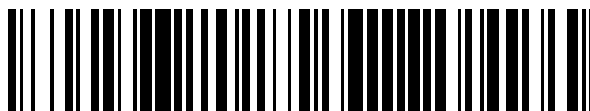


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 510 547**

51 Int. Cl.:

**B01D 53/047** (2006.01)

**B01J 19/02** (2006.01)

**B01J 20/08** (2006.01)

**B01J 8/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.01.2008 E 08706294 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.07.2014 EP 2125162**

54 Título: **Capas de protección para dispositivos de absorción con oscilación de presión de ciclo rápido**

30 Prioridad:

**24.01.2007 US 886486 P**

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

**21.10.2014**

73 Titular/es:

**AIR PRODUCTS AND CHEMICALS, INC. (100.0%)  
7201 Hamilton Boulevard  
Allentown, PA 18195-1501, US**

72 Inventor/es:

**BOULET, ANDRE;  
CHIU, AMY;  
SELLARS, BRIAN G. y  
GIBBS, ANDREA C.**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 510 547 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

Capas de protección para dispositivos de absorción con oscilación de presión de ciclo rápido

## 5 REFERENCIA CRUZADA RELACIONADA CON LA SOLICITUD

La presente solicitud reivindica el beneficio de la solicitud provisional No. 60/886486, presentada el 24 de enero de 2007.

## CAMPO

10 La presente descripción se refiere a realizaciones de un procedimiento para proteger lechos en dispositivos de absorción con oscilación de presión de ciclo rápido (RCPSA) contra la contaminación. En particular, se refiere al diseño de capas de protección para ser empeladas en el extremo de alimentación de los lechos.

## ANTECEDENTES

15 Dispositivos de absorción con oscilación de presión (PSA) se utilizan para separar al menos un componente absorbido preferentemente de al menos un componente menos fácilmente absorbido en una mezcla de fluido de alimentación. La separación de gases por PSA se logra por ciclado de presión sincronizada y reversiones de flujos gaseosos a través de una serie de lechos de absorción que absorben los componentes preferentemente absorbidos en la mezcla de gas de alimentación. Durante cada ciclo, una mezcla de gas de alimentación presurizado se introduce primero en el extremo de alimentación de los lechos de absorción. El/los componente/s menos fácilmente absorbido/s pasan a través de los lechos de absorción mientras que el/los componente/s preferentemente absorbido/s son absorbidos. Por lo tanto, el gas tomado desde el extremo opuesto al extremo de alimentación del lecho (es decir, el extremo de producto) se concentra en el/los componentes menos fácilmente absorbido/s. El absorbente en los lechos se regenera más tarde en el ciclo cerrando el suministro de mezcla de gas de alimentación presurizado, reduciendo la presión en el lecho desorbiendo de ese modo el/los componentes absorbido/s preferentemente, y expeliendo o purgando los mismos de la cama.

Un ciclo de PSA simple puede por lo tanto involucrar una etapa de presurización simple en la que el gas concentrado en componente/s absorbido/s menos fácilmente se obtiene a partir del extremo de producto de los lechos, y una etapa de despresurización en la que el gas concentrado en componente/s absorbido/s fácilmente es evacuado desde el extremo de alimentación del lecho. Sin embargo, para mejorar la pureza, el rendimiento, y la eficiencia, en la técnica típicamente se emplean ciclos de PSA complejos. Estos ciclos más complejos utilizan los flujos gaseosos de presurización y despresurización entre los extremos de alimentación y producto de los lechos absorbentes en las distintas etapas del ciclo. Se requieren múltiples lechos de absorción para estos ciclos de PSA más complejos

Los dispositivos PSA comerciales convencionales actualmente emplean absorbentes de lecho fijo en forma de perlas o pélets de aproximadamente 1 mm a 4 mm de tamaño. Con el fin de alcanzar velocidades de ciclo más altas, las velocidades de gas dentro de los lechos absorbentes deben aumentar, en particular para dispositivos con múltiples lechos absorbentes. La velocidad de ciclo máximo para tales dispositivos PSA de lecho con perlas convencionales está sin embargo limitada por factores tales como la fluidización de perlas, desgaste, y también en cierta medida las velocidades de funcionamiento de válvula y durabilidad de la válvula.

45 recientemente se han desarrollado dispositivos PSA de ciclo rápido (RCPSA), que operan en velocidades de ciclo superiores a aproximadamente 2 ciclos por minuto. El uso de lechos absorbentes estructurados que comprenden hojas laminadas de absorbente inmovilizados evita los problemas de fluidificación de perlas y desgaste y también permite la disminución de las caídas de presión en los lechos. El uso de dicho absorbente de hoja laminada, combinado con el uso de válvulas rotativas compactas de alta velocidad permite velocidades de ciclo de PSA que deben alcanzarse a altas eficiencias.

50 Las Patentes Estadounidenses número 4.968.329 y 5.082.473 y la Publicación número 2002-0170436 divulgan realizaciones preferentes para un lecho RCPSA que comprende hojas absorbentes hoja bobinadas en espiral de 1 mm o menos de espesor. Una hoja absorbente se bobina en espiral junto con una hoja separadora, por ejemplo, una hoja separadora de malla de alambre, de manera que la hoja separadora define canales de flujo entre las hojas adyacentes de absorbente. La Patente Estadounidense número 5.082.473 sugiere que la relación de espesor de absorbente de media hoja y separación de canal (b/t) está deseablemente cerca de la unidad, pero podría ser entre 0,5 y 2,0, o en otras palabras, la separación de canal podría estar en algún lugar entre 0,25 a 1 del espesor de la hoja absorbente. Esto implica entonces que la fracción de canal en el lecho (donde la fracción de canal se define como la relación entre el volumen del canal y el volumen total del lecho) es menor que 50%.

60 En muchas aplicaciones de PSA, las corrientes de alimentación pueden contener pequeñas cantidades de contaminantes que son aún más preferentemente absorbidos en el absorbente que los componente/s destinados a ser absorbidos. Dichos contaminantes pueden caracterizarse la absorción muy fuerte, y en ocasiones irreversible, y pueden desactivar o envenenar el absorbente degradando así su capacidad y selectividad y por lo tanto su capacidad de funcionar adecuadamente. Por ejemplo, las zeolitas de baja relación de sílice y alúmina, de intercambio de iones, alta selectividad de nitrógeno, se utilizan comúnmente en la separación de oxígeno del aire,

pero estas zeolitas son muy sensibles a los contaminantes de agua en la corriente de alimentación.

