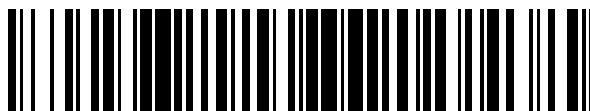


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 455 992**

51 Int. Cl.:

B01D 53/04 (2006.01)
B01D 53/047 (2006.01)
C01B 3/56 (2006.01)
B01J 20/08 (2006.01)
B01J 20/10 (2006.01)
B01J 20/18 (2006.01)
B01J 20/20 (2006.01)
B01J 20/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.12.2003 E 03800049 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.03.2014 EP 1590079**

54 Título: **Procedimiento y aparato para la purificación de hidrógeno**

30 Prioridad:

24.12.2002 US 436314 P

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

21.04.2014

73 Titular/es:

**PRAXAIR TECHNOLOGY, INC. (100.0%)
39 OLD RIDGEBURY ROAD
DANBURY, CT 06810-5113, US**

72 Inventor/es:

**BAKSH, MOHAMED SAFDAR ALLIE;
ACKLEY, MARK WILLIAM y
NOTARO, FRANK**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 455 992 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

Procedimiento y aparato para la purificación de hidrógeno

Campo de la invención

5 Esta invención se refiere a un sistema de adsorción por oscilación de presión (PSA, siglas del inglés "pressure swing adsorption") y a un procedimiento para purificar corrientes gaseosas impuras que contienen más de 50% en moles de hidrógeno, y más particularmente a un procedimiento tal para la producción de hidrógeno de alta pureza a partir de varias mezclas de alimentación que contienen hidrógeno, tales como el gas de síntesis. El procedimiento mejorado proporciona una recuperación de hidrógeno más elevada y un inventario de adsorbente menor, en comparación con los procedimientos de PSA descritos previamente para la producción de hidrógeno.

10 Antecedentes de la invención

15 Existe una creciente necesidad de hidrógeno de alta pureza en las industrias químicas de proceso, que incluyen el recocido de acero, la fabricación de silicio, la hidrogenación de grasas y aceites, la fabricación de vidrio, el hidrocrackeo, la producción de metanol, la producción de alcoholes oxo, y los procedimientos de isomerización. Existe una variedad de procedimientos conocidos en donde se produce hidrógeno, que incluyen el reformado con vapor de agua de gas natural o nafta. En este procedimiento, una materia prima, tal como el gas natural, se comprime y se alimenta a una unidad de purificación para eliminar los compuestos de azufre. La alimentación desulfurada se mezcla luego con vapor de agua sobrecalentado y se alimenta a un reformador para producir principalmente H₂ y CO. La corriente efluente del reformador se envía a una unidad de recuperación de calor, y luego a un convertidor de desplazamiento para obtener H₂ adicional. El efluente del convertidor de desplazamiento se hace pasar a través de una unidad de proceso de refrigeración y recuperación, antes de enviar el efluente a un sistema PSA en el que se produce hidrógeno de alta pureza (por ejemplo, 99,9% en moles o mayor).

25 Sin embargo, el gas H₂ que se alimenta a los sistemas PSA puede contener varios contaminantes en concentraciones que varían ampliamente (por ejemplo, la corriente de alimentación a la PSA procedente de un reformador de metano con vapor de agua (SMR, siglas del inglés "steam methane reformer") puede contener uno o más de CO₂, CH₄, CO y N₂). Esta combinación de adsorbatos en tales composiciones que varían ampliamente presenta un importante reto para el diseño del sistema PSA, en particular con respecto a la selección del adsorbente y la configuración del adsorbedor/lecho de adsorbente.

30 Los procedimientos de PSA representativos de la técnica anterior incluyen la patente de EE.UU. a Sircar et al. N° 4.077.779; la patente de EE.UU. a Fuderer et al. N° 4.553.981; la patente de EE.UU. a Fong et al. N° 5.152.975; la patente de EE.UU. a Wagner N° 3.430.418 y la patente de EE.UU. a Batta N° 3.564.816.

En la patente EP-A-1120149 se describe un lecho adsorbente de múltiples capas que comprende una primera capa de partículas de alúmina, una segunda capa de partículas de un primer carbón activado, una tercera capa de partículas de un segundo carbón activado, una cuarta capa de partículas de una primera zeolita, y una quinta capa de partículas de una segunda zeolita.

35 En la patente EP-A-1076035 se describe un procedimiento para la purificación de una corriente gaseosa, procedimiento en el que se hace pasar una corriente de alimentación a presión superatmosférica a través de una pluralidad de lechos adsorbentes, en donde cada lecho adsorbente contiene al menos una zeolita de catión mixto que contiene CaX, LiA, LiX o calcio, que tiene una relación molar de SiO₂/Al₂O₃ de 2,0-2,5.

40 Por otra parte, en la patente EP-A-0204700 se sugiere mejorar la capacidad calorífica de los pélets adsorbentes de carbón activado mediante la mezcla de polvo de carbón activado con un material inorgánico inerte de mayor capacidad calorífica, tal como una alúmina densa, antes de la peletización, a fin de proporcionar un foco frío para el procedimiento de separación que ayude a compensar el desplazamiento térmico.

45 Más específicamente, Bomard et al., en la patente de EE.UU. N° 5.912.422, describen un procedimiento de PSA para la separación de hidrógeno de una mezcla de gas de alimentación que contiene CO y otras impurezas, tales como CO₂ e hidrocarburos. La mezcla de alimentación se hace pasar a un primer adsorbente para eliminar el CO₂ y/o los hidrocarburos, y luego a un segundo adsorbente, que es una zeolita de tipo faujasita con al menos 80% de intercambio de litio, para eliminar principalmente las impurezas de CO y así producir hidrógeno. Si en la mezcla de alimentación que contiene hidrógeno está presente el N₂, entonces Bomard et al. introducen entre el primero y el segundo adsorbentes un tercer adsorbente para eliminar el nitrógeno.

50 Golden et al., en la patente de EE.UU. N° 4.957.514, describen una purificación de hidrógeno que utiliza una zeolita de tipo X intercambiada con bario.

Golden et al., en la patente de EE.UU. N° 6.027.549, describen un procedimiento de PSA para eliminar CO₂ y CH₄ que utiliza carbones activados que tienen unas densidades aparentes en el intervalo de aproximadamente 560,7-608,7 kg/m³ (35-38 lb/ft³).

Johnson et al., en la patente de EE.UU. 6.302.943 y en la patente EP-1097746A2, describen unos adsorbentes para la recuperación de H₂ mediante adsorción por oscilación de presión y vacío, en donde los adsorbentes en el extremo del producto del lecho tienen unas constantes de la ley de Henry entre 0,8 y 2,2 mmol/g/atm para el CO y entre 0,55 a 1,40 mmol/g/atm para el N₂.

- 5 Sigue habiendo necesidad de sistemas y procedimientos de PSA mejorados que tengan una menor demanda de adsorbente y una mayor recuperación de producto, en comparación con los sistemas y procedimientos de PSA existentes para la producción de hidrógeno.

La presente invención aborda esta necesidad mediante el uso de una nueva selección y disposición de los adsorbentes dentro del lecho adsorbente.

10 **Compendio de la invención**

La presente invención es un lecho adsorbente como se define en la reivindicación 1 y un procedimiento para la purificación de una corriente gaseosa, que emplea un lecho adsorbente tal, como se define en la reivindicación 6.

- De acuerdo con esta invención, cada adsorbedor (lecho) del sistema PSA de H₂ se divide en cuatro regiones. En una realización preferida, la primera región comprende un adsorbente para la eliminación de agua de la corriente de alimentación. La segunda región actúa para reducir a menos del 10% los contaminantes de alto nivel (>10% en volumen) en la alimentación que contiene hidrógeno (por ejemplo, el CO₂). La tercera región comprende un adsorbente capaz de reducir la concentración de todas las impurezas que entran en esta capa a menos del 1%. La cuarta región consiste en unos adsorbentes que tienen unas altas constantes de la ley de Henry para el N₂ (por ejemplo, mayores que 1,5 mmol/g-bar y preferiblemente mayores que 2,3 mmol/g-bar) y el CO (por ejemplo, mayores que 2,94 mmol/g-bar), para eliminar las impurezas restantes y así conseguir la pureza del producto (H₂) deseada. En una realización, la segunda región se puede omitir y/o combinar con la tercera región. También se describen otras realizaciones.

Breve descripción de la invención

- Los expertos en la técnica podrán imaginar los objetos, características y ventajas, a partir de la siguiente descripción de una(s) realización(es) preferida(s) y el(los) dibujo(s) adjunto(s), en donde:

La Figura 1 representa un esquema de una columna de adsorción PSA de cuatro capas de acuerdo con una realización preferida de la invención.

Las Figuras 2a y 2b representan el incremento de la carga de nitrógeno y las constantes de la ley de Henry, respectivamente, para varios adsorbentes en la región 4 del lecho adsorbente.

- 30 La Figura 3 muestra la correlación entre las constantes de la ley de Henry y la capacidad de funcionamiento.

