adsorbente de alta densidad y el adsorbente de baja densidad pueden estar hechos del mismo material adsorbtivo y tener afinidades similares por los componentes en el gas de alimentación o pueden estar hechos de diferentes adsorbentes con diferentes afinidades de adsorción por diferentes componentes en el gas de alimentación. Por ejemplo, la capa adsorbente de alta densidad puede estar hecha de un adsorbente, que tiene fuerte afinidad por el componente "a" mientras que la capa adsorbente de alta permeabilidad tendría alta afinidad por el componente "b" en el gas de alimentación.

La capa adsorbente de baja densidad de la presente invención es una tela o un tejido. Los términos "tela" y "tejido" se utilizan de forma intercambiable en el presente documento y pueden ser un material tejido o no tejido. La tela de la presente invención contiene preferentemente poros que tienen un diámetro promedio que supera el necesario para separar oxígeno de nitrógeno en el aire. Más particularmente, las telas adsorbentes de la presente invención tienen diámetros de poro promedio mayores de 5 \AA , y preferentemente de aproximadamente 12 \AA a

aproximadamente 15 Å. Preferentemente, la tela adsorbente de la presente invención se selecciona entre un grupo de materiales selectivos en equilibrio con un coeficiente de transferencia de masa de dióxido de carbono preferente, como mínimo, de 0,5 segundos⁻¹, más preferentemente, como mínimo, 1,0 segundos⁻¹. El grosor de la tela es, preferentemente, de 0,5 mm o más pequeño.

5 La capa adsorbente de alta densidad de la presente invención es una lámina o una capa fabricada enredando particulados adsorbentes finos, preferentemente nanopartículas de carbón activado, con partículas más grandes de carbón activado y un polímero fibrilado. El material se procesa en forma de lámina y se caracteriza por una gran área de superficie de la lámina y un gran volumen de microporos de la lámina para una relación de volumen total de la lámina.

10 En algunas realizaciones, el adsorbente de alta densidad comprende una pluralidad de capas adsorbentes de alta densidad que tienen una primera densidad promedio, como mínimo, de 0,4 g/cc y/o el adsorbente de baja densidad comprende una pluralidad de capas adsorbentes de baja densidad que tienen una segunda densidad promedio de menos de 0,4 g/cc.

15 Los adsorbentes del compuesto de adsorción de gas de la presente invención están dispuestos, preferentemente, para alternarse. El término "alternativo/a" pretende abarcar una realización que comprende solamente dos capas, una de cada clase.

20 En algunas realizaciones de la presente invención, el sistema adsorbente, puede estar formado por (1), como mínimo, una capa fina de una lámina adsorbente con baja permeabilidad a los gases, alta densidad aparente y (2), como mínimo, una capa de un adsorbente fibroso tejido o no tejido, por ejemplo una tela con alta permeabilidad a los gases y baja densidad aparente, en el que la permeabilidad de cada capa se mide en la dirección axial y transversal.

25 En algunas realizaciones de la presente invención, capas adsorbentes alternas forman una estructura enrollada en espiral tal como es conocida en la técnica. Dos capas adsorbentes de diferente densidad se enrollan juntas alrededor de una estructura portante en una configuración enrollada en espiral, y el gas de proceso es alimentado en una dirección tangencial a las capas.

30 Preferentemente, el enrollamiento o la envoltura de las capas se realizan de manera cuidadosa para proporcionar una compactación simétrica y homogénea en la que las capas son sustancialmente paralelas entre sí.

35 La configuración enrollada en espiral puede comprender una pluralidad de capas de alta densidad (HDL) que alternan con una pluralidad de capas de baja densidad (LDL) preferentemente dispuestas en una relación HDL/LDL de aproximadamente 0,25 a aproximadamente 4,0. Las composiciones con una relación HDL/LDL de 1, 0,5 y 2,0 también son adecuadas para poner en práctica la presente invención en las que el orden de la capa o capas de alta densidad y la capa o capas de baja densidad puede cambiar según los requisitos del proceso.

40 En algunas realizaciones de la presente invención, capas adsorbentes alternas forman una configuración apilada tal como es conocida en la técnica. El gas del proceso es alimentado entonces radialmente entre las capas adsorbentes.

45 Además, las capas adsorbentes de la presente invención pueden tener diversos grosores; preferentemente la capa de baja densidad es de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 2 veces más gruesa que la capa de alta densidad.

50 El compuesto de adsorción de gas de la presente invención incluye una capa adsorbente de alta densidad con un primer coeficiente de transferencia de masa, como mínimo, de 0,5 segundos⁻¹ y una capa adsorbente de baja densidad con un segundo coeficiente de transferencia de masa, como mínimo, de 0,5 segundos⁻¹ y tiene un coeficiente de transferencia de masa del compuesto, como mínimo, de 0,5 segundos⁻¹. Preferentemente, el compuesto de adsorción de gas está adaptado para su utilización en un proceso adsorptivo/regenerativo cíclico.

55 La presente invención también da a conocer un proceso de adsorción por oscilación de presión para recuperar un producto gaseoso a partir de un gas de alimentación, comprendiendo dicho proceso suministrar un aparato de adsorción por oscilación de presión que comprende un compuesto de adsorción de gas según la reivindicación 1. Cada uno del adsorbente de alta densidad y el adsorbente de baja densidad tiene un área de superficie adsorbente, como mínimo, de 500 m²/g y preferentemente, como mínimo, 1000 m²/g. El proceso de adsorción por oscilación de presión de la presente invención incluye además alimentar un gas de alimentación a dicho aparato de adsorción por oscilación de presión durante un periodo de alimentación que no supera los 100 segundos y recuperar dicho producto gaseoso de dicho aparato de adsorción por oscilación de presión.

60 La capa adsorbente de alta densidad utilizada en el proceso de la presente invención tiene un primer coeficiente de transferencia, como mínimo, de 0,5 segundos⁻¹, la capa adsorbente de baja densidad tiene un segundo coeficiente de transferencia de masa, como mínimo, de 0,5 segundos⁻¹ y el compuesto tiene un coeficiente de transferencia de masa del compuesto, como mínimo, de 0,5 segundos⁻¹.

65

En algunas realizaciones de la presente invención, el periodo de alimentación es de hasta 40 segundos, preferentemente, hasta 15 segundos y, más preferentemente, hasta 3 segundos.