Varios procedimientos pueden utilizarse en PSA convencional para eliminar los contaminantes de la corriente de gas de alimentación y por lo tanto proteger contra la degradación del lecho absorbente. Estos incluyen la limpieza corriente arriba del gas de alimentación (por ejemplo, enfriamiento del gas de alimentación seguido por condensación corriente arriba del dispositivo PSA) o absorción en lechos de protección regenerables (que se colocan típicamente en el extremo de alimentación dentro de la misma carcasa absorbente del dispositivo PSA). Los lechos de protección sirven para absorber virtualmente todo el contaminante de la corriente de alimentación antes de que alcance el lecho de absorbente primario. Y, los lechos de protección se regeneran al mismo tiempo que el lecho de absorbente primario en el ciclo PSA típico. Para la eliminación de contaminantes de agua de una corriente de alimentación, típicamente se utiliza un desecante como una capa de protección en el extremo de alimentación de los lechos.

Las capas de protección para el control de contaminantes dentro de un lecho de PSA no contribuyen con el proceso de absorción primaria y por lo tanto añaden efectivamente volumen muerto no deseado en el lecho de PSA. Preferentemente, el espacio vacío en los extremos de los lechos de absorbente debe ser minimizado para una mejor recuperación. Por tanto, es deseable minimizar la longitud y volumen vacío interno de tales capas de protección, eliminando aún efectivamente al mismo tiempo los contaminantes en la corriente de alimentación. En la técnica anterior, esto se hace generalmente mediante la maximización de la cantidad de material absorbente de protección presente en la capa de protección permitiendo al mismo tiempo un flujo aceptable de gas a través de la capa de protección. En aplicaciones de PSA que emplean absorbentes de zeolita en que el agua es un contaminante primario, típicamente de 5 a 30% del lecho absorbedor está ocupado por una capa de protección que contiene alúmina, gel de sílice, carbón activado, o una combinación de éstos. El gas de alimentación se seca hasta 0,1 a 5 ppm de vapor de agua antes de ponerse en contacto con las capas absorbentes de zeolita.

Los dispositivos PSA convencionales son menos sensibles a la presencia de contaminantes en la corriente de alimentación que los dispositivos RCPSA de ciclo más rápido desarrollados recientemente. Los primeros tienen lechos de absorción relativamente más grandes sobre los que debe producirse la difusión de contaminantes y tienen inventario de absorbente relativamente más grande de modo que si una cantidad dada se desactiva, la misma representa una fracción más pequeña del total. Además, la tasa de deterioro depende del número acumulado de ciclos experimentados, que es menor para los dispositivos PSA convencionales durante un período de tiempo dado.

Experimentalmente se observó sensibilidad inesperada de los dispositivos RCPSA a los contaminantes de la corriente de alimentación en la Patente Estadounidense número 7.037.358. También se dieron a conocer varios procedimientos en la misma para proteger los dispositivos RCPSA contra los contaminantes y en particular contra el agua. Por ejemplo, el uso de capas de protección, similar en diseño a las capas absorbentes primarias, se empleó en el extremo de alimentación de los lechos de absorción. Las capas generalmente se describen como delgadas y con una elevada área superficial, teniendo los canales de flujo radio hidráulico estrecho con el fin de superar las limitaciones de transferencia de masa. Es necesario reducir la longitud de los canales de flujo estrechos con el fin de mantener una baja caída de presión deseable en todo el lecho de protección.

#### COMPENDIO

La presente invención se refiere a realizaciones de un procedimiento perteneciente a lechos de absorción en los dispositivos RCPSA y en la protección de los lechos contra la contaminación. En concreto, se refiere al diseño de capas de protección empleadas en el extremo de alimentación de los lechos. Dichas capas de protección preferentemente absorben componentes contaminantes (por ejemplo, agua) del gas de alimentación y los evacúan cuando el flujo se revierte en el lecho durante la etapa de evacuación o purga del ciclo RCPSA.

Se ha descubierto que el desempeño de la capa de protección se puede mejorar realmente empleando menos absorbente de protección y empleando en vez construcciones que proporcionan una mayor accesibilidad para la absorción de los contaminantes.

De acuerdo a un primer aspecto de la invención se proporciona un procedimiento para proteger lechos en un dispositivo RCPSA contra la contaminación, comprendiendo el dispositivo RCPSA al menos un lecho de absorción y una capa de protección en un extremo de alimentación del lecho de absorción, comprendiendo la capa de protección una hoja laminada que comprende un absorbente de protección, en el que el procedimiento comprende:

emplear una fracción de canal en la capa de protección mayor que 50%, estando la fracción de canal definida como 1 menos la fracción de hoja absorbente, estando la fracción de hoja absorbente definida como el volumen de la hoja laminada dividido por el volumen de la capa de protección; y  
 introducir una superficie texturada a la hoja laminada, introduciendo de ese modo espacios vacíos superficiales a la hoja laminada, estando los espacios vacíos superficiales definidos como el volumen definido por el espesor pico a pico  $T_A$  de la hoja laminada menos el volumen de la envoltura de la hoja laminada, en el que una fracción del espacio vacío superficial de la hoja laminada está entre 20 y 50%, estando la fracción del espacio vacío superficial definida como el volumen de los espacios vacíos superficiales dividido por la suma del volumen de la hoja laminada más el volumen de los espacios vacíos superficiales.

Un lecho de absorción de la invención es para su uso en un dispositivo PSA, particularmente un dispositivo RCPSA, y tiene una capa de protección en el extremo de alimentación del lecho. La capa de protección comprende una hoja laminada y la hoja comprende un absorbente de protección. Se utiliza menos absorbente de protección en la capa de protección y existe un correspondiente incremento en el volumen de canal o fracción en la capa de protección. La fracción de canal de la capa de protección es mayor que 50%, y típicamente está entre 50% y 75%. En ciertas realizaciones divulgadas la fracción de canal de la capa de protección es mayor que 50% hasta al menos 75%.

Un contaminante común en muchas aplicaciones de RCPSA es agua. En tales aplicaciones, el absorbente de protección empleado puede ser o incluir un desecante tal como alúmina activada.

La hoja laminada puede caracterizarse en un espesor entre aproximadamente 5 y 200 micrómetros y una relación de área superficial/ (volumen de la capa de protección) mayor que aproximadamente 5000 metros cuadrados por metro cúbico.

Para mejorar el desempeño de la capa de protección, la superficie de la hoja laminada es texturada introduciendo de ese modo un espacio vacío superficial a la hoja laminada. Este espacio vacío superficial está entre aproximadamente 20 y 50%. La hoja laminada puede fabricarse utilizando una malla de alambre. Un procedimiento para texturar la superficie de la hoja es recubrir una malla de alambre apropiada con una suspensión de bajo contenido de sólidos (es decir "demasiado aguada") del material absorbente de protección.