La Figura 4 muestra el diagrama de flujo del proceso de un sistema PSA de cuatro lechos de acuerdo con la invención.

La Figura 5 muestra la comparación entre la recuperación de hidrógeno y el factor de tamaño del lecho para varios ejemplos de procedimientos.

- 35 La Figura 6 muestra la comparación de los procedimientos descritos en los ejemplos en términos del factor de tamaño del lecho.

Descripción detallada de la invención

De acuerdo con la invención, se proporciona un sistema y un procedimiento de PSA mejorados para la purificación de una corriente gaseosa que contiene más de 50% en moles de hidrógeno.

- 40 Típicamente el gas H₂ de alimentación de la PSA contiene varios contaminantes, tales como H₂O, CO₂, CH₄, CO y N₂. Como se usa en esta memoria, todos los porcentajes de los componentes gaseosos están en % en moles, a menos que se indique lo contrario. Tal combinación de adsorbatos en composiciones tales que varían ampliamente presenta un importante reto para la selección de un adsorbente eficaz.

- 45 Con referencia a la Figura 1 se representa una realización preferida de la invención. En esta realización, el procedimiento de PSA utiliza un lecho adsorbente que comprende cuatro regiones de adsorbentes. Para los fines de esta descripción, la primera región es la que está más cerca del extremo de la alimentación del lecho, como se indica por las flechas que indican la dirección del flujo de gas.

- 50 La primera región del lecho comprende unos adsorbentes para eliminar contaminantes tales como el agua. El adsorbente para la primera capa (primera región) se puede seleccionar del grupo que consiste en alúmina, gel de sílice, silicalita o zeolitas.

El adsorbente para la segunda capa/región se utiliza para la eliminación del CO₂ y parte del CH₄. En una realización preferida, esta capa comprende un carbón activado que tiene una densidad aparente de 608,7-736,8 kg/m³ (38-46 lb/ft³) (medida mediante la norma ASTM D-2854), que se puede mezclar con un adsorbente más débil (para el CO₂ y el CH₄), tal como la alúmina. El propósito de la mezcla es reducir al mínimo el gradiente de temperatura de la capa, así como la oscilación térmica asociada con el calor de adsorción. El carbón activado más preferido es el carbón activado G2X disponible en Takeda Chemical Industries, Japón.

Con respecto a la mezcla, se pueden utilizar diferentes fracciones de alúmina y carbón activado. La cantidad óptima para la mezcla de alúmina y carbón está dictada por las condiciones de operación del procedimiento de PSA, la composición de la alimentación y la concentración particular de la fase gaseosa en el lecho. Para conseguir la deseada reducción de los gradientes térmicos en el lecho, también se pueden utilizar mezclas de otros adsorbentes fuertes y débiles. Una mezcla tal puede ser de carbón activado y zeolita ZnX o de alúmina y ZnX. En la patente de EE.UU. a Ackley et al. N° 6.027.548 se describen detalles adicionales sobre el uso de mezclas de adsorbentes fuertes y débiles en los procedimientos de PSA.

El adsorbente de la tercera capa se utiliza para la eliminación del CH₄ residual, y la mayor parte del N₂ y el CO, de la corriente de alimentación. Un adsorbente preferido para esta región es un carbón activado que tiene una densidad aparente mayor o igual que 608,7 kg/m³ (38 lb/ft³). Como con la capa 2, el carbón activado G2X es el material más preferido. Se pueden utilizar formas intercambiadas con cationes de zeolitas A, X, Y (por ejemplo ZnX y ZnY), chabazitas y mordenita, y más particularmente, zeolita X intercambiada con iones Zn²⁺ y Cu²⁺ en diferentes porcentajes de cambio. En Khelifa et al., Microporous and Mesoporous Materials, vol. 32, pág. 199, 1999, y las referencias allí contenidas, se proporciona la síntesis de la zeolita X intercambiada con Zn²⁺ y Cu²⁺. Además, los materiales alternativos para la región 3 del lecho pueden incluir carbones activados impregnados con densidades aparentes en el intervalo de 512,6 a 720,8 kg/m³ (32-45 lb/ft³). Un ejemplo de un carbón activado impregnado tal es un carbón activado de Sn (Sn-AC). Más específicamente, el carbón activado se impregna con aproximadamente 35% de la sal SnCl₂·2H₂O y luego se seca a 180°C para producir AC-SnO₂. En Iyuke et al., Chemical Engineering Science, vol. 55, pág. 4.745, 2000, se proporciona información adicional sobre la síntesis de carbones activados de Sn (Sn-AC). Los carbones activados son los materiales relativamente menos preferidos para la región 3 del lecho.

Como se indicó anteriormente, los adsorbentes preferidos para ser utilizados en la segunda y tercera región del lecho preferiblemente tienen una densidad aparente elevada, en el intervalo de 608,7 a 736,8 kg/m³ (38-46 lb/ft³). El uso de tales materiales da lugar a una mayor recuperación de H₂ (aproximadamente, una mejora del 10%) sobre los procedimientos convencionales y a un menor inventario de adsorbente para el procedimiento de PSA. Entre los adsorbentes que tienen una densidad aparente en el intervalo preferido se deben escoger los adsorbentes que tienen la más alta capacidad de carga dinámica para el contaminante. Para los fines de esta invención, la capacidad de carga dinámica se define como la diferencia entre la carga bajo las condiciones de adsorción y la carga bajo las condiciones de desorción.

Puesto que en las regiones 2 y 3 se elimina la mayoría del CO₂, CO, CH₄ y N₂ presentes en la mezcla de alimentación que contiene H₂, en esas dos regiones del lecho están presentes los gradientes térmicos y las oscilaciones térmicas mayores, teniendo la región 2 los gradientes térmicos y las oscilaciones térmicas en el lecho mayores que la región 3. Para la región 2 del lecho se compararon dos combinaciones de mezclas de adsorbentes. Para la comparación con el rendimiento del G2X, también se analizó un carbón activado de inferior densidad (BPL, disponible en Calgon Carbon Corp. EE.UU.) que tenía una densidad menor que 608,7 kg/m³ (38 lb/ft³). Los resultados se muestran la Tabla 1, a continuación.

Tabla 1: Regiones 2 y 3 (véase la Fig. 1). Oscilación de la temperatura y cargas dinámicas del CO₂ y el CH₄ en carbones activados (G2X y BPL), alúmina, y mezclas de alúmina A201 y carbón activado G2X.

Adsorbente	Región 2: Zona de CO ₂ /CH ₄			Región 3: Zona de CH ₄ /N ₂		
	ΔT (K)	ΔCO ₂ mmol/g	ΔCH ₄ mmol/g	ΔT (K)	ΔCH ₄ mmol/g	ΔN ₂ mmol/g
Carbón G2X o ZnX	25	1,06	0,087	5	0,019	0,027
Carbón BPL	25	0,84	0,056	4	0,019	0,022
Alúmina A201	8,7	0,41	0,0033	0,1	0,00045	0,0022
NaY	25	0,75	0,015	2	0,0069	0,016
75% de G2X/25% de A201	20	0,91	0,071	-	-	-
50% de G2X/50% de A201	16	0,77	0,054	-	-	-
Δ = delta (incremento)						

La Tabla 1 ilustra claramente que en la región 2 del lecho se redujo significativamente el gradiente térmico adverso mediante la mezcla del carbón G2X con un adsorbente más débil (por ejemplo, alúmina). Como se muestra en la

Tabla 1, se evaluaron unas mezclas de carbón G2X y 25% o 50% de alúmina activada A201 (disponible en UOP, Des Plaines, IL, EE.UU.) para reducir las oscilaciones térmicas en el lecho. Las oscilaciones térmicas se redujeron de 25K, para el carbón G2X sólo, a 20K y 16K para las mezclas respectivas. Los incrementos de la carga de CO₂ y CH₄ disminuyeron un 14% y un 18%, respectivamente, para la mezcla con 75% de carbón. Las cargas dinámicas de las mezclas fueron más altas que el promedio ponderado simple de las cargas de adsorbente debido a la reducción de la oscilación térmica adversa, es decir, debido a los menores calores de adsorción y al aumento de la capacidad térmica proporcionados por el adsorbente más débil de mayor densidad. Una ventaja secundaria del uso de una mezcla en la región 2 es el impacto sobre la temperatura de base en la región 3. Los incrementos de la carga de N₂ y CH₄ (que no se muestra en la Tabla 1) son aproximadamente 10% más altos debido a la inferior temperatura en la región 2 a consecuencia de la mezcla. De este modo, en la práctica más preferida de esta invención, la segunda región consiste en una mezcla de adsorbentes fuertes y débiles (por ejemplo, una mezcla de alúmina y carbón activado G2X) para reducir la concentración de contaminantes de alto nivel que están presentes en la mezcla de alimentación que contiene H₂. Mediante el uso de una mezcla de adsorbentes en la región 2, la reducción de la oscilación térmica aumenta de hecho la capacidad dinámica local del lecho y reduce el inventario de adsorbente requerido.