El proceso de la presente invención se realiza, preferentemente, en las siguientes condiciones no limitantes:

- (a) el gas de alimentación se suministra a una temperatura de 0 a 100°C, preferentemente 0 a 50°C, y es alimentado al aparato a una presión de alimentación de 1,5 atmósfera absoluta a 40 atmósferas absolutas;
- (b) el flujo de gas es preferentemente paralelo a las capas adsorbentes que forman la estructura adsorbente. Preferentemente, el gas de alimentación fluye axialmente entre las capas. El gas de alimentación fluye en la dirección Y desde un extremo del cartucho adsorbente al otro extremo donde la corriente de producto es recuperada; y
- (c) al gas del proceso a separar en el proceso de la presente invención incluye H₂, aire, CO, hidrocarburo, y similares.

El producto de la presente invención es, preferentemente, hidrógeno gaseoso de alta pureza. Por lo tanto, la presente invención es capaz de proporcionar un producto gaseoso que contiene, como mínimo, el 99,9% de hidrógeno, preferentemente, como mínimo, el 99,99% de hidrógeno.

La presente invención se ilustrará con más detalle en referencia a los siguientes ejemplos, pero debe entenderse que la presente invención no se considera limitada a ellos.

EJEMPLOS

Ejemplo 1

La tabla 1 muestra la cinética de la capa adsorbente de alta permeabilidad (tela) y de la capa adsorbente de alta densidad (lámina). Las captaciones de CO₂ se midieron en un aparato de adsorción volumétrica estándar midiendo el declive de presión en función del tiempo. La derivación del coeficiente de transferencia de masa de fuerza motriz lineal se describe en el documento "Principles of Adsorption and Adsorption Processes" [Principios de la adsorción y procesos de adsorción] de D. Ruthven, John Wiley and Sons (1984).

Tabla 1 Comparación entre las constantes de difusión de la tela de carbón activado, los gránulos y el monolito de CO₂ usando un modelo de fuerza motriz lineal

Adsorbente	Capa de alta permeabilidad (tela)	Capa de alta densidad (lámina)	Gránulos (2 mm)
k (segundos ⁻¹)	1,5	1,0	0,1

Los parámetros de transferencia de masa se midieron de forma experimental. Estos representan la elevada velocidad de transferencia de masa necesaria para conseguir una separación eficaz en condiciones de PSA de ciclo rápido. La rápida velocidad de transferencia de masa se traduce en una corta zona de transferencia de masa, una utilización eficiente del adsorbente y, por consiguiente, en una posible reducción de la longitud del lecho adsorbente.

Ejemplo 2

Se da a conocer información técnica sobre la capacidad de trabajo en equilibrio por unidad de volumen y unidad de peso de adsorbente para la adsorción de CO₂ en adsorbentes de carbón activado con las siguientes configuraciones: un adsorbente de baja densidad enrollado en espiral (una tela), gránulos de 1 mm, un adsorbente de alta densidad (una lámina) y una composición adsorbente multiestratificada enrollada en espiral que comprende una capa de adsorbente de alta densidad y una capa de adsorbente de baja densidad (lámina + tela).

Se realizaron simulaciones del ciclo del proceso para adsorbentes descritos en las tablas 2-3 y la figura 1 y en las siguientes condiciones:

Dimensiones	Columna de 5 pies (1,74 m) de largo, 1 pie (0,305 m) de diámetro interno;
Temperatura	70°F (21,1°C);
Gas del proceso	CO ₂ al 20% en hidrógeno;
Presión	120 psig (0,83 MPa);
Pureza del producto	1.000 ppm de CO ₂ en el producto;
Sistema	Sistema de PSA de H ₂ de 4 lechos con una compensación de presión (Véase la patente de Estados Unidos No. 3.430.418 de Wagner);

Tiempo en alimentación el tiempo en alimentación variaba entre 15 y 1 segundo (15, 12, 9, 6, 4,5, 3, 2 y 1 segundo).

Tabla 2 Comparación de las capacidades de trabajo de CO₂ a 30°C de gránulos de carbón activado, una capa de carbón de alta densidad (lámina) y una capa de carbón de baja densidad (tela A).

Adsorbente	Capa de baja densidad (tela A)	Capa de alta densidad (lámina)	Gránulos de 1 mm
Capacidad de trabajo, 0,5 y 5 atm (mmol/g)	3,7	5,8	4,1
Capacidad de trabajo, 0,5 y 5 atm (mmol/cc)	0,95	2,90	2,10
Densidad (g/cc)	0,26	0,50	0,51
Permeabilidad al aire a presión atmosférica (Darcy)	56	0,00195	N/A
Área de superficie (m ² /g)	1500	1200	1200

5 La tabla 2 muestra que, debido a su baja densidad aparente, la capa de baja densidad (tela A) sola muestra la capacidad en equilibrio de CO₂ volumétrico más baja que la de la capa de alta densidad (lámina) o el adsorbente granular de 1 mm.

Ejemplo 3

10 La figura 1 muestra perfiles de saturación recogidos para el adsorbente de baja densidad enrollado en espiral (una tela), gránulos de 1 mm y la composición adsorbente multiestratificada enrollada en espiral (lámina + tela). Los perfiles de saturación se generaron a temperatura ambiente, 50 psig (0,34 MPa), CO₂ al 1% en helio y a la misma velocidad superficial del gas de 2,5 lbmol/pie²/h (0,082 m/segundo a una atmósfera y 20°C).

15 El gas de alimentación fluye en la dirección Y. También se utiliza helio puro a presión atmosférica en la misma configuración de flujo para medir la caída de presión a través del cartucho adsorbente a una velocidad del flujo de gas dada, lo que permite calcular la permeabilidad al helio para cada cartucho adsorbente. Se obtuvo un factor geo ajustando los perfiles de saturación con una herramienta de simulación utilizando un Modelo de Gas Polvoriento como modelo de transferencia de masa. El Modelo de Gas Polvoriento se aplica a separaciones de trazas y en volumen y captura el flujo de componentes dentro del adsorbente mediante flujo viscoso, difusión en volumen y difusión Knudsen. El Modelo de Gas Polvoriento utiliza solamente dos parámetros fundamentales tales como el diámetro promedio de macroporos (dm) y el factor geométrico b, denominado en el presente documento como "el factor geo". Estos parámetros pueden calcularse utilizando datos de caracterización del adsorbente y/o ajustando perfiles de saturación medidos a dos presiones diferentes. Estos dos parámetros son independientes de la composición, la presión y la temperatura. A la inversa, los mismos parámetros se aplican a todos los gases y todas las condiciones de funcionamiento típicas para un adsorbente dado.

20 El factor geo b también puede estimarse a partir de la siguiente ecuación:

$$b=60(1-e)E/(td^2)$$

25 en la que e es el volumen entre gránulos, E es el volumen de macroporos, t es la tortuosidad de macroporos y d es el diámetro de gránulo efectivo.