La capa de protección puede fabricarse bobinado en espiral la hoja laminada y una hoja separadora juntas. La hoja separadora puede comprender una malla de alambre.

La invención es preferente para los dispositivos RCPSA que operan en velocidades de ciclo mayores que aproximadamente 5 ciclos por minuto.

Un procedimiento experimental también ha sido desarrollado para probar la eficacia de las capas de protección y por lo tanto para ayudar en la determinación de los parámetros de funcionamiento adecuados para un dispositivo RCPSA. El procedimiento comprende proporcionar una serie de puertos de muestreo de gas en varios lugares a lo largo de la longitud de un lecho de prueba que se somete a ciclado por RCPSA y determinar la concentración de los componentes contaminantes en estas ubicaciones usando instrumentos de muestreo apropiados (por ejemplo, analizador de humedad, cromatógrafo de gases).

#### BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La FIGURA 1 es un esquema de un sistema RCPSA que comprende 2 lechos bobinados en espiral con capas de protección para los absorbentes en cada lecho. También se muestran sensores de muestreo ilustrativos para probar la eficacia de las capas de protección.

La FIGURA 2 es una sección transversal esquemática de una capa de protección que comprende una hoja laminada texturada bobinada en espiral y separador de malla de alambre.

La FIGURA 3 es un gráfico de la distancia desde la entrada de alimentación (pulgadas) frente a la concentración de agua (ppm) que muestra la concentración de agua frente a la distancia desde el extremo de alimentación para las capas de protección inventivas ensayadas en los Ejemplos

La FIGURA 4 es un gráfico de la distancia desde la entrada de alimentación (pulgadas) frente a la concentración de agua (ppm) que muestra la concentración de agua frente a la distancia desde el extremo de alimentación como una función de la relación de alimentación / producto (A/P) para una de las capas de protección inventivas ensayadas en los Ejemplos.

La FIGURA 5 es un gráfico de la distancia desde la entrada de alimentación (pulgadas) frente a la concentración de agua (ppm) que muestra la concentración de agua frente a la distancia desde el extremo de alimentación como una función de la velocidad del ciclo para una de las capas de protección inventivas ensayadas en los Ejemplos

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA

Salvo que se defina expresamente lo contrario, todos los términos científicos y técnicos utilizados aquí tienen el significado conforme a lo comúnmente entendido por una persona con experiencia ordinaria en esta técnica.

El desempeño de la capa de protección en los dispositivos RCPSA puede mejorarse empleando construcciones en base a hojas laminadas en las que se utiliza menos absorbente de protección que lo que se utiliza generalmente en las capas absorbentes basadas en hojas laminadas. Las capas de protección mejoradas se caracterizan por fracciones de canal que son mayores que 50%.

La FIGURA 1 muestra un esquema de un sistema RCPSA simple 1 que comprende dos lechos bobinados en espiral 2 con capas de protección para los absorbentes en cada lecho. Los lechos 2 comprenden cada uno una capa absorbente primaria 3 para separar los componentes principales en la mezcla de alimentación de gas y también una capa de protección 4, para proteger la capa absorbente primaria 3 de contaminantes presentes en la mezcla de gas de alimentación. Una mezcla de gas de alimentación 5 se proporciona alternativamente a los extremos de

alimentación de cada lecho 2 a través de la válvula rotativa final de alimentación. El producto gaseoso 7 alternativamente se obtiene a partir de los extremos de producto de cada lecho 2 a través de la válvula rotativa final de producto 8. En este sistema simple, el gas de escape 9 se ventea a partir de los extremos de alimentación de lechos 2 a través de la válvula rotativa 6 durante la etapa de regeneración en el ciclo RCPSA. También se muestran en la FIGURA 1 sensores de muestreo 10 ilustrativos que se pueden utilizar para probar la eficacia de las capas de protección en dispositivos experimentales RCPSA.

En realizaciones comerciales, las capas absorbentes primarias 3 pueden en realidad comprender más de un material absorbente con el fin de separar más de un componente principal en la mezcla de gas de alimentación. Los diferentes materiales absorbentes pueden estar configurados en forma secuencial a lo largo de la capa absorbente 3 (es decir, en una serie de capas absorbentes). De una manera similar, las capas de protección 4 también pueden comprender más de un material protector para los propósitos de la eliminación de múltiples contaminantes de la mezcla de gas de alimentación. Una vez más, los diferentes materiales de protección pueden estar configurados en forma secuencial a lo largo de las capas de protección 4. Por ejemplo, en aplicaciones en las que se pueden encontrar una amplia gama de temperaturas de funcionamiento, múltiples capas de protección pueden ser necesarias para eliminar uno o más contaminantes de la mezcla de gas de alimentación.

En el dispositivo RCPSA de la FIGURA 1, las capas absorbentes 3 comprenden una hoja absorbente laminada porosa que contiene un absorbente apropiado que es bobinado en espiral junto con una hoja separadora apropiada. La hoja separadora es incluida para definir los canales para que el gas fluya y acceda a ambos lados de la hoja absorbente laminada bobinada. El espesor de las hojas absorbentes laminadas típicas está en el intervalo de 5 a 200 micrómetros. La altura o separación de los canales formados por la hoja separadora es convencionalmente menos de o igual al espesor de la hoja absorbente laminada.

En una realización de la presente invención, las capas de protección 4 también comprenden una hoja laminada porosa que contiene un absorbente de protección apropiado que es bobinado en espiral junto con una hoja separadora apropiada. Aquí, sin embargo, los canales definidos por la hoja separadora ocupan más del 50% del volumen.