En la región 4 del lecho se efectúa la eliminación final del N₂ y de las impurezas residuales (por ejemplo, CO, CH₄, O₂, Ar). De acuerdo con la invención, los adsorbentes más preferidos para la región cuatro tienen una constante de la ley de Henry para el N₂ entre 2,58 mmol/g-bar y 10 mmol/g-bar, preferiblemente entre 2,58 y 4,3 mmol/g-bar. También se prefieren los adsorbentes que tienen una constante de la ley de Henry para el CO mayor que 2,94 mmol/g-bar. En la práctica de la invención, los adsorbentes con una elevada constante de la ley de Henry consiguen una mayor capacidad dinámica, así como una menor presión del lecho durante las etapas de igualación y purga del ciclo PSA. Por consiguiente, debido a la menor presión del lecho antes de la evacuación a contracorriente (con respecto a la dirección de la alimentación) en el ciclo PSA, se consigue una mayor recuperación de H₂ y un menor factor de tamaño del lecho. Mediante el uso en la zona de purificación del lecho de adsorbentes con elevadas constantes de Henry, se suprime la dispersión de la zona de transferencia de masa durante las etapas de cambio de presión en equicorriente (por ejemplo, en la igualación lecho a lecho) en el ciclo PSA. La nitidez de los frentes de concentración de impurezas conduce a un aumento de la recuperación y a un inferior inventario de adsorbente. Las simulaciones Grand Canonical Monte Carlo indican que los adsorbentes que tienen la anterior constante de Henry (>2,3 mmol/g-bar) incluyen el CaEMT, CaMOR y LiMOR, y se pueden usar adsorbentes con una constante de Henry ≥1,5 mmol/g-bar, tales como el VSA-6, Baylith KEH 650, KEJ407, CaX(2.0), LiX(2.0) (>86% de Li), LiCaX(2.0) y LiX(2.0) sin aglomerante (>86% de Li), donde (2.0) se refiere a la relación de SiO₂/Al₂O₃; sin embargo, generalmente, los adsorbentes con una constante de la ley de Henry >10 mmol/g-bar no son adecuados en la práctica de la invención. Téngase en cuenta que la constante de la ley de Henry se basa en el modelo de isotermas y en una temperatura específica. La presión específica sólo se refiere a la determinación del incremento de la carga de N₂.

Los materiales alternativos para la región 4 incluyen los tamices moleculares de zeolitas cristalinas de origen natural, tales como la chabazita, erionita, clinoptilolita y faujasita, y los tamices moleculares de zeolitas sintéticas adecuadas, tales como la ZSM-2, ZSM-3, EMC-2 (que contiene faujasita hexagonal que posee un código de estructura EMT), beta, mordenita, heulandita, A, D, R, T, X, Y y L. Además, también se pueden usar zeolitas intercambiadas con otro metal que contengan cationes seleccionados del grupo I (por ejemplo, Li, Na, K, Rb, Cs) y el grupo II (por ejemplo, Mg, Ca, Sr y Ba) de la tabla periódica. Además, en la región 4 del lecho se pueden usar zeolitas A y X que tengan al menos 50% de sus elementos AlO₂ asociados con cationes escogidos del grupo formado por calcio, litio, cinc, cobre, manganeso, magnesio, níquel, estroncio y bario. Por otra parte, en la zona de purificación (región 4) del lecho también se pueden usar mordenitas intercambiadas con cationes Li o Ca, EMT, FAU, MOR y CaX, para eliminar impurezas tales como el N₂ y cantidades muy pequeñas (trazas) de CH₄ y CO, y así producir H₂ de alta pureza. Los códigos de tres letras que identifican los entramados tetraédricos son códigos del tipo de estructura asignados por la International Zeolite Association de acuerdo con las normas establecidas por la IUPAC Commission on Zeolite Structure Types, W.M. Meier et al., 4ª edición revisada, 1996. Las relaciones de Si/Al más deseadas para los adsorbentes seleccionados para la región 4 del lecho son las siguientes: CaA (Si/Al = 1.0), LiX (Si/Al = 1.25), LiX (Si/Al = 1.0), CaX (Si/Al = 1.25), CaX (Si/Al = 1.0), Li-mordenita (Si/Al = 5.0), Ca-mordenita (Si/Al = 5.0) y CaEMT (Si/Al = 1.0). Además, en la región 4 de esta invención también se puede usar la zeolita A que contiene litio/metal alcalinotérreo y las zeolitas X (patentes de EE.UU. a Chao et al. números 5.413.625; 5.174.979; 5.698.013; 5.454.857 y 4.859.217).

Para el propósito de esta solicitud, la constante de la ley Henry se define a partir de la siguiente ecuación, que representa la forma lineal de la isoterma en la región de baja presión parcial:

$$X_i = (X_0 K_{H_i}) P_i$$

En la evaluación de la constante de Henry para el N₂ (X₀K_H), se usó la correlación de relación de carga (LRC, siglas del inglés "loading ratio correlation") del componente puro (Yang, "Gas Separation by Adsorption Processes", 1987). La ecuación de la isoterma de la LRC proporciona para K_H la expresión:

$$K_H = \frac{\partial \left(\frac{X_i}{X_{0i}} \right)}{\partial P_i} = \frac{1}{n_i} K_i^{1/n_i} P_i^{1/n_i - 1}$$

donde, K_i y n_i se determinan a partir de las constantes de la LRC:

$$\ln \frac{1}{K_i} = A_{1i} + \frac{A_{2i}}{T}$$

$$n_i = A_{3i} + \frac{A_{4i}}{T}$$

5 Las constantes de la LRC se determinan a partir de los datos de las isothermas de los componentes puros. Para la adsorción de N_2 en CaX(2.0), las constantes de la LRC tienen los siguientes valores: $X_0 = 3,77$, $A_1 = 23,56$, $A_2 = -3.151$, $A_3 = 1,0$ y $A_4 = 320$. En los adsorbentes seleccionados para la eliminación de N_2 (región 4) en la purificación de H_2 , sólo es necesario definir el valor límite para $X_0 K_H$ y el límite superior de la presión parcial del N_2 que define la cantidad máxima de N_2 que es probable que se encuentre en la corriente de H_2 .

10 Las simulaciones del procedimiento de PSA para la producción de H_2 que usaron los adsorbentes con la constante de la ley de Henry más elevada, proporcionaron en la región 4 la capacidad de funcionamiento para el N_2 más elevada (es decir, requirieron la capa de eliminación de N_2 más pequeña) como se muestra en la Figura 2. Cuando la capacidad de funcionamiento para el N_2 se correlacionó con la constante de la ley Henry de la isoterma del N_2 , se produjo la correlación lineal representada en la Figura 3 para las condiciones de 310K y $P_{N_2} = 93,6$ mbar. En la
 15 Figura 3, los puntos de los datos proceden de los adsorbentes de la Figura 2. La mayor constante de la ley de Henry ensayada se produjo a 2,38 mmol/g-bar para el CaX(2.0). A partir de estos datos se determinó el rango de la constante de la ley de Henry de la invención. Una constante de la ley de Henry >10 retendría tan fuertemente el adsorbato que la desorción requeriría una presión de desorción menor y/o una temperatura de desorción mayor. La consecuencia de ello es que el gas de purga y la demanda de energía del sistema aumentarían a niveles
 20 inaceptables.

El aumento de la recuperación de H_2 y el menor inventario de adsorbente requeridos por el procedimiento de PSA de esta invención se ilustran aún más en los ejemplos proporcionados a continuación. Con el fin de comparar con la técnica anterior el rendimiento de los procedimientos de PSA que usan los adsorbentes de esta invención, se usó el sistema PSA de cuatro lechos mostrado en la Figura 4. En la Tabla 2 se muestra la lógica de conmutación de
 25 válvulas y en las Tablas 3-5 se proporcionan los detalles del procedimiento de PSA. Sin embargo, debe tenerse en cuenta que el ciclo PSA de doce etapas sólo se utiliza para ilustrar la mejora del rendimiento del procedimiento de PSA que se consigue sustituyendo (técnica anterior) los adsorbentes con los adsorbentes desarrollados para las regiones 2-4 del lecho. Además, para mostrar la mejora del rendimiento del procedimiento de PSA también se pueden usar otros ciclos PSA sin desviarse del alcance de esta invención.

30 La Figura 4 muestra cuatro lechos adsorbentes (B1, B2, B3 y B4) y las válvulas y tuberías asociadas que se utilizan para ilustrar la mejora del rendimiento del procedimiento de PSA de esta invención. Con referencia a las Figuras 1 y 4, se describe una realización de esta invención sobre un ciclo PSA completo, y en las Tablas 2 y 3 se proporciona la conmutación de válvulas y las etapas de la PSA, respectivamente. Además, la región 1 contiene alúmina, la región 2 contiene una mezcla de 50% de alúmina A201 y carbón activado Takeda G2X, la región 3 contiene carbón
 35 activado G2X, y la región 4 contiene CaX(2.0).

Etapa 1 (AD1): El lecho 1 (B1) está en la primera etapa de adsorción (AD1) a 1,7 MPa (232 psig), mientras que el lecho 2 (B2) está experimentando la evacuación (BD) a contracorriente, el lecho 3 (B3) está experimentando la primera etapa de igualación descendente de la presión (EQ1DN), y el lecho 4 (B4) está experimentando la segunda etapa de igualación ascendente de la presión (EQ2UP).