30 Dado que el simulador está diseñado para forma de adsorbente granular, cuando se evalúa el rendimiento de formas de adsorbente estructuradas con Simpac, el vacío intersticial y el diámetro de partícula de las perlas adsorbentes se seleccionan para igualar la caída de presión de adsorbente estructurado en el intervalo de caudal de purga.

35 El factor geo más grande es representativo de cinética más rápida. Tanto la figura 1 como la tabla 3 muestran la ventaja del compuesto adsorbente de lámina + tela multiestratificado en comparación con la tela sola o un adsorbente granular de 1 mm clásico.

40 En base a resultados experimentales, el compuesto adsorbente de lámina + tela multiestratificado es claramente un buen compromiso entre un adsorbente con cinética rápida pero baja capacidad volumétrica (como la tela sola) y un adsorbente con alta capacidad volumétrica pero con cinética lenta y problemas de fluidización en condiciones de ciclo rápido (como el adsorbente granular de 1 mm).

Tabla 3 Factor geo, densidad del lecho, y permeabilidad para compuesto de lámina + tela de carbón activado, tela sola y gránulos de 1 mm

Adsorbente	Lámina + tela A	Tela A	Gránulos de 1 mm
Factor geo, cm^{-2}	900	500	500
Densidad del lecho, lb/pie^3 , (g/cm^3)	19,9 (0,32)	11,9 (0,19)	32,2 (0,52)
Permeabilidad al helio a presión atmosférica, Darcy (m^2)	1,63 ($1,609 \times 10^{-12}$)	4,07 ($4,067 \times 10^{-12}$)	4,07 ($4,067 \times 10^{-12}$)

5 La figura 2 compara los resultados globales de rendimiento del ciclo del proceso obtenidos para los tres sistemas adsorbentes estudiados, en términos de factor de dimensionamiento del lecho (BSF) y recuperación de H_2 . Son preferentes procesos con recuperación de H_2 mejorada. BSF más bajos son deseables, dado que corresponden a un menor volumen del lecho requerido para producir una cantidad dada de H_2 . Está claro que a un tiempo de ciclo por debajo de 7 segundos en alimentación para una recuperación de H_2 dada, pueden utilizarse perlas más pequeñas (BSF inferior) con el compuesto de lámina + tela de la presente invención. Por encima de 4 segundos en alimentación, un factor de dimensionamiento del lecho y un rendimiento de recuperación de H_2 del compuesto de lámina + tela son comparables a los del adsorbente granular de 1 mm. Sin embargo, entre 7 y 15 segundos de alimentación, el factor de dimensionamiento del lecho y el rendimiento de recuperación de H_2 del compuesto de lámina + tela son significativamente mejores que los del adsorbente granular de 1 mm, dado que los gránulos de 1 mm se fluidizan a tiempos de alimentación menores de 15 segundos. Se ha demostrado que, a un tiempo de ciclo muy corto, por ejemplo, por debajo de 3 segundos en alimentación, el perfil del compuesto de lámina + tela difiere fuertemente de los perfiles de los gránulos de 1 mm o la tela. En esas condiciones de ciclo rápido, el compuesto de lámina + tela ofrece una ventaja aún más fuerte cuando hay que reducir aún más el tamaño del adsorbedor.

20 Además, la utilización de la tela sola adolece de la dificultad planteada cuando se intenta compactar de forma homogénea el adsorbente. Las imperfecciones en la compactación causan una mayor dispersión, que afecta a la zona de transferencia de masa. La zona de transferencia de masa se estira y se hace más grande de lo que habría sido en condiciones de compactación perfecta. Por consiguiente, la cinética de adsorción intrínseca de la tela puede, en esas condiciones de compactación imperfectas, interpretarse de forma errónea y subestimarse. Si, sin embargo, la tela se compacta junto con otro material estratificado que proporciona soporte extra, por ejemplo, una capa adsorbente de alta densidad, la compactación puede mejorar considerablemente, y la cinética de adsorción ya no resultaría alterada por la dispersión.

30 El gradiente de presión parcial en un lecho compactado con tela se modifica también cuando se introducen capas de lámina entre las capas de tela dando como resultado una diferencia entre las propiedades de cinética de adsorción de la tela sola y el compuesto de lámina + tela. Estos dos efectos combinados explican la diferencia en las propiedades de cinética y los factores geo correspondientes de ambos sistemas adsorbentes. Esto se ilustra mediante los datos presentados en la tabla 3 anterior que se basan en mediciones de saturación experimentales. Tal como se muestra en la tabla 3, el factor geo de la tela A de 500 es significativamente menor que el factor geo del compuesto de lámina + tela A de 900.

Ejemplo 4

40 Existe una compensación entre la caída de presión y la densidad aparente con un efecto muy fuerte de la relación de grosor de la capa de alta densidad de la presente invención con respecto a la capa de baja densidad. Por un lado, cuando la aportación de las capas adsorbentes de alta densidad a la masa adsorbente total aumenta, la caída de presión y la densidad aparente del lecho aumentan, y la fracción de vacío total disminuye. Por otro lado, cuando la aportación de las capas adsorbentes de baja densidad a la masa adsorbente total aumenta, la caída de presión y la densidad aparente disminuyen y la fracción de vacío total aumenta. Por lo tanto, el diseño global del adsorbedor puede ajustarse a medida al nivel aceptable de caída de presión, fracción de vacío y capacidad volumétrica modificando el grosor relativo de las capas adsorbentes de baja densidad y de alta densidad. Además, la modificación de la geometría del adsorbedor puede contribuir a la optimización de la separación. A un caudal de alimentación dado, reducir la longitud del adsorbedor y aumentar su diámetro mientras se conserva la zona de transferencia de masa puede reducir la velocidad lineal del gas, la caída de presión y, por consiguiente, mejorar la recuperación del producto.

55 Esto se ilustra adicionalmente en la tabla 4 y la figura 3. El compuesto de lámina + tela A, descrito anteriormente, se compara con el compuesto de lámina + tela B. El compuesto adsorbente de lámina + tela B tiene la lámina adsorbente de alta densidad del mismo grosor que el compuesto adsorbente de lámina + tela A pero la capa adsorbente de baja densidad es dos veces más fina que la de la tela A. La utilización de la capa adsorbente de baja densidad más fina da como resultado una permeabilidad y vacío total más bajos así como mayor densidad del compuesto de lámina + tela B. El efecto muy fuerte de la permeabilidad y la caída de presión sobre el rendimiento global del ciclo del proceso se ilustra en la figura 4. A una pequeña disminución de la densidad del lecho y fracción

de vacío total, un aumento de la permeabilidad da como resultado una disminución del 35% del factor de dimensionamiento del lecho al 75% de recuperación de H₂.