La FIGURA 2 muestra una sección transversal esquemática de cerca de la capa de protección 4. La vista mostrada es paralela al eje de bobinado. Son visibles en la FIGURA 2 dos vientos adyacentes de hoja de absorbente de protección laminada 15 separados por la hoja separadora 16 (Téngase en cuenta que los vientos son, por supuesto curvados pero esto no es tan evidente en la vista de cerca que se muestra en la FIGURA 2). La hoja absorbente 15 es una hoja porosa que comprende partículas de absorbente de protección y un aglutinante adecuado recubierto sobre un soporte de malla metálica de alambre tejido. La FIGURA 2 muestra la envoltura definida por la hoja absorbente porosa 15 (La envoltura es una superficie teórica que encierra los sólidos en la hoja 15 y que une las aberturas de sus poros). La hoja 15 que se muestra en la FIGURA 2 tiene una superficie texturada u "ondulada" 15a. El espesor  $T_A$  es el espesor de la hoja absorbente 15, medida de pico a pico en la superficie con textura. La hoja separadora 16 es una malla metálica de alambre tejido. La FIGURA 2 muestra la envoltura definida por la hoja separadora 16. El espesor  $T_S$  es el espesor de hoja separadora 16 según lo medido de pico a pico en la envoltura de la hoja separadora. La hoja absorbente 15 físicamente contacta la hoja separadora 16 en una pluralidad de ubicaciones. Sin embargo, la texturización significativa de la hoja absorbente 15 crea espacios vacíos relativamente grandes entre los dos sobres, representados en la FIGURA 2 como espacios vacíos superficiales 17. Aquí, la fracción de canal se define como 1 menos la fracción de hoja absorbente, donde la fracción de hoja absorbente es igual al volumen dentro de la envoltura de hoja absorbente 15 dividido por el volumen total de capa de protección. Con referencia a la FIGURA 2, la fracción de canal es de ese modo igual que (volumen de canal / volumen total), donde el volumen del canal es igual al volumen dentro de la envoltura de malla separadora más el volumen de los espacios vacíos superficiales. (El volumen relativamente pequeño ocupado por los alambres en la misma malla separadora está de este modo aún incluido en el volumen del canal.) En las capas de protección 4 de la invención, la fracción de canal es mayor que 50% y típicamente entre 50% y 75%.

Los espesores  $T_A$  y  $T_S$  se miden fácilmente utilizando un micrómetro. Una estimación del espacio vacío superficial se puede hacer mediante la estimación del espesor efectivo de las hojas a través de microscopía óptica de las muestras en sección transversal. Un procedimiento preferente sin embargo se basa en una prueba de desplazamiento de líquido. Para este procedimiento, una muestra de prueba de la hoja absorbente tiene sus poros llenos con un líquido tal como agua. La hoja absorbente llenada con agua se sumerge luego en un segundo líquido que es inmisible con agua (por ejemplo, clorofluorocarbono), y se determina el volumen del segundo líquido desplazado. El volumen desplazado es de este modo el volumen dentro de la envoltura y el espacio vacío superficial se calcula entonces como la diferencia entre el volumen incluyendo los espacios vacíos superficiales (es decir, área  $T_A^*$  de la muestra de hoja) menos el volumen dentro de la envoltura de hoja absorbente (es decir, volumen del segundo líquido desplazado).

La elección del material absorbente de protección depende de la aplicación de separación. Los materiales comunes adecuados para su uso como absorbentes de protección incluyen alúmina activada, geles de aluminosilicato, geles de sílice, zeolitas (por ejemplo, zeolita y o zeolitas de sílice superiores), carbón activado, tamices moleculares de carbono y combinaciones de estos materiales. También comúnmente se puede utilizar una combinación de materiales, por ejemplo, alúmina activada más una zeolita tal como 5A y/o 13X. El agua es un contaminante común

en aplicaciones de PSA y los absorbentes de protección adecuados para el agua incluyen desecantes tal como alúmina activada.

5 En los dispositivos RCPSA, se ha descubierto que el tener mayor acceso al material absorbente de protección es más importante que tener una mayor masa de material. El diseño de fracción de canal más grande proporciona una mayor accesibilidad. Una medida de accesibilidad es la relación de área superficial y volumen ( $SA / V$ ) de la capa de protección (donde el área superficial a la cual se hace referencia es aquella de la envoltura de hoja no las mismas partículas absorbentes, y el volumen es el de la capa de protección y de ese modo comprende tanto la hoja de absorbente de protección hoja y el canal). A medida que la relación  $SA/V$  aumenta, el espesor de la hoja de absorbente de protección disminuye necesariamente. Es difícil medir el área superficial de la envoltura de una hoja texturada como la representada en la FIGURA 2. Así, en los siguientes ejemplos, la relación  $SA / V$  se determinó suponiendo que la hoja de absorbente de protección era una hoja lisa con espesor  $T_A$ . Allí,  $SA / V$  de la capa de protección fue mayor que aproximadamente 5.000 metros cuadrados por metro cúbico.

15 Texturizar la superficie de la hoja de absorbente de protección aumenta aún más la accesibilidad y eficacia de la capa de protección. Además, el aumento en el volumen del canal introducido por los espacios vacíos superficiales resulta en una reducción en la caída de presión en toda la capa de protección y por lo tanto una mejora en el rendimiento.

20 La superficie de hoja fácilmente puede ser texturada mediante el recubrimiento en red de una malla de alambre adecuada con una suspensión con bajo contenido de sólidos (es decir, viscosidad baja o "aguado"). Preferiblemente, la malla de alambre se teje y por lo tanto tiene un patrón repetitivo. Cuando se recubren, la suspensión padea en las aberturas de la malla tejida antes del secado, introduciendo de ese modo textura a la superficie final seca. La textura (por ejemplo, amplitud y período) son principalmente funciones de las características de suspensión (por ejemplo, viscosidad) y patrón de tejido (por ejemplo, separación de alambre en el tejido). De esta manera, las fracciones de espacios vacíos superficiales entre aproximadamente 20 y 50% pueden ser fácilmente introducidas en la capa de protección.

30 Obsérvese que los capas de protección 4 se someten a chorros de gas de alimentación a alta velocidad durante la etapa de alimentación en el ciclo de RCPSA, lo que puede resultar en la erosión en un número muy grande de ciclos. Para protegerlos, se puede utilizar placa perforada de múltiples capas o disruptores de chorro / distribuidores de flujo de tipo malla (que no se muestran en la FIGURA 1) corriente arriba de y adyacente a los capas de protección 4 para redistribuir el flujo de gas en toda la cara de entrada del lecho de protección. Se puede utilizar por ejemplo una combinación de malla metálica gruesa (por ejemplo, malla 10) y malla metálica fina (por ejemplo, malla 325). La primera proporciona soporte estructural y interrupción/redistribución de chorro grueso mientras que la segunda ofrece interrupción / redistribución de chorro fino.

35 Los dispositivos RCPSA operan a velocidades de ciclo superiores a aproximadamente 5 ciclos por minuto, significativamente mayores que los dispositivos PSA convencionales. Las velocidades de gases a través de la capa de protección y la caída de presión por unidad de longitud también son, por tanto, mayores. Cuando se opera a un nivel de alta recuperación de producto, otra consideración es la relación de alimentación y volumen de gas producto a requerida para el desempeño adecuado de la capa de protección.