40 Etapa 2 (AD2): El lecho 1 está en la segunda etapa de adsorción (AD2) y también está suministrando gas producto al lecho 4 que está experimentando la primera etapa de presurización del producto (PP1). Durante el mismo tiempo, los lechos 2, 3 y 4 están experimentando la purga, la despresurización en equicorriente y la primera presurización del producto, respectivamente.

45 Etapa 3 (AD3): El lecho 1 está en la tercera etapa de adsorción (AD3), y también está suministrando gas producto al lecho 4 que está experimentando la segunda etapa de presurización del producto (PP2). Durante el mismo período de tiempo, los lechos 2, 3 y 4 están experimentando la primera etapa de igualación ascendente (EQ1UP), la segunda igualación descendente (EQ2DN), y la segunda etapa de presurización del producto (PP2), respectivamente.

Etapa 4 (EQ1DN): El lecho 1 está en la primera etapa de igualación descendente (EQ1DN), mientras que el lecho 2 recibe el gas procedente del lecho 1 y está experimentando la segunda etapa de igualación ascendente (EQ2UP). Los lechos 3 y 4 están experimentando ahora la evacuación (BD) y la primera etapa de adsorción (PP1), respectivamente.

5 Etapa 5 (PPG): El lecho 1 está experimentando la etapa de despresurización en equicorriente para proporcionar gas de purga (PPG) al lecho 3, mientras los lechos 2 y 4 están experimentando la primera presurización del producto (PP1) y la segunda etapa de adsorción (AD2), respectivamente.

10 Etapa 6 (EQ2DN): El lecho 1 experimenta una segunda etapa de igualación descendente (EQ2DN) mediante el envío de gas de igualación de baja presión al lecho 3, que está experimentando la primera etapa de igualación ascendente (EQ1UP). Los lechos 2 y 4 están experimentando la segunda presurización del producto (PP2) y la tercera etapa de adsorción, respectivamente.

15 Etapa 7 (BD): Los lechos 1 y 2 experimentan la evacuación (BD) a contracorriente y la primera etapa de adsorción (AD1), respectivamente. Durante este tiempo, los lechos 3 y 4 están experimentando la igualación lecho a lecho, es decir, los lechos 3 y 4 están experimentando las etapas de la segunda igualación ascendente (EQ2UP) y la primera igualación descendente (EQ1DN), respectivamente.

Etapa 8 o PG (unidades de tiempo 340-425 seg.): El lecho 1 está recibiendo ahora el gas de purga (PG) procedente del lecho 4 y los lechos 2 y 3 están experimentando la segunda etapa de adsorción y la primera etapa de presurización del producto (PP1), respectivamente.

20 Etapa 9 (EQ1UP): El lecho 1 está experimentando la primera etapa de igualación ascendente (EQ1UP) mediante la recepción de gas de igualación de baja presión procedente del lecho 4, que está experimentando la segunda etapa de igualación descendente (EQ2DN). Durante el mismo tiempo, los lechos 2 y 3 están experimentando la tercera etapa de adsorción (AD3) y la segunda presurización del producto (PP2), respectivamente.

25 Etapa 10 (EQ2UP): El lecho 1 está experimentando la segunda etapa de igualación ascendente (EQ2UP) mediante la recepción de gas de igualación de alta presión procedente del lecho 2, que está experimentando la primera etapa de igualación descendente (EQ1DN). Durante el mismo tiempo, los lechos 3 y 4 están soportando la primera etapa de adsorción (AD1) y la etapa evacuación a contracorriente, respectivamente.

Etapa 11 (PP1): El lecho 1 está recibiendo el gas de la primera presurización del producto (PP1) procedente del lecho 3, que también está en la segunda etapa de adsorción (AD2), mientras que el lecho 2 está experimentando la etapa de despresurización en equicorriente para proporcionar gas de purga (PPG) al lecho 4.

30 Etapa 12 (PP2): El lecho 1 está recibiendo el gas de la segunda presurización del producto (PP2) procedente del lecho 3, que también se encuentra en la tercera etapa de adsorción (AD3). Durante el mismo tiempo, el lecho 2 experimenta una segunda etapa de igualación descendente (EQ2DN) mediante el envío de gas de igualación de baja presión al lecho 4, que está experimentando la primera etapa de igualación ascendente (EQ1UP).

35 En las Tablas 2 y 3 se proporciona un resumen de las doce etapas citadas. En particular, en la Tabla 2 se resume la secuencia de válvulas durante un ciclo completo para el procedimiento de PSA de cuatro lechos mostrado en la Figura 4, y en la Tabla 5 se proporcionan los intervalos de tiempo respectivos y el estado correspondiente de cada lecho durante un ciclo PSA completo. Téngase en cuenta que en las Tablas 2 y 3 los cuatro lechos operan en paralelo, y que durante 1/4 de la duración total del ciclo uno de los lechos está en la etapa de adsorción, mientras que los otros lechos están experimentando la igualación de presión, la purga, la evacuación o la presurización del producto.

Tabla 2: Conmutación de válvulas de una PSA de H₂ de cuatro lechos (O = ABIERTA, C = CERRADA)

Etapa	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Lecho 1 (BD1)	AD1	AD2	AD3	EQ1 DN	PPG	EQ2 DN	BD	PG	EQ1 UP	EQ2 UP	PP1	PP2
Lecho 2 (BD2)	BD	PG	EQ1 UP	EQ2 UP	PP1	PP2	AD1	AD2	AD3	EQ1 DN	PPG	EQ2 DN
Lecho 3 (BD3)	EQ1 DN	PPG	EQ2 DN	BD	PG	EQ1 UP	EQ2 UP	PP1	PP2	AD1	AD2	AD3
Lecho 4 (BD4)	EQ2 UP	PP1	PP2	AD1	AD2	AD3	EQ1 DN	PPG	EQ2 DN	BD	PG	EQ1 UP

ES 2 455 992 T3

Etapa	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Válvula N°												
1	O	O	O	C	C	C	C	C	C	C	C	C
2	C	C	C	C	C	C	O	O	O	C	C	C
3	C	C	C	C	C	C	C	C	C	O	O	O
4	C	C	C	O	O	O	C	C	C	C	C	C
5	O	O	C	O	O	C	O	O	C	O	O	C
6	C	C	C	C	C	C	O	O	C	C	C	C
7	O	O	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C
8	C	C	C	O	O	C	C	C	C	C	C	C
9	C	C	C	C	C	C	C	C	C	O	O	C
10	C	O	O	C	O	O	C	O	O	C	O	O
11	O	O	O	C	C	C	C	C	C	C	C	C
12	C	C	C	C	C	C	O	O	O	C	C	C
13	C	C	C	C	C	C	C	C	C	O	O	O
14	C	C	C	O	O	O	C	C	C	C	C	C
15	C	C	C	C	O	O	C	O	O	C	C	C
16	C	O	O	C	C	C	C	C	C	C	O	O
17	C	O	O	C	O	O	C	C	C	C	C	C
18	C	C	C	C	C	C	C	O	O	C	O	O
19	C	C	C	O	C	C	C	C	C	O	O	O
20	C	C	C	O	O	O	C	C	C	O	C	C
21	O	C	C	C	C	C	O	O	O	C	C	C
22	O	O	O	C	C	C	O	C	C	C	C	C

Tabla 3: Intervalo de tiempo y secuencia de las etapas del ciclo PSA

Etapa número	Intervalo de tiempo	Lecho N° 1	Lecho N° 2	Lecho N° 3	Lecho N° 4
1	0 - 4	AD1	BD	EQ1DN	EQ2UP
2	4 - 8	AD2/PP1	PG	PPG	PP1
3	8 - 12	AD3/PP2	EQ1UP	EQ2DN	PP2
4	12 - 16	EQ1DN	EQ2UP	BD	AD1
5	16 - 20	PPG	PP1	PG	AD2/PP1
6	20 - 24	EQ2DN	PP2	EQ1UP	AD3/PP2
7	24 - 28	BD	AD1	EQ2UP	EQ1DN
8	28 - 32	PG	AD2/PP1	PP1	PPG
9	32 - 36	EQ1UP	AD3/PP2	PP2	EQ2DN

ES 2 455 992 T3

Etapa número	Intervalo de tiempo	Lecho N° 1	Lecho N° 2	Lecho N° 3	Lecho N° 4
10	36 - 40	EQ2UP	EQ1DN	AD1	BD
11	40 - 44	PP1	PPG	AD2/PP1	PG
12	44 - 48	PP2	EQ2DN	AD3/PP2	EQ1UP

	AD1	=	Primera etapa de adsorción.
	AD2/PP1	=	Segunda etapa de adsorción/primer presurización del producto.
	AD3/PP2	=	Tercera etapa de adsorción/segunda presurización del producto.
	EQ1DN	=	Primera igualación descendente.
5	PPG	=	Gas de purga proporcionado.
	EQ2DN	=	Segunda igualación descendente.
	BD	=	Evacuación.
	PG	=	Purga.
	EQ1UP	=	Primera igualación ascendente.
10	EQ2UP	=	Segunda igualación ascendente.
	PP1	=	Primera presurización del producto.
	PP2	=	Segunda presurización del producto.