Tabla 4 Factor geo, densidad del lecho, fracción de vacío y permeabilidad para compuestos de lámina + tela de carbón activado

Adsorbente	Lámina + tela A	Lámina + tela B
Factor geo (cm ⁻²)	900	900
Densidad del lecho (lb/pie ³)	19,9	22,1
Permeabilidad (Darcy)	1,63	0,78

Dado que un adsorbente de alta permeabilidad por naturaleza también muestra baja densidad y viceversa, debe observarse un grado óptimo del rendimiento de un sistema adsorbente multiestratificado en función de la relación de grosor entre los grosores de capas adsorbentes de baja densidad y de alta densidad. Si la relación de grosor del adsorbente de alta densidad con respecto al adsorbente de baja densidad:

(a) disminuye adicionalmente para aproximarse de forma asintomática a la situación en la que solamente se utiliza el adsorbente de baja densidad, la pérdida de densidad del lecho y el aumento de la fracción de vacío total superarán finalmente la ventaja asociada con su alta permeabilidad. Las ventajas de baja caída de la presión estarían dificultadas por una pérdida significativa de capacidad volumétrica y el aumento resultante del tamaño del lecho;

(b) aumenta adicionalmente para aproximarse de forma asintomática a la situación en la que solamente se utiliza el adsorbente de alta densidad, la pérdida de permeabilidad superará finalmente la ventaja asociada con alta densidad y baja fracción de vacío. La baja fracción de vacío y alta capacidad volumétrica estarían dificultadas por la muy alta caída de presión y la pérdida de recuperación resultante.

Esta relación se ilustra adicionalmente en el Ejemplo 5 que se presenta a continuación.

Ejemplo 5

El sistema adsorbente de tela y el sistema adsorbente de lámina se compararon con el sistema adsorbente de lámina + tela a diversas relaciones de grosor de una lámina con respecto al grosor de una tela. Tanto el sistema adsorbente de tela como el sistema adsorbente de lámina se consideraron dos casos particulares del sistema de lámina + tela donde el grosor de la lámina es, respectivamente, cero e infinito. En ambos casos, se supuso que la densidad de compactación era igual a la densidad de la capa adsorbente. La permeabilidad del sistema de tela sola se midió de forma experimental. La permeabilidad del sistema adsorbente de lámina se estimó, dado que compactar de forma homogénea el sistema adsorbente de lámina es muy difícil debido a la canalización que se produce cuando el sistema adsorbente muestra una caída de presión muy alta. La permeabilidad al helio de 0,13 Darcy (0,132 x10⁻¹² m²) a presión atmosférica se seleccionó como una estimación conservadora de lo que sería la permeabilidad de un sistema adsorbente de lámina perfectamente compactado. En realidad, los presentes inventores prevén que una permeabilidad al helio de dicho sistema será menor de 0,13 Darcy (0,132 x10⁻¹² m²) a presión atmosférica y, por lo tanto, proporcionará resultados menos favorables que los obtenidos en el ejemplo para una relación de grosor de la lámina con respecto a la tela infinita.

La tabla 5 resume los parámetros de entrada utilizados en un paquete de simulación de la adsorción para simular los rendimientos de PSA de 4 lechos. La figura 4 y las tablas 6-7 resumen los resultados de rendimiento para tiempos de alimentación entre 1 y 15 segundos. Mientras que la figura 4 muestra los rendimientos a 15, 12, 9, 6, 4,5, 3, 2 y 1 segundos en alimentación, las tablas 6-7 muestran solamente los datos representados gráficamente en la figura 4 a tiempos de alimentación de 15, 6 y 2 segundos.

Tabla 5 Factor geo, densidad del lecho, fracción de vacío, y permeabilidad para un adsorbedor que contiene compuestos de de lámina + tela de carbón activado.

Adsorbente	Tela	Lámina+tela	Lámina+tela	Lámina+tela	Lámina
Grosor de la Lámina (mm)	0,0	0,20	0,20	0,20	0,20
Grosor de la Tela (mm)	0,42	0,84	0,42	0,21	0,0
Relación de grosor de la lámina con respecto a la tela	0,0	0,24	0,48	0,96	Infinita
Factor Geo (cm ⁻²)	500	900	900	900	900
Densidad del lecho (lb/pie ³)	11,9	18,5	19,9	22,1	30,6
Permeabilidad al helio a presión atmosférica (Darcy)	4,07	3,26	1,63	0,78	0,13

Tabla 6 Recuperación de H₂ en función del tiempo de alimentación para compuestos de lámina + tela con diversas relaciones de grosor

Relación de grosor de la lámina con respecto a la tela	0,0	0,24	0,48	0,96	Infinita
15 segundos	80,43	81,13	80,20	78,84	75,16
6 segundos	73,57	75,34	74,00	72,36	67,55
2 segundos	54,43	60,79	58,85	56,62	51,98

5 Tabla 7 Factor de dimensionamiento del lecho en función del tiempo de alimentación para lámina + tela con diversas relaciones de grosor

Relación de grosor de la lámina con respecto a la tela	0,0	0,24	0,48	0,96	Infinita
15 segundos	0,82	0,66	0,69	0,75	0,93
6 segundos	0,48	0,37	0,40	0,44	0,61
2 segundos	0,39	0,27	0,30	0,35	0,49

10 Claramente, los datos presentados en las tablas 6 y 7 muestran un grado óptimo en BSF y recuperación de H₂ para la relación de grosor de lámina con respecto a tela entre aproximadamente 0,48 y aproximadamente 0 a tiempos de alimentación entre aproximadamente 1 y aproximadamente 15 segundos.

15 Tal como se ha indicado anteriormente, la brusca degradación del rendimiento observada cuando se cambia la relación de grosor de 0,24 a 0 es el resultado del cambio de la estructura adsorbente y el cambio correspondiente de las propiedades de cinética y la compactación del adsorbente. De hecho, cuando se cambia de un sistema adsorbente de lámina + tela a uno de tela sola, las propiedades de cinética intrínsecas del sistema adsorbente cambian y la calidad de la compactación cae. Estos efectos combinados hacen que la zona de transferencia de masa se extienda y, por consiguiente, el factor geo disminuya, tal como se muestra en la tabla 3 y la figura 2. También se demostró que las propiedades cinéticas, la calidad de la compactación, y el factor geo podrían mantenerse mientras se reducía la relación de grosor de 0,96 a 0,48 (véase la tabla 4 y la figura 3). La reducción adicional de la relación de grosor de 0,48 a 0,24 puede realizarse fácilmente sin degradación en las propiedades de transferencia de masa del adsorbente. Por esa razón, el factor geo también se mantuvo constante a 900 mientras se reducía adicionalmente la relación de grosor a 0,24. Sin embargo, si hubiera que simular los resultados de rendimiento para la relación de grosor entre aproximadamente 0 y aproximadamente 0,24, sería deseable reducir consecuentemente el factor geo para justificar la degradación de las propiedades de cinética y de la homogeneidad de compactación que se producen cuando se aproxima al estado de tela sola. La continuidad de los resultados de rendimiento es más evidente entre sistemas de lámina + tela y tela sola cuando se utiliza una aproximación progresiva del perfil de rendimiento de lámina + tela al perfil de rendimiento de tela sola mientras se reduce adicionalmente la relación de grosor de lámina + tela con respecto a tela sola.