45 La relación de volumen de gas producto y alimentación es una medida que se aproxima a los volúmenes de gases que pasan por encima de la capa de protección en direcciones opuestas durante las partes de regeneración y alimentación del ciclo. La operación a una relación relativamente alta de alimentación / producto significa que el dispositivo está funcionando a bajo rendimiento de producto, lo que es indeseable desde ese punto de vista. Sin embargo, esto también significa que un volumen relativamente grande de gas es expulsado de nuevo a través de la capa de protección durante la fase de regeneración del ciclo para la desorción de contaminantes a partir de la capa de protección. Una relación inferior de alimentación / producto es mejor desde una perspectiva de rendimiento del producto, pero significa que menos gas de escape está disponible para desorber los contaminantes y por lo tanto pueden no ser adecuados para el desempeño de la capa de protección.

55 Con respecto al rendimiento de la capa de protección, cuando el gas de alimentación está fluyendo, la concentración de equilibrio blanco de contaminantes al final de la capa de protección debe ser suficientemente baja como para minimizar la degradación de la absorción en el absorbente primario corriente abajo. En general, en la práctica, esto significa que los niveles de contaminantes deben reducirse a  $<10$  ppmv y preferiblemente  $<1$  ppmv. Por ejemplo, en el caso de vapor de agua en zeolitas, el nivel de agua es preferentemente  $<10$  ppmv y más preferiblemente  $<1$  ppmv para la estabilidad cíclica a largo plazo.

60 El prueba del desempeño de la capa de protección en un dispositivo RCPSA puede ser más difícil que en los dispositivos PSA convencionales. Se ha descubierto que los procedimientos convencionales basados en la medición de la concentración de contaminante en la corriente de producto o control del desempeño de PSA en función del tiempo son engañosos y no predictivos. En su lugar, se ha desarrollado un nuevo procedimiento en base a la medición cuando se produce la irrupción del contaminante a través de la capa de protección durante la etapa de alimentación o producción del ciclo de PSA.

El nuevo procedimiento de prueba consiste en la instalación de puertos de muestreo de gas a lo largo y dentro de la capa de protección y también en la separación de la interfaz entre la capa de protección y el absorbente capa primaria. Las ubicaciones adecuadas de los puertos de muestreo 10 para las realizaciones descritas se representan en el dispositivo RCPSA completo 1 en la FIGURA 1. Sin embargo, se espera que las pruebas con fines de desarrollo se lleven a cabo en una estación de prueba en la que se emplea un único lecho de prueba. La estación de prueba utiliza válvulas solenoides controladas por computadora para controlar la secuencia y tiempo de los gases en y fuera de l lecho de prueba y válvulas de control de flujo manuales para controlar la tasa de flujo. Los tanques acumuladores también se utilizan para recoger gases descargados y devolverlos al mismo lecho de prueba para simular flujos de ciclo de PSA de múltiples lechos. Dicha estación de prueba permite la evaluación experimental del rendimiento de ciclo de PSA de múltiples lechos usando un único lecho de prueba simple en un amplio intervalo de velocidades de ciclo.

En el aparato de prueba, una pequeña fracción de gas interno se extrae para analizar el contenido de contaminantes (por ejemplo, mediante analizador de humedad) en un punto deseado en el ciclo. Si sólo se desea el muestreo durante la etapa de alimentación o producción, cada puerto de muestreo puede estar equipado con una válvula de temporización que se abre sólo durante la etapa de alimentación de alta presión. Se descubrió que una válvula de alivio de presión o válvula de retención con una presión preestablecida de craqueo era un medio eficaz para el muestreo de gas solamente durante la etapa de alimentación de presión más alta del ciclo de PSA. Una válvula de solenoide controlada por computadora es una alternativa adecuada. Para la medición continua, una válvula de control de flujo fino conectada a cada puerto de la válvula de muestreo es efectiva y una sección de los tubos capilares de boquilla fina es una alternativa adecuada. Se descubrió que este procedimiento de muestreo no afecta al desempeño del lecho de prueba (confirmado experimentalmente mediante el establecimiento del estado estacionario cíclico con y sin toma de muestra y observando los mismos resultados dentro del error experimental).

Los materiales, procedimientos, y ejemplos descritos en este documento están destinados a ser ilustrativos solamente y no están destinados a limitar la invención a los materiales específicos, procedimientos y Ejemplos revelados.

### Ejemplos

Tres lechos de prueba laminados bobinados en espiral experimentales se realizaron utilizando una zeolita como absorbente primario y alúmina activada como un desecante de capa de protección. Las hojas laminadas de zeolita fueron reforzadas con malla tejida de acero inoxidable y aglutinante inerte. Las hojas laminadas fueron bobinadas en espiral junto con una hoja separadora de malla tejida hoja de acero inoxidable en un mandril central para formar las capas de absorbente primario. Las capas de protección comprendían hojas laminadas de protección de alúmina activada con espacios vacíos superficiales variables. Estas también fueron reforzadas con aglutinante inerte y malla tejida de acero inoxidable y se bobinaron en espiral junto con una hoja separadora de malla de acero para formar las capas de protección. Cada lecho de prueba consistió en una capa de protección experimental y una capa absorbente primaria sellada en un tubo de contención de acero inoxidable.

Los lechos experimentales fueron ensayados en un aparato de prueba de lecho simple, controlado por computadora, basado en la válvula de solenoide que se utilizó para simular el funcionamiento en un dispositivo RCPSA de operación real. El gas de alimentación de prueba utilizado era aire comprimido humidificado. Para la regeneración, simplemente se permitió que los lechos se despresuricen desde el extremo de alimentación.

Como se describe en relación con la FIGURA 1 más arriba, el gas se muestreó en cuanto al contenido de agua en varios lugares durante la etapa de absorción (producción) del ciclo. (No se midió el contenido de agua durante la regeneración). Los puertos de muestreo se ubicaron en de 1,3 a 5,1 cm del extremo de alimentación de los lechos (estos estarían dentro de la misma capa de protección), a 4,4 cm desde el extremo de alimentación (esto sería en la separación de 0,3 cm en la interfaz AA de capa de protección/ capa de zeolita), y en 7,6 cm del extremo de alimentación (dentro de la misma capa de zeolita). Se utilizó un Analizador de Humedad Ametek Modelo 5800 capaz de realizar las mediciones de 0,02 ppmv a 1.000 ppmv para controlar continuamente la concentración de agua al medir bajas concentraciones. Se utilizaron Transmisores de Temperatura & Humedad Cosa XDT-PM / LPDT en concentraciones de agua intermedias. Se utilizaron Transmisores de Temperatura & Humedad Elextronics EE29 o Vasiala HPM238 o Humedad para medir las concentraciones más altas.