La Tabla 4 proporciona un ejemplo de las condiciones de funcionamiento y el rendimiento de un procedimiento de PSA que utiliza alúmina en la región 1, una mezcla de 50% de alúmina A201 y 50% de carbón activado G2X en la región 2, G2X en la región 3, y CaX(2.0) en la región 4 del lecho. Este ejemplo se refiere en lo sucesivo como IV2.

La Tabla 5 proporciona un ejemplo de las condiciones de funcionamiento y el rendimiento de un procedimiento de PSA que utiliza alúmina en la región 1, carbón activado G2X de alta densidad aparente ($>608,7 \text{ kg/m}^3$ (38 lb/ft^3)) en las regiones 2 y 3, y VSA6 en la región cuarta del lecho. Este ejemplo se refiere en lo sucesivo como IV1.

La Tabla 6 (técnica anterior) proporciona un ejemplo de las condiciones de funcionamiento y el rendimiento de un procedimiento de PSA que utiliza alúmina en la región 1, carbón activado de baja densidad aparente ($<608,7 \text{ kg/m}^3$ (38 lb/ft^3)) en las regiones 2 y 3, y zeolita 5A en la región cuarta del lecho. Este ejemplo se refiere en lo sucesivo como PA.

Los símbolos de las tablas tienen el siguiente significado: TPD = ton (907,2 kg (2.000 lb)) por día de hidrógeno, kPa = 1.000 Pa = S.I. de unidades para la presión (1,0 atm = 14,696 psi = 0,0 psig = 1,01325 bar = 101,325 kPa), s = unidad de tiempo en segundos.

Tabla 4 (IV2): Rendimiento del procedimiento de PSA de cuatro lechos (alimentación SMR) que utiliza alúmina en la primera región del lecho, una mezcla de 50% de alúmina A201 y carbón activado G2X en la segunda región, carbón activado G2X en el tercera región, y CaX(2.0) en la cuarta región (parte superior). Los resultados que se muestran a continuación corresponden a la modelización de un procedimiento de PSA que utiliza una mezcla de alimentación de 75,83% de H₂, 0,72% de N₂, 3,35% de CH₄, 2,96% de CO y 17,14% de CO₂. La presión de adsorción es 1,7 MPa (232 psig), la presión de desorción es 132 kPa (4,4 psig), y en el ciclo PSA de cuatro lechos se utilizan doce etapas (véase las Tablas 2 y 3). A continuación se proporcionan detalles adicionales del procedimiento de PSA de cuatro lechos.

	Duración(es) del ciclo:	48 seg.
35	Adsorbente (región 1):	Alúmina
	Densidad aparente (alúmina):	784,9 kg/m ³ (49,0 lb/ft ³)
	Cantidad de alúmina:	37,32 kg/t por día de H ₂ (74,65 lb/TPD de H ₂)
	Adsorbente (región 2):	Mezcla (50% de alúmina A201 y 50% de G2X)
	Densidad aparente:	688,8 kg/m ³ (43 lb/ft ³)
40	Cantidad de mezcla:	55 kg/t por día de H ₂ (110 lb/TPD de H ₂)

ES 2 455 992 T3

	Adsorbente (región 3):	Carbón activado Takeda G2X
	Densidad aparente:	624,7 kg/m ³ (39.0 lb/ft ³)
	Cantidad de G2X:	56 kg/t por día de H ₂ (112 lb/TPD de H ₂)
	Adsorbente (región 4):	CaX(2.0)
5	Densidad aparente (CaX(2.0)):	662,0 kg/m ³ (41,33 lb/ft ³)
	Cantidad de CaX(2.0):	68,5 kg/t por día de H ₂ (137,38 lb/TPD de H ₂)
	Presión alta:	1,7 MPa (232 psig)
	Presión baja:	132 kPa (4,4 psig)
	Temperatura:	311K
10	Caudal de alimentación:	1.862 m ³ /h (65.778 SCFH)
	Caudal de producto:	1.189 m ³ /h (42.000 SCFH)
	BSF total:	217,02 kg/t por día de H ₂ (434,05 lb/TPD de H ₂) (SMR/IV2)
	IV2 VS PA:	100*(850,85-434,05)/850,85 = 49% de red. del BSF
	Pureza de H ₂ :	99,99%
15	Rec. de H ₂ :	84% (10,53% mayor recuperación de H ₂ en comparación con el PA)
	<p>Tabla 5 (IV1): Rendimiento de un procedimiento de PSA de cuatro lechos (alimentación SMR) que utiliza alúmina de alta densidad aparente (>608,7 kg/m³ (38 lb/ft³)) en la primera región del lecho, carbón activado G2X en las regiones 2 y 3, y zeolita VSA6 en la cuarta región (parte superior). Los resultados mostrados a continuación corresponden a la modelización de un procedimiento de PSA que usa una mezcla de alimentación de 75,83% de H₂, 0,72% de N₂, 3,35% de CH₄, 2,96% de CO y 17,14% de CO₂. La presión de adsorción es 1,7 MPa (232 psig), la presión de desorción es 132 kPa (4,4 psig), y en el ciclo PSA de cuatro lechos se utilizan doce etapas (véase las Tablas 2 y 3). A continuación se proporcionan detalles adicionales del procedimiento de PSA de seis lechos.</p>	
	Duración(es) del ciclo:	48 seg. (4,0 seg. para cada etapa)
	Adsorbente (región 1):	Alúmina
25	Densidad aparente (alúmina):	784,9 kg/m ³ (49,0 lb/ft ³)
	Cantidad de alúmina:	39,13 kg/t por día de H ₂ (78,26 lb/TPD de H ₂)
	Adsorbente (regiones 2 y 3):	Carbón activado Takeda G2X
	Densidad aparente:	624,7 kg/m ³ (39 lb/ft ³)
	Cantidad de G2X:	139,01 kg/t por día de H ₂ (278,02 lb/TPD de H ₂)
30	Adsorbente (región 4):	VSA6
	Densidad aparente (VSA6):	662,0 kg/m ³ (41,33 lb/ft ³)
	Cantidad de VSA6:	94,03 kg/t por día de H ₂ (188,06 lb/TPD de H ₂)
	Presión alta:	1,7 MPa (232 psig)
	Presión baja:	4,4 kPa (4,4 psig)
35	Temperatura:	311K
	Caudal de alimentación:	1.960 m ³ /h (69.234 SCFH)
	Caudal de producto:	1.189 m ³ /h (42.000 SCFH)
	BSF total:	272,17 kg/t por día de H ₂ (544.34 lb/TPD de H ₂) (caso de alimentación SMR/IV1)
	IV1 VS PA:	100*(850,85-544,34)/850,85 = 36,02% de red. del BSF

Pureza de H ₂ :	99,98%
Rec. de H ₂ :	80% (5,3% mayor recuperación de H ₂ en comparación con el PA)

5 Tabla 6 (técnica anterior, es decir, PA): Un ejemplo de las condiciones de funcionamiento y el rendimiento de un procedimiento de PSA que utiliza alúmina, carbón activado y zeolita 5A en un lecho de tres capas y del procedimiento de PSA con cuatro lechos de la Figura 4. Los resultados mostrados a continuación se obtuvieron a partir de los resultados de la simulación de la PSA que utiliza la mezcla de alimentación, en base seca: 75.83% de H₂, 17,14% de CO₂, 2,96% de CO, 3,35% de CH₄ y 0,72% de N₂. Además, el factor de tamaño total del lecho en la tabla es la cantidad total de adsorbentes por tonelada por día de H₂ producido.

Duración(es) del ciclo:	60
10 Adsorbente (región 1):	Alúmina
Cantidad de alúmina:	61,16 kg/t por día de H ₂ (122,32 lb/TPD de H ₂)
Adsorbente (regiones 2 y 3):	Carbón activado
Cantidad de carbón activado:	217,29 kg/t por día de H ₂ (434.58 lb/TPD de H ₂)
Adsorbente (región 4):	Zeolita 5A
15 Cantidad de zeolita 5A:	146,97 kg/t por día de H ₂ (293.93 lb/TPD de H ₂)
Presión alta:	1,7 MPa (232 psig)
Presión baja:	132 kPa (4,4 psig)
Caudal de alimentación:	2.039 m ³ /h (72.025 SCFH)
Caudal de producto:	1.189 m ³ /h (42.000 SCFH)
20 Pureza de hidrógeno:	99,9%
Recuperación de hidrógeno:	76,9%
Factor de tamaño total del lecho:	425,5 kg/t por día de H ₂ (851 lb/TPD de H ₂)
Temperatura:	311K

25 Se ha de admitir que los ejemplos antes mencionados utilizaron unas condiciones de funcionamiento similares en el procedimiento de PSA para ilustrar la mejora del rendimiento con el uso de CaX(2.0), VSA6 y un carbón activado de alta densidad aparente, en relación con los procedimientos de PSA de la técnica anterior que utilizan una zeolita 5A. Otras realizaciones que en el ciclo PSA utilizan más o menos adsorbentes pueden ser diseñadas fácilmente por los expertos en la técnica sin desviarse del alcance de esta invención.