30 Ejemplo 6

También se generaron datos experimentales en condiciones de oscilación de presión de ciclo rápido. Se utilizó un sistema de RPSA de un lecho para comparar diversas configuraciones de adsorbente en un intervalo de tiempos de ciclo. El recipiente adsorbente utilizado tenía 8 pulgadas de largo, y tenía el diámetro interno de 1,4 pulgada. La corriente de gas de alimentación comprendía CO₂ al 20% en helio a 100 psig. El proceso se realizó a temperatura ambiente. El ciclo de PSA comprendía la secuencia cíclica repetida de una etapa concurrente tal como represurización, una alimentación a alta presión, una pérdida súbita de presión a contracorriente y, finalmente, una purga de helio a contracorriente. Los datos de rendimiento se recogieron para una pureza de 50 ppm de CO₂ en la corriente de producto. Se compararon un carbón activado granular de 1 mm, una tela enrollada en espiral, y una lámina + tela enrollada en espiral. La misma tela se utilizó en los sistemas de tela sola y lámina + tela. La relación de grosor en el sistema de lámina + tela era de 1,0.

45 La figura 5 muestra los rendimientos a 12, 8, 6, 4, 2, 1,5 y 1 segundo en alimentación para el factor de dimensionamiento del lecho y la recuperación de helio. Claramente, el rendimiento observado del sistema de lámina + tela es mucho mayor que el de la tela sola. Por lo tanto, puede utilizarse un recipiente adsorbente mucho más pequeño con el sistema de lámina + tela minimizando el tamaño y los costes de PSA. El rendimiento del sistema de lámina + tela es comparable al de un material de carbón activado granular de 1 mm al tiempo de alimentación por encima de 2 segundos y superior al de un carbón activado granular de 1 mm granular a menos de 2 segundos en alimentación. Un recipiente que contiene gránulos adsorbentes de 1 mm fluidizaría a tiempos de ciclo por debajo de un minuto (tiempos de alimentación por debajo de 15 segundos). Por lo tanto, una de las ventajas de la presente invención es que el recipiente que contiene el compuesto de adsorción de la presente invención no fluidizará en ningún momento del ciclo.

55

REIVINDICACIONES

1. Compuesto de adsorción de gas, en el que todas las capas adsorbentes son capas adsorbentes activas, que comprende:
- 5 un adsorbente de alta densidad que comprende una capa adsorbente de alta densidad que tiene una primera densidad, como mínimo, de 0,4 g/cc y un primer coeficiente de transferencia de masa, como mínimo, de $0,5 \text{ s}^{-1}$; y un adsorbente de baja densidad que comprende una capa adsorbente de baja densidad que tiene una segunda densidad, como mínimo, de 0,4 g/cc y un segundo coeficiente de transferencia de masa, como mínimo, de $0,5 \text{ s}^{-1}$; teniendo el compuesto de adsorción de gas un coeficiente de transferencia de masa del compuesto, como mínimo, de $0,5 \text{ s}^{-1}$
- 10 en el que el adsorbente de alta densidad está en un contacto sustancialmente contiguo con el adsorbente de baja densidad, y cada uno del adsorbente de alta densidad y el adsorbente de baja densidad tiene un área de superficie adsorbente, como mínimo, de $500 \text{ m}^2/\text{g}$; y la capa adsorbente de baja densidad es una tela que tiene un diámetro de poro promedio de 5 \AA y la capa adsorbente de alta densidad es una lámina fabricada enredando particulados adsorbentes finos con partículas más grandes de carbón activado y un polímero fibrilado, estando dicha tela compactada junto con dicha lámina.
- 15 2. Compuesto, según la reivindicación 1, en el que la capa adsorbente de alta densidad tiene una primera permeabilidad al aire mayor de 0 y hasta 0,5 Darcy ($0,494 \times 10^{-12} \text{ m}^2$), y el adsorbente de baja densidad tiene una segunda permeabilidad al aire, como mínimo, de 15 Darcy ($14,805 \times 10^{-12} \text{ m}^2$), estando la primera permeabilidad y la segunda permeabilidad medidas mediante aire que fluye a presión atmosférica y temperatura ambiente en una dirección perpendicular al plano de cada capa adsorbente de un grosor conocido y midiendo la caída de presión a través de la capa a una velocidad de flujo de gas dada en las condiciones anteriores.
- 20 3. Compuesto, según la reivindicación 1, en el que el adsorbente de alta densidad comprende una pluralidad de capas de alta densidad y/o el adsorbente de baja densidad comprende una pluralidad de capas de baja densidad.
- 25 4. Compuesto, según la reivindicación 3, en el que las capas adsorbentes de alta densidad (HDL) y las capas adsorbentes de baja densidad (LDL) están en una relación HDL/LDL de 0,25 a 4,0.
- 30 5. Compuesto, según la reivindicación 1, en el que, como mínimo, una de la capa adsorbente de alta densidad y la capa adsorbente de baja densidad comprende, como mínimo, un miembro seleccionado entre el grupo que comprende carbón activado, zeolitas, alúmina y gel de sílice.
- 35 6. Compuesto, según la reivindicación 5, en el que, como mínimo, una de la capa adsorbente de alta densidad y la capa adsorbente de baja densidad está impregnada con sales metálicas, y/o modificada mediante oxidación, reducción y/o intercambio iónico.
- 40 7. Compuesto, según la reivindicación 1, en el que el adsorbente de alta densidad y el adsorbente de baja densidad son capas alternas.
8. Compuesto, según la reivindicación 7, en el que dichas capas alternas forman una estructura enrollada en espiral.
- 45 9. Compuesto, según la reivindicación 1, en el que la capa adsorbente de baja densidad es de 0,2 a 2 veces más gruesa que la capa adsorbente de alta densidad.
10. Proceso de adsorción por oscilación de presión para recuperar un producto gaseoso de un gas de alimentación, comprendiendo dicho proceso:
- 50 suministrar un aparato de adsorción por oscilación de presión que comprende un compuesto de adsorción de gas, según la reivindicación 1; alimentar un gas de alimentación a dicho aparato de adsorción por oscilación de presión durante un periodo de alimentación que no supere los 100 segundos; y recuperar dicho producto gaseoso de dicho aparato de adsorción por oscilación de presión.
- 55 11. Proceso, según la reivindicación 10, para utilización en un proceso adsorativo/regenerativo cíclico.
12. Proceso, según la reivindicación 11, en el que la capa adsorbente de alta densidad tiene una primera permeabilidad al aire mayor de 0 y hasta 0,5 Darcy ($0,494 \times 10^{-12} \text{ m}^2$), y el adsorbente de baja densidad tiene una segunda permeabilidad al aire, como mínimo, de 15 Darcy ($14,805 \times 10^{-12} \text{ m}^2$), estando la primera permeabilidad y la segunda permeabilidad medidas mediante aire que fluye a presión atmosférica y temperatura ambiente en una dirección perpendicular al plano de cada capa adsorbente de un grosor conocido y midiendo la caída de presión a través de la capa a una velocidad de flujo de gas dada en las condiciones anteriores.
- 60 13. Proceso, según la reivindicación 11, en el que en el que el adsorbente de alta densidad está constituido por una pluralidad de capas adsorbentes de alta densidad y/o el adsorbente de baja densidad está constituido por una pluralidad de capas adsorbentes de baja densidad.
- 65