La Tabla 1 más abajo resume ciertas características físicas importantes de las capas de protección ensayadas. Cada hoja de desecante en las capas de protección se preparó como se ha descrito anteriormente, recubriendo un soporte de malla de alambre con una suspensión de baja viscosidad que contiene la alúmina activada. En todos los casos se utilizó una malla tejida número 70 de acero inoxidable (hecha de alambres de 0,08 mm). La longitud de cada capa de protección en el lecho fue de 6,4 cm. Los espesores pico a pico de la hoja separadora y la hoja de desecante laminada se midieron usando un micrómetro. Se determinaron la carga de desecante total y el área superficial por volumen unitario del desecante. El espacio vacío superficial de las hojas de desecantes se midió usando el Procedimiento de Arquímedes descrito anteriormente. Aquí, las hojas de alúmina activada se saturaron primero con agua para rellenar completamente el espacio vacío dentro. Luego, las muestras se sumergieron en Vertrel, un líquido de clorofluorocarbono que es inmiscible con agua, para determinar el volumen desplazado. Este

5 volumen desplazado por lo tanto no incluiría el espacio vacío superficial del laminado desecante. El espacio vacío superficial después se calculó como la diferencia entre el volumen laminado desecante calculado (basado en su longitud, anchura, y espesor  $T_A$  medidos tal como se define en la FIGURA 2) y este volumen desplazado. En la Tabla 1, también se proporcionan el espesor de hoja de desecante efectivo y la altura de canal efectiva. El espesor de hoja de desecante efectivo representa el espesor equivalente de una hoja de desecante plana, no texturada que ocuparía el mismo volumen que la hoja de desecante texturada real. Y, la altura efectiva del canal representa la altura equivalente del canal que existiría si la hoja de desecante textura real en la capa de protección fueran consideradas para ser sustituidas por una hoja de desecante plana, no texturada equivalente. Por último, se proporciona la fracción de canal (igual a la altura de canal efectiva dividida por la altura de canal efectiva más el espesor laminado efectivo).

Tabla 1

Número de muestra de capa de protección	1	2	3
Carga de desecante en la hoja laminada gAA/m <sup>2</sup> )	103,3	56	39
Espesor de hoja de desecante, $T_A$ (mm)	0,16	0,14	0,14
Espesor de hoja separadora, $T_S$ (mm)	0,14	0,12	0,12
Alúmina activada en la capa de protección (total g)	30,7	18,4	12,8
Relación SA/V (metros cuadrados /metros cúbicos)	6766	7452	7569
Fracción de espacio vacío superficial de la hoja de desecante (% de volumen)	20%	39%	50%
Espesor de hoja de desecante efectivo (mm)	0,13	0,089	0,074
Altura de canal efectiva (mm)	0,17	0,18	0,19
Fracción de canal	57%	67%	72%

15 Cada lecho experimental se operó en condiciones simuladas de RCPSA de 20 cpm, 40°C, nivel de humedad de alimentación de 40.000 ppm y una relación de alimentación/producto gaseoso de aproximadamente 7. La FIGURA 3 muestra la concentración de agua medida frente a la distancia desde el extremo de alimentación para las capas de protección inventivas ensayadas en los Ejemplos. Estas capas de protección experimentales tienen fracciones de canal sustancialmente mayores que 50% y demuestran inesperadamente buen desempeño.

20 Se realizó el ensayo adicional sobre la muestra de capa de protección 1 para ilustrar el efecto de una relación de alimentación variada/producto (A/P 3,4 a 6,8) en el rendimiento. La FIGURA 4 muestra la concentración de agua frente a la distancia desde el extremo de alimentación como una función de la relación de alimentación / producto en condiciones de funcionamiento por lo demás similares. Como puede verse en la FIGURA 4, en una relación de alimentación / producto de 3,4, un nivel inaceptable de vapor de agua (31 ppmv) ingresó a la capa absorbente de zeolita.

25 Se realizó ensayo adicional sobre la muestra de capa de protección 2 para ilustrar el efecto de una velocidad de ciclo de dispositivo RCPSA variada (de 10 a 30 cpm) en el rendimiento. La FIGURA 5 muestra la concentración de agua frente a la distancia desde el extremo de alimentación como una función de la velocidad del ciclo en condiciones de funcionamiento por lo demás similares (relación A/P siempre fue aproximadamente 7,1). Se observa poco efecto sobre el desempeño en los datos de la FIGURA 5 respecto de la velocidad de ciclos ensayados. Se observó un cambio en la ubicación en el frente de agua por aproximadamente 0,64 cm (o aproximadamente el 10% de la longitud de la capa de protección), cuando la velocidad del ciclo se cambió de 10 a 30 cpm.

30 La presente solicitud se ha descrito con referencia a ejemplos de realizaciones preferidas. Será evidente para los expertos ordinarios en la técnica que cambios y modificaciones pueden ser hechos sin apartarse de la presente invención como se define en las reivindicaciones 1 a 14. Por ejemplo, la invención se puede emplear en capas de protección para aplicaciones de dispositivos RCPSA que implican contaminantes distintos de agua.



**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un procedimiento para proteger lechos en un dispositivo de absorción con oscilación de presión de ciclo rápido (RCPSA) contra la contaminación, comprendiendo el dispositivo RCPSA al menos un lecho de absorción (2) y una capa de protección (4) en un extremo de alimentación del lecho de absorción (2), comprendiendo la capa de protección (4) una hoja laminada (15) que comprende un absorbente de protección, en el que el procedimiento comprende:
- 10 emplear una fracción de canal en la capa de protección mayor que 50%, estando la fracción de canal definida como 1 menos la fracción de hoja absorbente, estando la fracción de hoja absorbente definida como el volumen de la hoja laminada dividido por el volumen de la capa de protección; y
- 15 introducir una superficie texturada a la hoja laminada, introduciendo de ese modo espacios vacíos superficiales a la hoja laminada, estando los espacios vacíos superficiales definidos como el volumen definido por el espesor pico a pico  $T_A$  de la hoja laminada menos el volumen de la envoltura de la hoja laminada, en el que una fracción del espacio vacío superficial de la hoja laminada está entre 20 y 50%, estando la fracción del espacio vacío superficial definida como el volumen de los espacios vacíos superficiales dividido por la suma del volumen de la hoja laminada más el volumen de los espacios vacíos superficiales.
- 20 2. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que el contaminante es agua.
3. El procedimiento de la reivindicación 1 o reivindicación 2 en el que la velocidad de ciclo del dispositivo RCPSA de operación es mayor que aproximadamente 5 ciclos por minuto.
- 25 4. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que introducir una superficie texturada a la hoja laminada comprende recubrir a malla de alambre con una suspensión de contenido bajo en sólidos.
- 30 5. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en el que la capa de protección comprende un bobinado en espiral de la hoja laminada y una hoja separadora y el procedimiento comprende emplear una malla de alambre para la hoja separadora.