30 La Figura 5 compara el rendimiento del procedimiento de PSA, obtenido por medio de simulaciones por ordenador, con el uso de los procedimientos de PSA de las Tablas 4-6. Téngase en cuenta que en el dibujo superior de la Figura 5, para aproximadamente la misma pureza de H₂ (99,99%), la recuperación de H₂ con el uso de una zeolita 5A (PA) es aproximadamente 76% (Tabla 6). Mediante el uso de los adsorbentes de esta invención, la recuperación de H₂ es aproximadamente 80% (Tabla 5, es decir, IV1) y 84% (Tabla 4, es decir, IV2), respectivamente. El diagrama inferior de la Figura 5 muestra el factor de tamaño total del lecho (BSF, siglas del inglés "bed size factor", en lb/TPD de H₂) obtenido con el uso de cada uno de los adsorbentes anteriormente mencionados y los procedimientos de PSA de las Tablas 4-6.

40 La Figura 6 muestra el factor de tamaño total del lecho (BSF, lb/TPD de H₂) obtenido con el uso de cada uno de los adsorbentes anteriormente mencionados y los procedimientos de PSA de las Tablas 4-6. El diagrama inferior muestra el porcentaje de reducción del factor de tamaño del lecho de esta invención (IV1 e IV2), en relación con la técnica anterior (PA). Téngase en cuenta que el IV1 proporciona una reducción de aproximadamente 35% sobre la técnica anterior (PA) y el IV2 proporciona una reducción de aproximadamente 50% del factor de tamaño del lecho, con relación a la técnica anterior (PA). La reducción del 50% del factor de tamaño del lecho en el IV2 implica que el IV2 sólo necesita la mitad del inventario de adsorbente con respecto al procedimiento de la técnica anterior (PA).

45 También se contemplan unas variaciones de la invención. Por ejemplo, la región/capa de cada lecho se puede sustituir con múltiples capas de diferentes adsorbentes. Por ejemplo, la capa adsorbente se puede sustituir por una capa adsorbente de material compuesto que contenga diferentes materiales adsorbentes situados en zonas separadas en las que las condiciones de temperatura favorezcan el rendimiento de la adsorción del material adsorbente particular bajo unas condiciones de proceso aplicables en cada zona. Notaro et al., en la patente de

EE.UU. N° 5.674.311, proporcionan detalles adicionales sobre el diseño de la capa absorbente de material compuesto.

5 Además, la consideración de los efectos dinámicos o de las tasas puede conseguir una mejora en el rendimiento del procedimiento de PSA. En particular, los adsorbentes seleccionados para las regiones 2-4 del lecho se pueden mejorar mediante el uso en esas regiones de adsorbentes de tasas más elevadas. Además, un adsorbente de mayor superficie específica/mayor porosidad y/o partículas más pequeñas proporciona unas cinéticas de adsorción/desorción más elevadas. Además, en la región 4 del lecho es deseable un material de una tasa mayor, tal como el LiX(2.0) sin aglomerante. Este material se puede colocar en toda la zona (región 4) o en la parte superior de la región 4. El adsorbente usado en la región 4 del lecho (por ejemplo, el CaX) se puede hacer digerir cáusticamente (c.d.) para producir adsorbentes con diferentes tasas de adsorción/desorción. Además, para mejorar la tasa, aquí también se pueden emplear partículas más pequeñas. En la práctica de esta invención, en las regiones 2-4 del lecho se prefieren los adsorbentes que tienen unos diámetros en el intervalo de 0,5-2,0 mm.

15 Aunque los procedimientos de PSA anteriores se comentan en relación con la producción de H₂, los adsorbentes recomendados también pueden ser aplicables en otros procedimientos de separación. Los ejemplos incluyen la recuperación de helio a partir de gas natural o de fuentes criogénicas (por ejemplo, NRU/HRU), la producción de CO₂ a partir de gas de síntesis, o en otros procedimientos de PSA para producir H₂ y CO, o H₂ y CO₂ a partir de diversas mezclas que contienen estos componentes. Además, el procedimiento de PSA de esta invención también se puede utilizar con un gas de alimentación que contiene hidrógeno y que contiene impurezas adicionales, tales como oxígeno y argón.

20 Las características específicas de la invención se muestran en uno o más de los dibujos, sólo por conveniencia, ya que cada característica se puede combinar con otras características de acuerdo con la invención.

REIVINDICACIONES

- 1.- Un lecho adsorbente que comprende:
- a) una primera capa de adsorbente adaptado para la eliminación de agua;
 - 5 b) una segunda capa de adsorbente que comprende una mezcla de adsorbentes fuertes y débiles para el CO₂ y el CH₄, en donde al menos un componente de dicha mezcla tiene una densidad aparente mayor o igual que 512,6 kg/m³ (32 lb/ft³);
 - c) una tercera capa de adsorbente que comprende un adsorbente que tiene una densidad aparente mayor o igual que 512,6 kg/m³ (32 lb/ft³); y
 - 10 d) una cuarta capa de adsorbente que tiene una constante de la ley de Henry para el N₂ mayor que 1,5 mmol/g·bar.
- 2.- El lecho adsorbente de la reivindicación 1 en donde dicha primera capa de adsorbente se selecciona de los grupos que consisten en alúmina, gel de sílice, silicalita y zeolitas; comprendiendo dicha segunda capa de adsorbentes una mezcla de alúmina con carbón activado o zeolita; comprendiendo dicha tercera capa de adsorbente carbón activado.
- 15 3.- El lecho adsorbente de la reivindicación 1, en el que dicha cuarta capa de adsorbente se selecciona del grupo que consiste en VSA-6, KE-H650, KE-J407, CaX(2.0), LiX(2.0) (>86% de Li), LiCaX(2.0) y LiX(2.0) sin aglomerante (>86% de Li), donde (2.0) se refiere a la relación de SiO₂/Al₂O₃.
- 20 4. El lecho adsorbente de la reivindicación 1, en donde dicha mezcla de la etapa b) contiene un carbón activado que tiene una densidad aparente de al menos 608,7 kg/m³ (38 lb/ft³) y en donde dicha cuarta capa de adsorbente tiene una constante de la ley de Henry para el N₂ de al menos 2,3 mmol/g·bar.
- 5.- El lecho adsorbente de la reivindicación 1 en donde la zeolita de la segunda capa es una zeolita X, y en donde dicho lecho adsorbente se utiliza para la purificación de hidrógeno.
- 25 6.- Un procedimiento para la purificación de una corriente gaseosa que contiene más de 50% en moles de hidrógeno, e impurezas que incluyen agua, CO₂, CH₄, CO y N₂, comprendiendo dicho procedimiento hacer pasar dicha corriente gaseosa sobre el lecho adsorbente de cualquiera de las reivindicaciones 1-5.