- 5 14. Proceso, según la reivindicación 11, en el que, como mínimo, una de la capa adsorbente de alta densidad y la capa adsorbente de baja densidad comprende, como mínimo, un miembro seleccionado entre el grupo que comprende carbón activado, zeolitas, alúmina y gel de sílice.
15. Proceso, según la reivindicación 11, en el que, como mínimo, una de la capa adsorbente de alta densidad y la capa adsorbente de baja densidad está modificada mediante impregnación con sales metálicas, oxidación, reducción y/o intercambio iónico.
- 10 16. Proceso, según la reivindicación 11, en el que el adsorbente de alta densidad y el adsorbente de baja densidad son capas alternas.
17. Proceso, según la reivindicación 16, en el que dichas capas alternas forman una estructura enrollada en espiral.
- 15 18. Proceso, según la reivindicación 11, en el que las capas adsorbentes de alta densidad (HDL) y las capas adsorbentes de baja densidad (LDL) están en una relación HDL/LDL de 0,25 a 4,0.
19. Proceso, según la reivindicación 11, en el que el periodo de alimentación es de hasta 40 segundos.
- 20 20. Proceso, según la reivindicación 11, en el que el periodo de alimentación es de hasta 15 segundos.
21. Proceso, según la reivindicación 11, en el que el periodo de alimentación es de hasta 3 segundos.
- 25 22. Proceso, según la reivindicación 11, en el que dicho gas de alimentación comprende una mezcla de hidrógeno y, como mínimo, otro componente más seleccionado entre el grupo de aire, dióxido de carbono, monóxido de carbono, hidrocarburo, oxígeno, argón y nitrógeno.