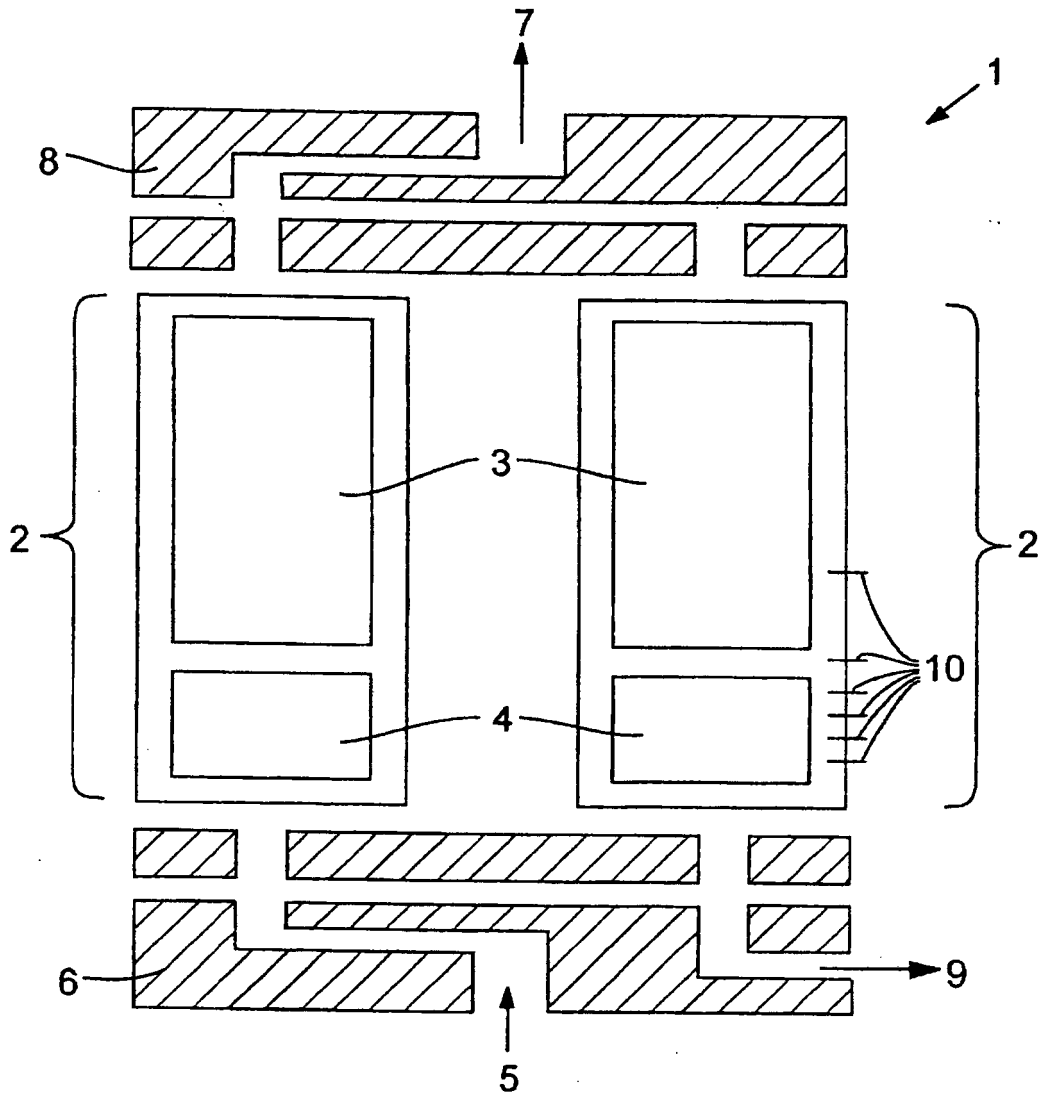


FIG. 1

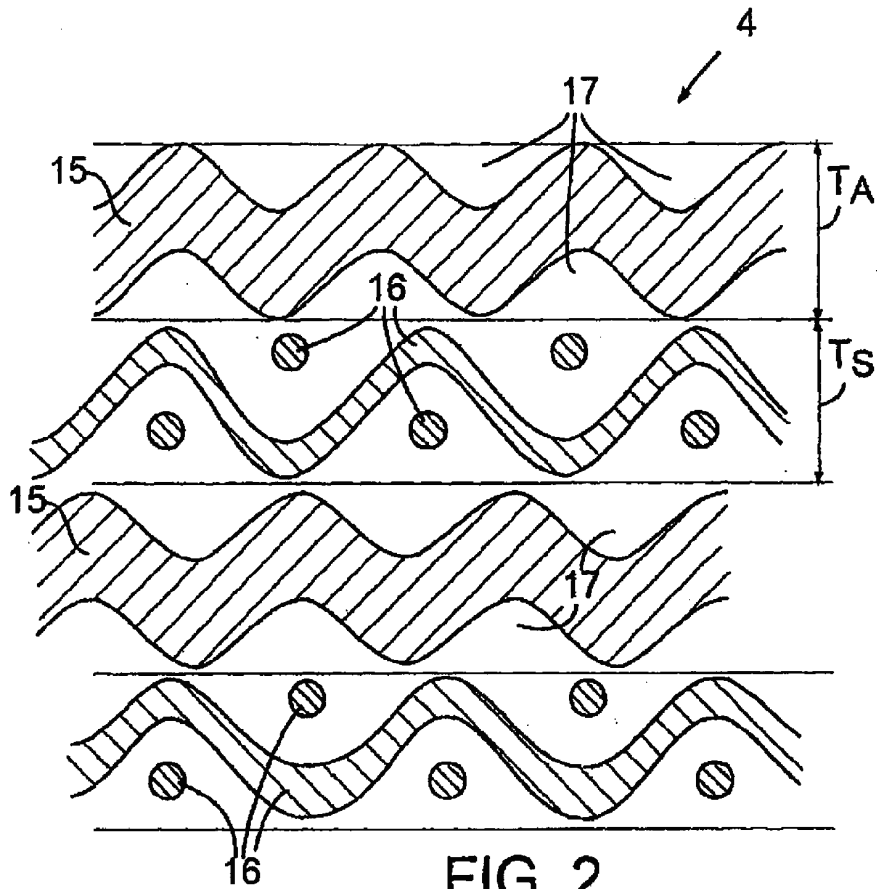


FIG. 2

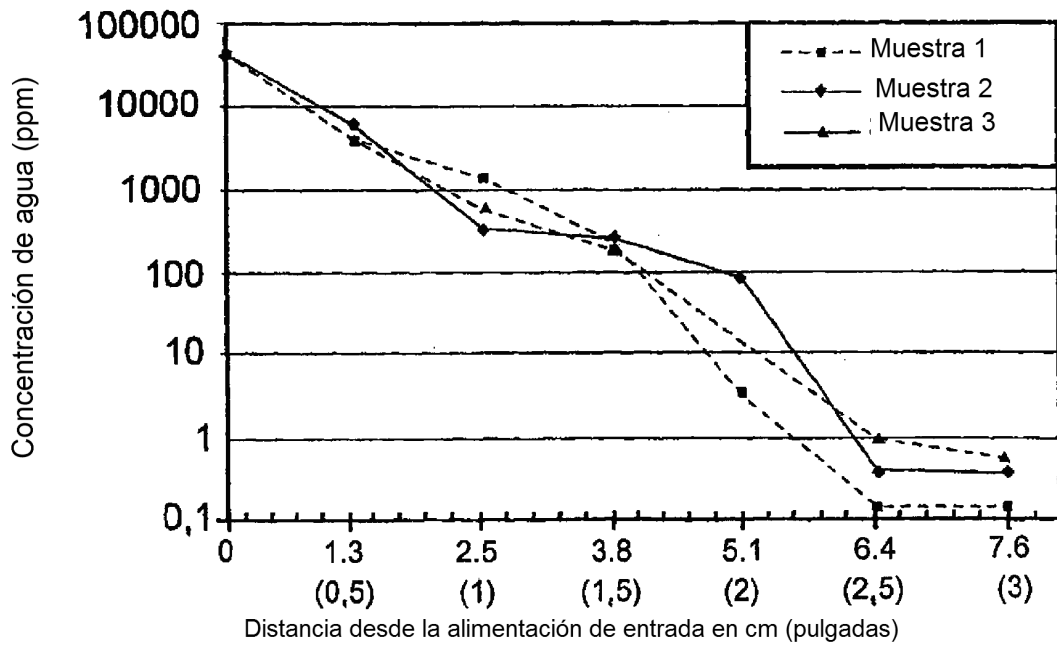