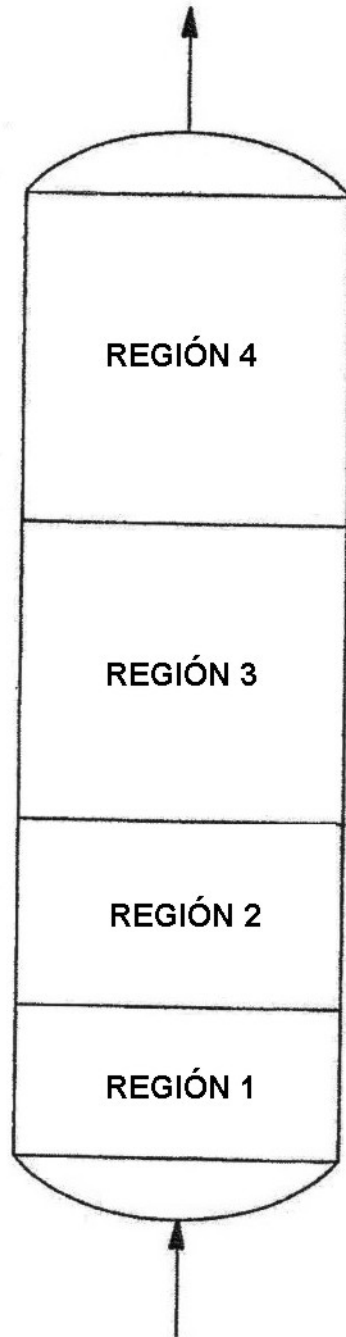


FIG. 1

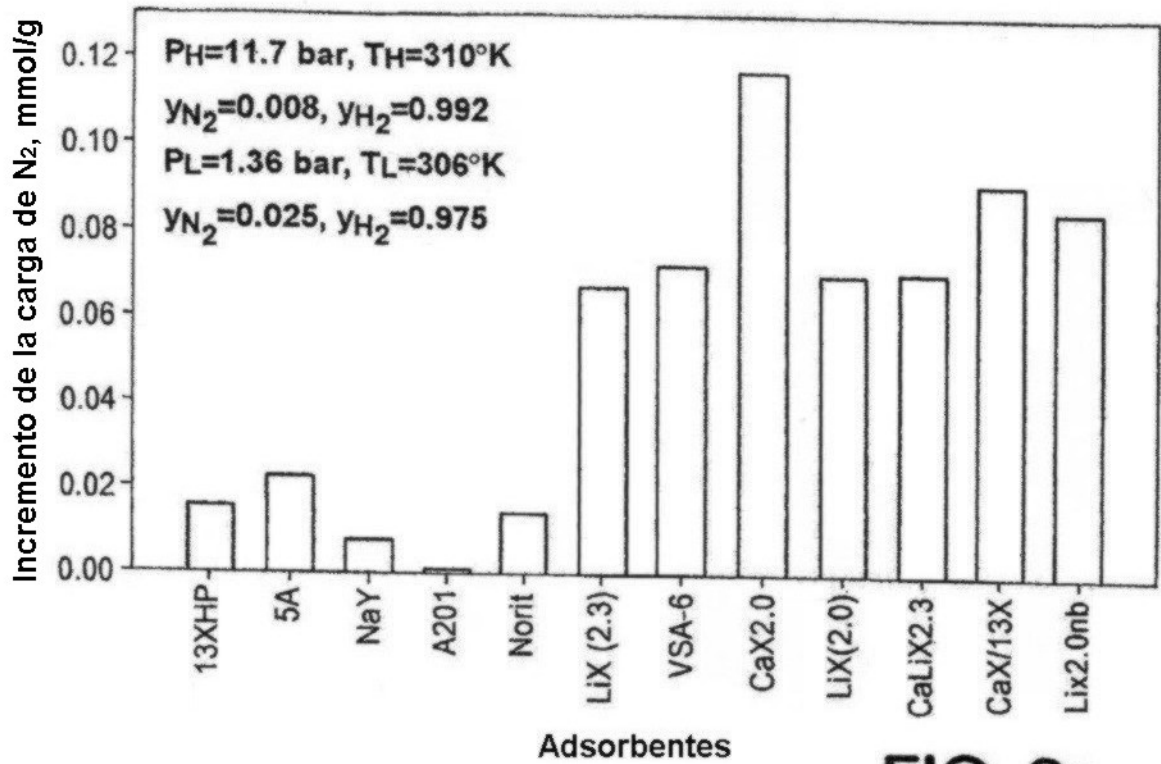


FIG. 2a

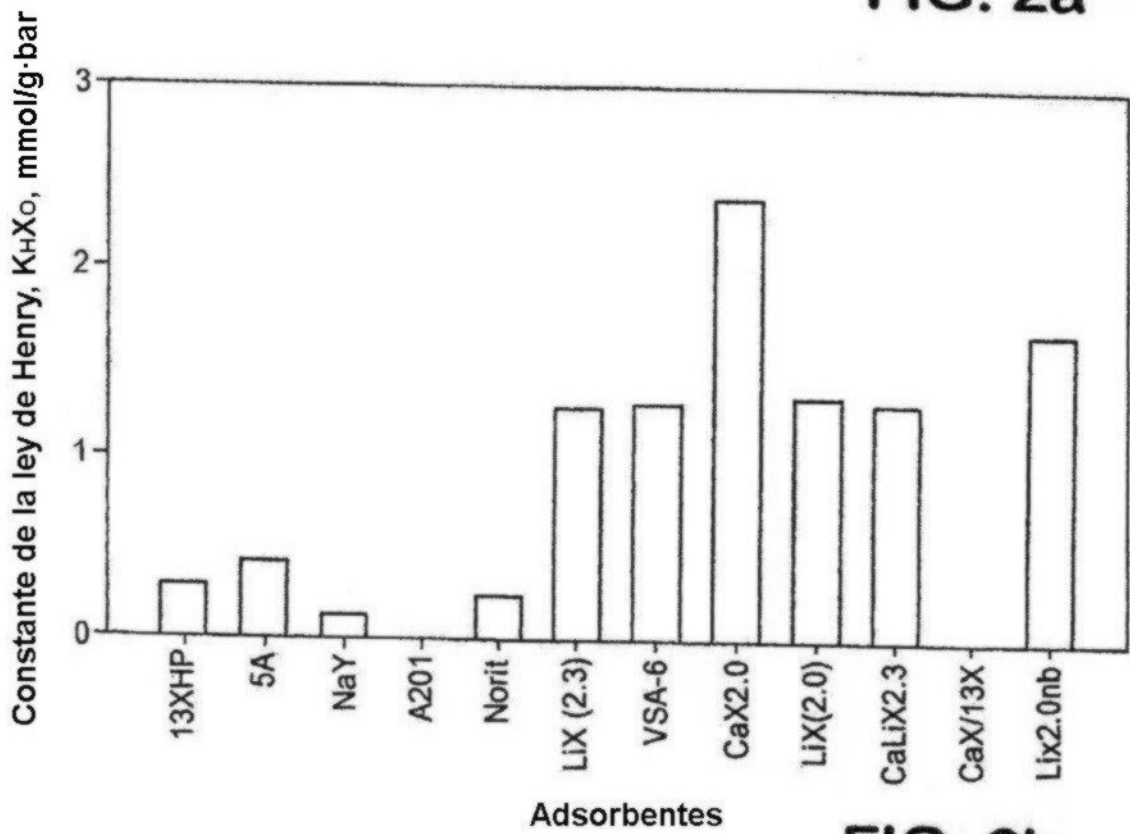
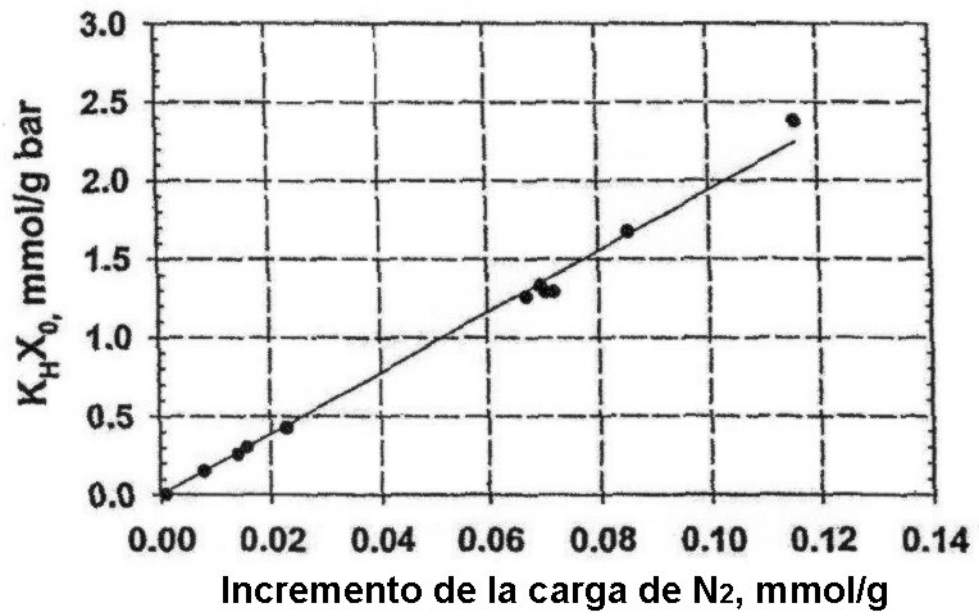