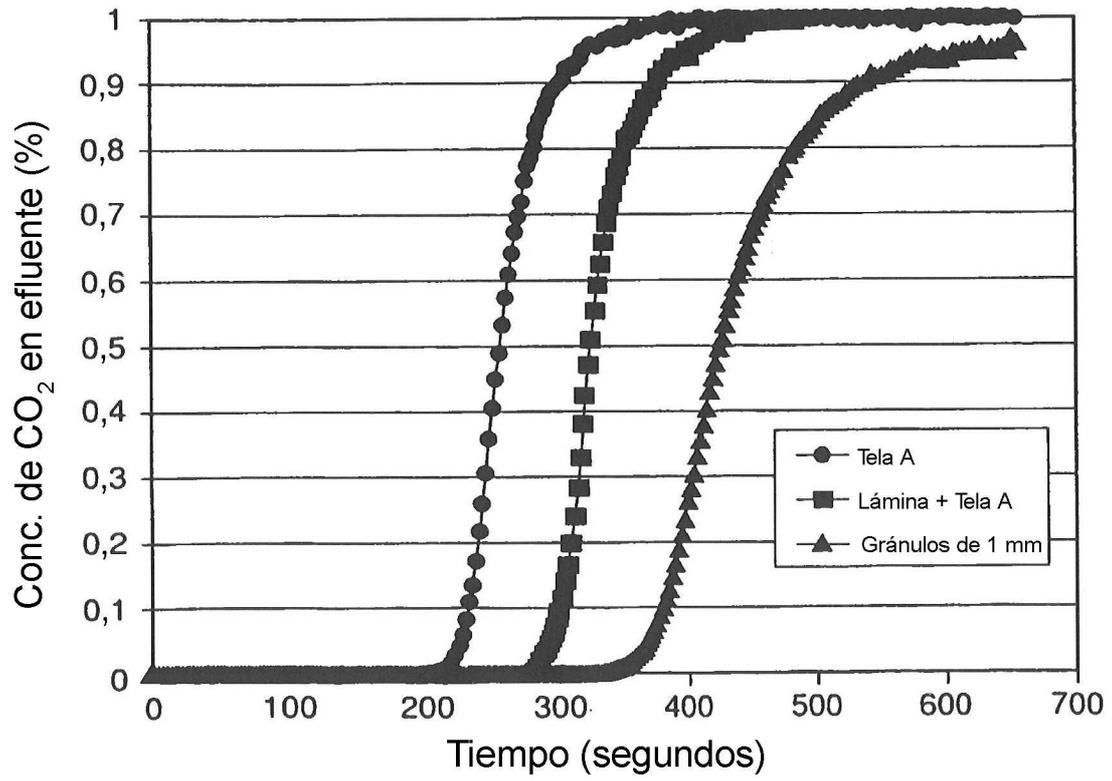


FIG. 1

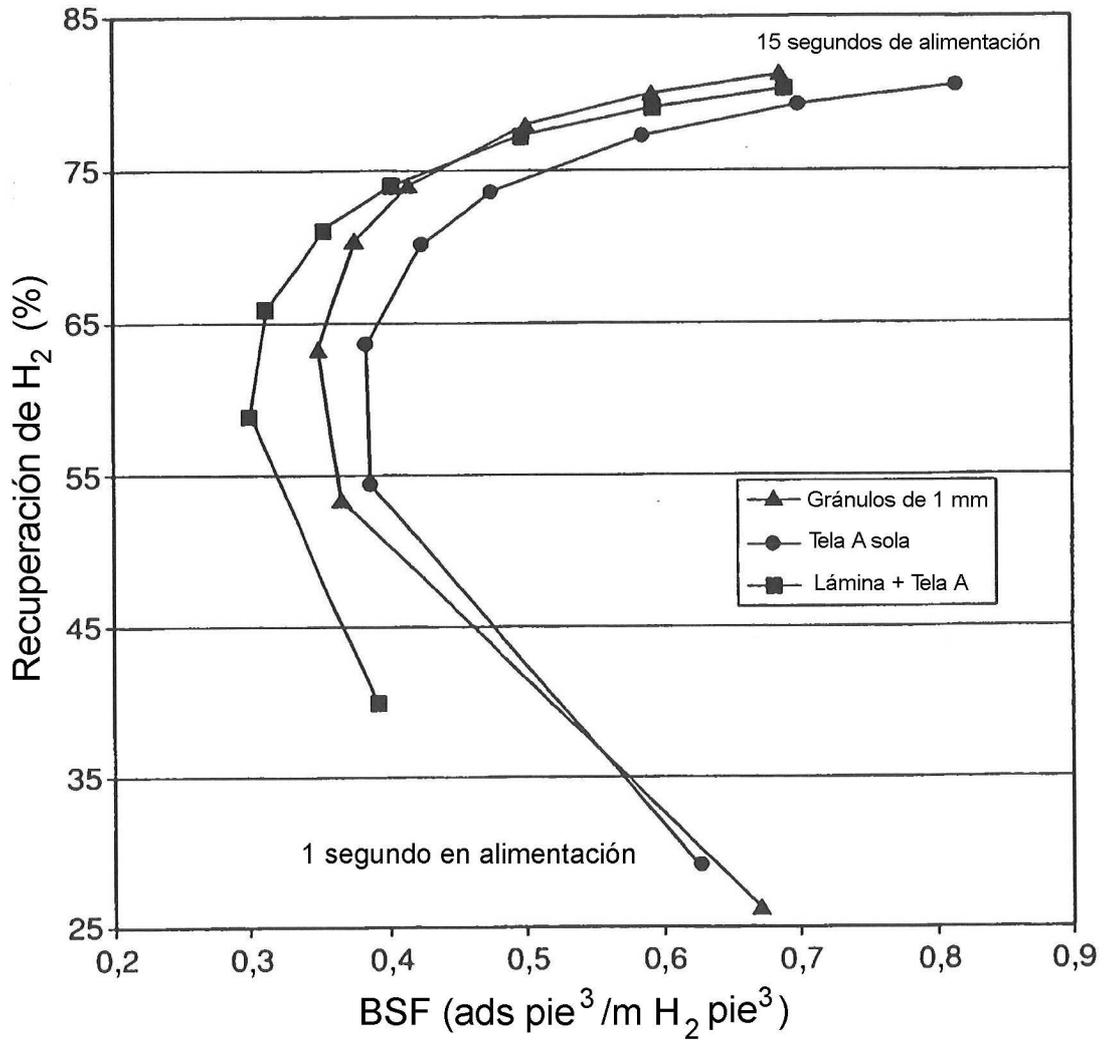


FIG. 2

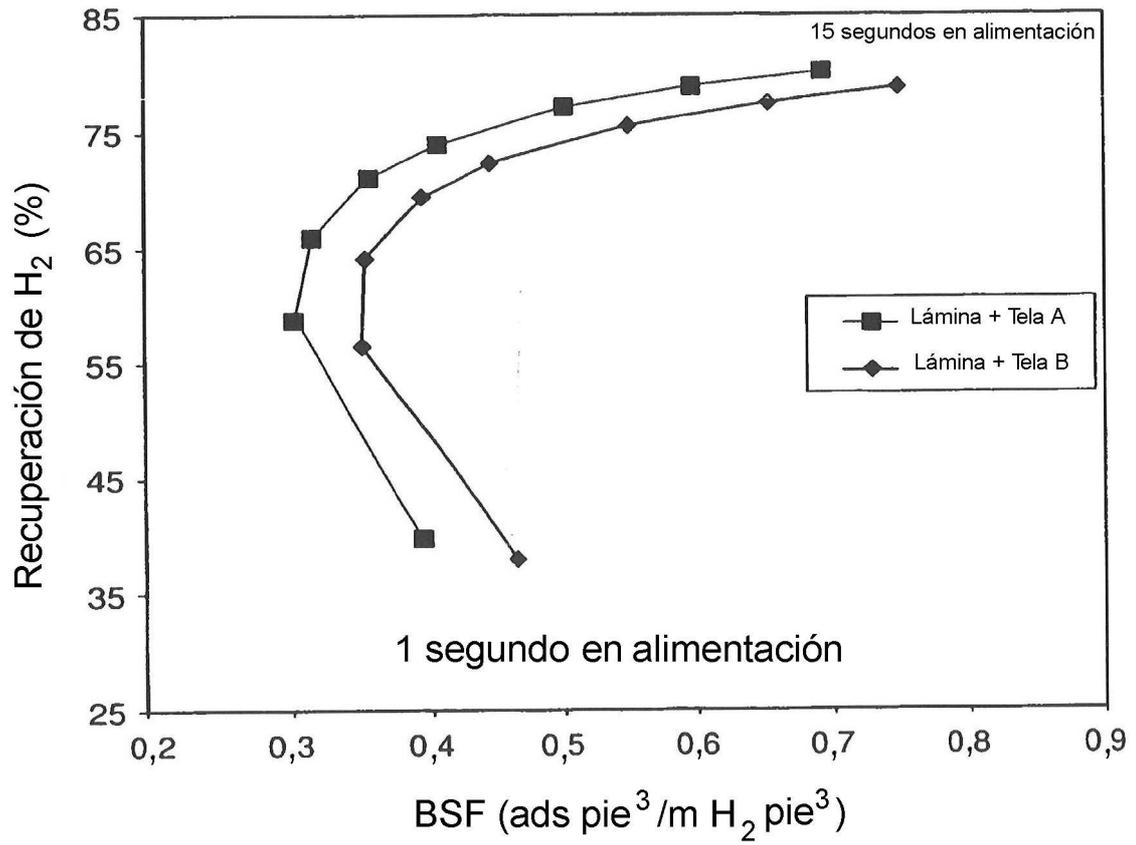