FIG. 3

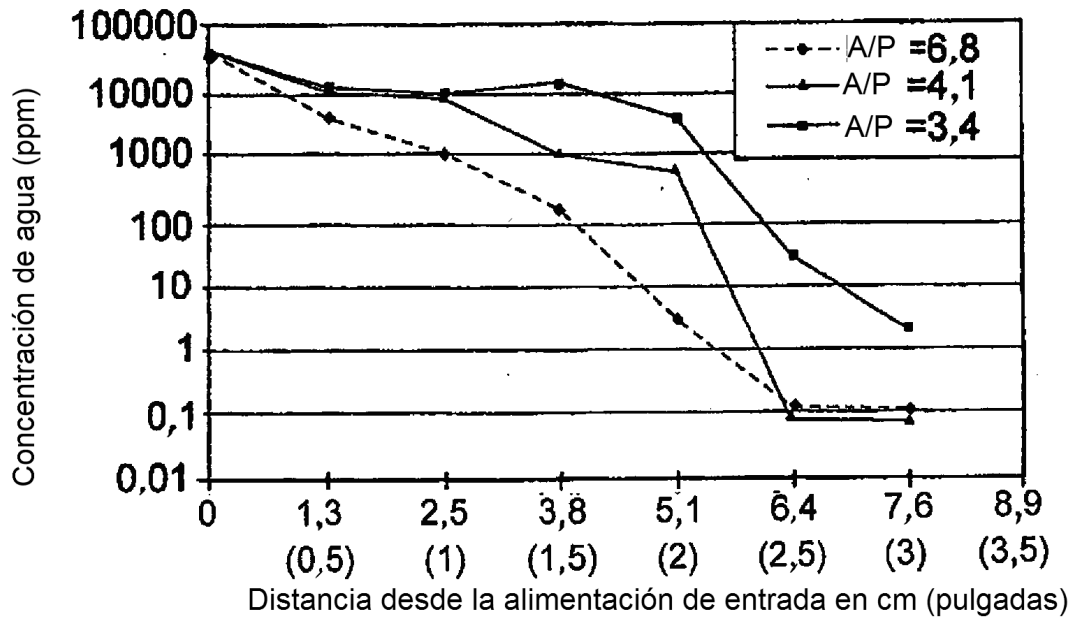


FIG. 4

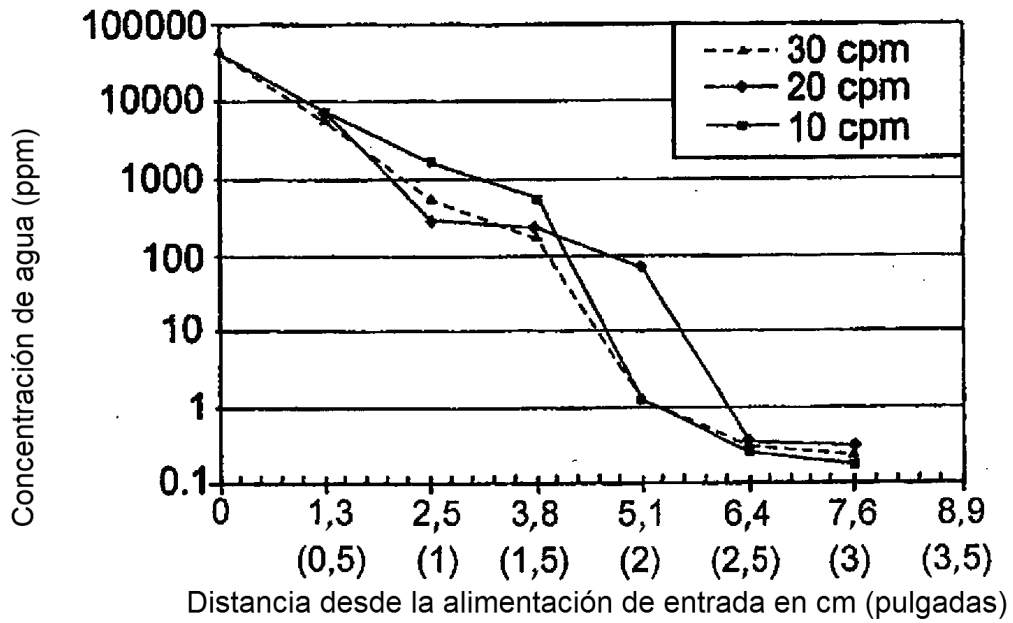


FIG. 5