FIG. 2b

**FIG. 3**

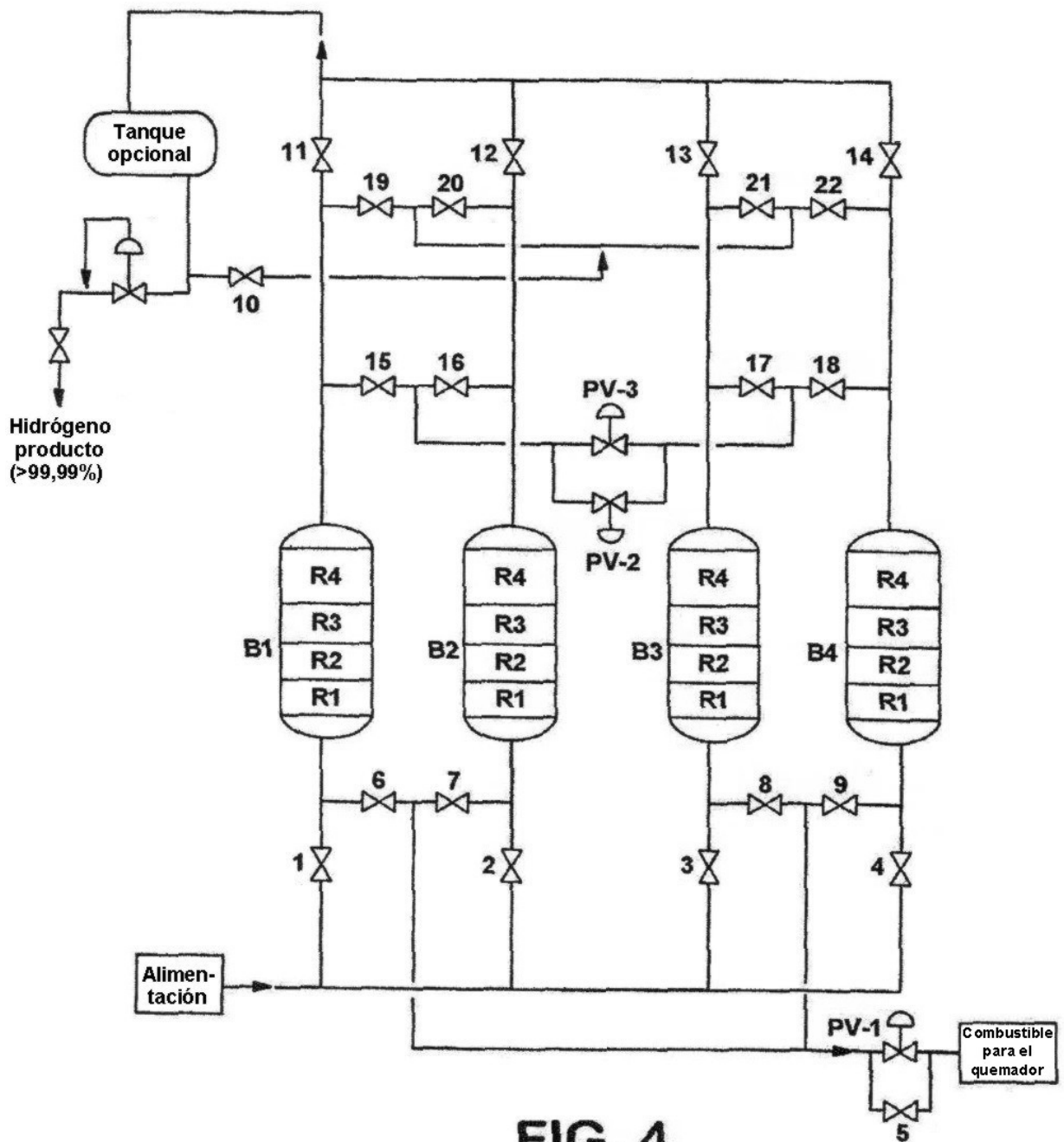


FIG. 4

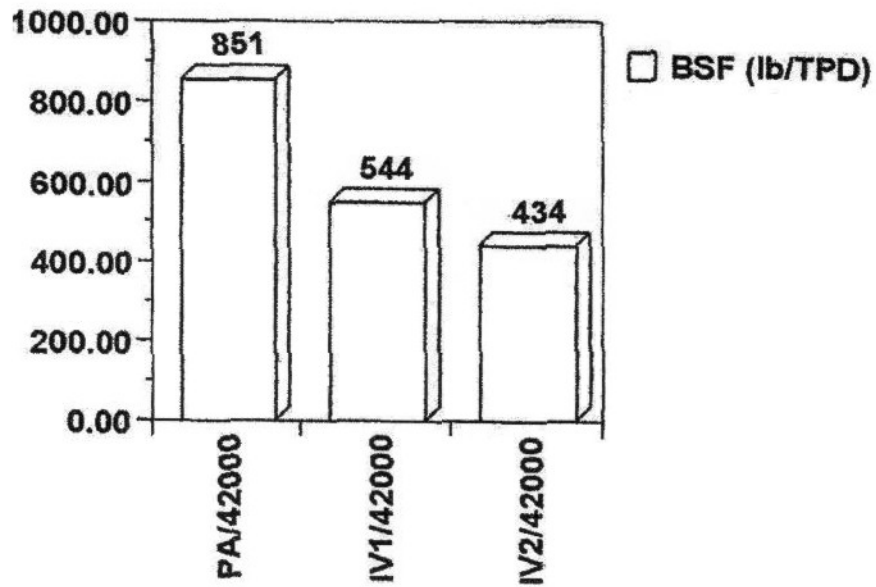
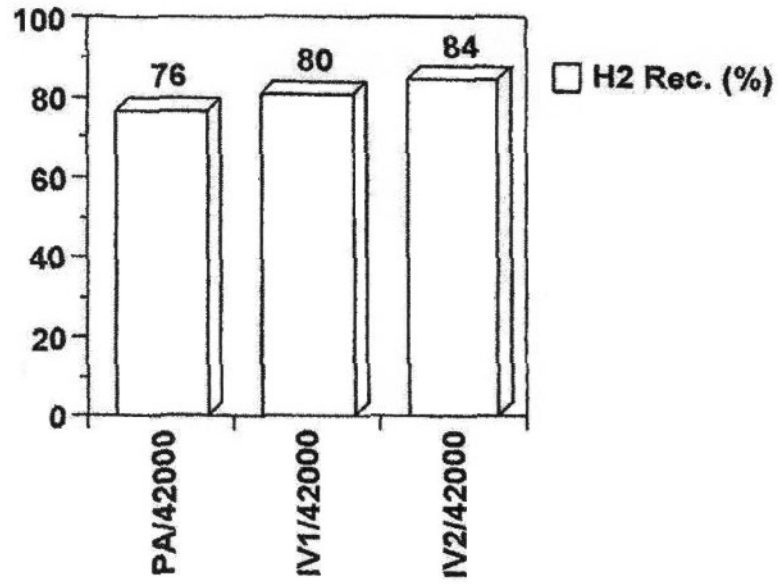


FIG. 5

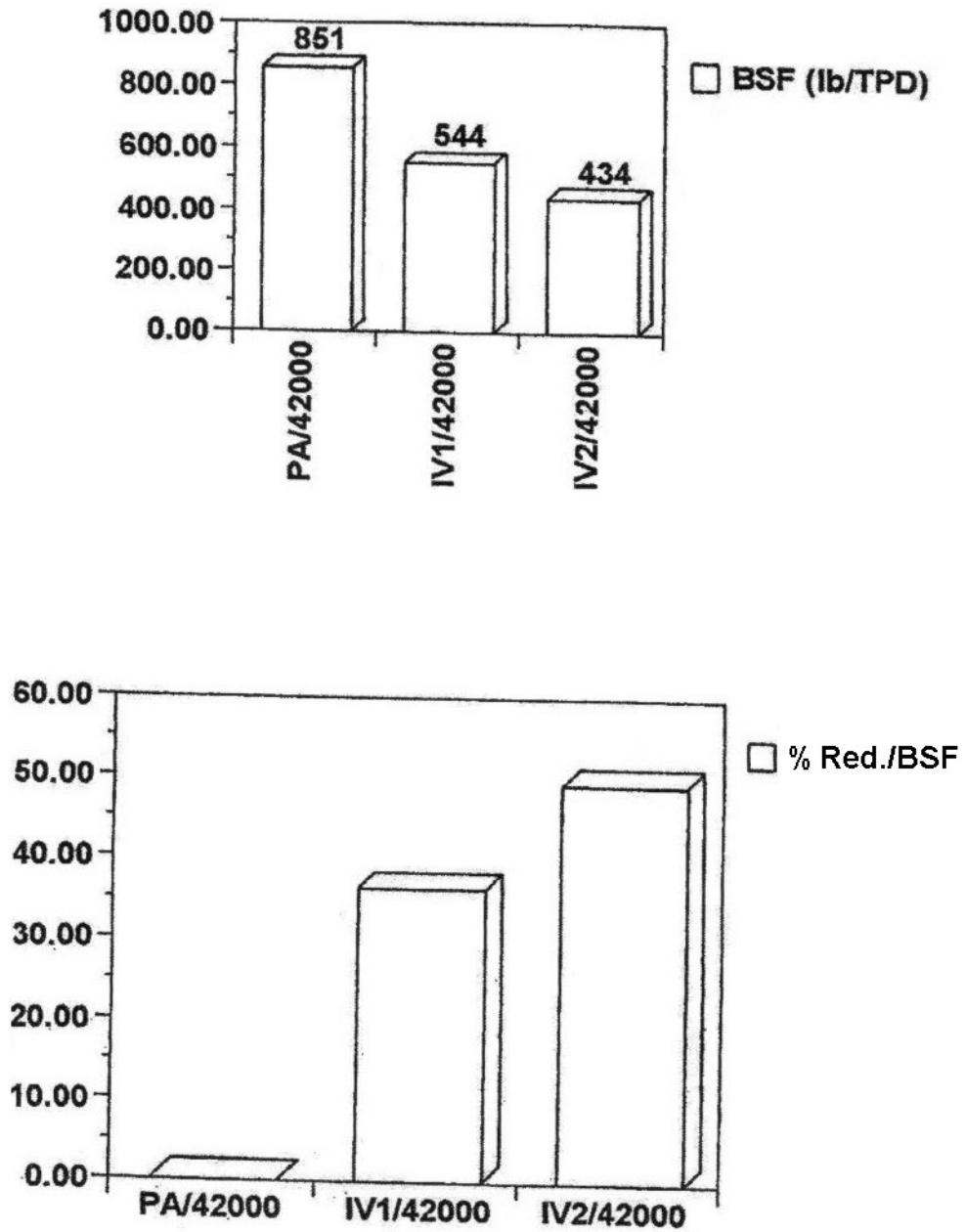


FIG. 6