FIG. 3

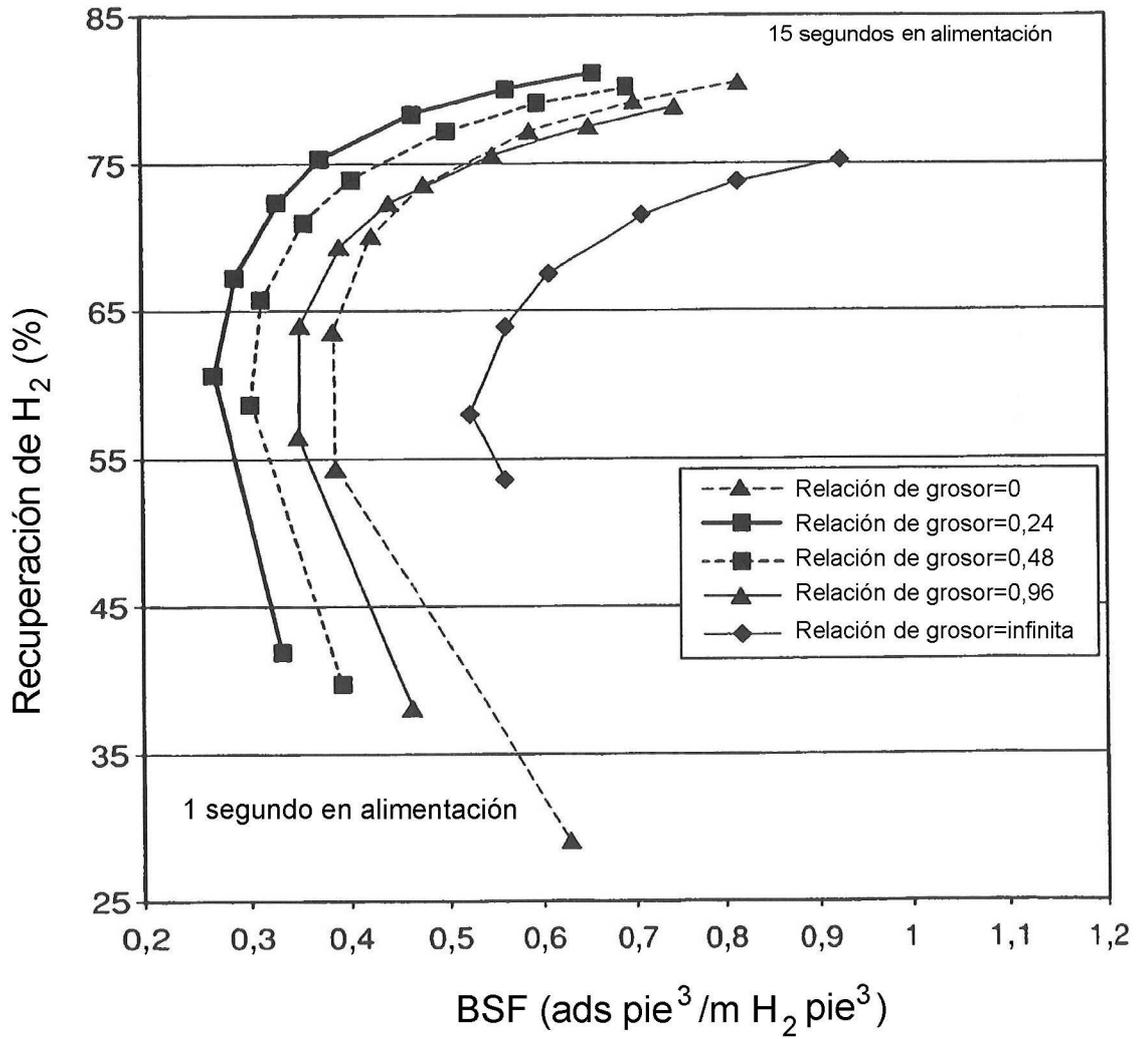


FIG. 4

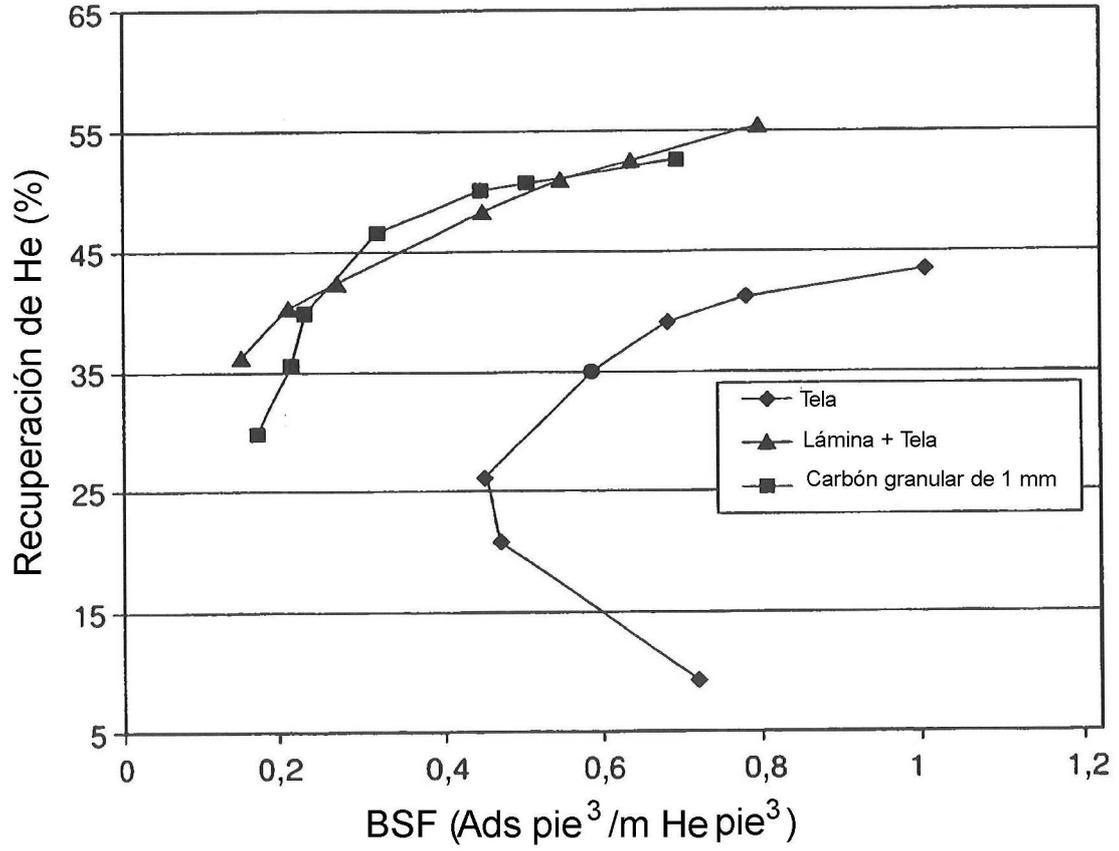


FIG. 5