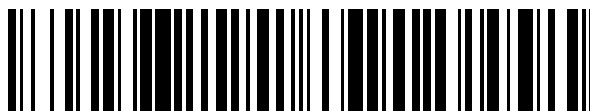


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 729 331**

51 Int. Cl.:

**B01J 20/18** (2006.01)  
**B01J 20/30** (2006.01)  
**B01J 20/32** (2006.01)  
**B01D 53/04** (2006.01)  
**B01J 20/28** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.01.2002 E 14178461 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.03.2019 EP 2826553**

54 Título: **Método de fabricación para estratificados adsorbentes para procesos PSA de alta frecuencia**

30 Prioridad:

**05.01.2001 US 260077 P**  
**12.01.2001 US 261548 P**  
**20.04.2001 US 285527 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**31.10.2019**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**KEEFER, BOWIE G.;**  
**CAREL, ALAIN A.;**  
**SELLARS, BRIAN G.;**  
**SHAW, IAN S. D.;**  
**LARISCH, BELINDA C.;**  
**DOMAN, DAVID G.;**  
**LEE, FREDERICK K.;**  
**GIBBS, ANDREA C.;**  
**HETZLER, BERNARD H.;**  
**SAWADA, JAMES A.;**  
**PELMAN, AARON M. y**  
**HUNTER, CARL F.**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 729 331 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

Método de fabricación para estratificados adsorbentes para procesos PSA de alta frecuencia

- 5 La presente invención se refiere a un método de fabricación de estratificados adsorbentes para uso en elementos de adsorción que son útiles para procesos de adsorción por oscilación de presión.

10 La separación de gases se puede conseguir haciendo fluir una mezcla de gases por encima de un adsorbente que adsorbe de manera preferente un componente adsorbido más fácilmente con respecto a un componente adsorbido menos fácilmente de la mezcla. Ejemplos de procesos de este tipo incluyen adsorción por oscilación de temperatura (TSA) y adsorción por oscilación de presión (PSA). La adsorción por oscilación de presión implica de manera general someter a ciclos de presión coordinados a una mezcla gaseosa por encima de un material adsorbente. La presión total se eleva durante intervalos de flujo en una primera dirección a través del lecho adsorbente, y se reduce durante intervalos de flujo en la dirección inversa. A medida que el ciclo se repite, el componente adsorbido menos fácilmente se concentra en la primera dirección, mientras el componente adsorbido más fácilmente se concentra en la dirección inversa.

20 En trabajo anterior en este campo, las Patentes de EE.UU. de Milton Nos. 2.882.243 y 2.882.244 describían la preparación de zeolitas de tipo A y de tipo X, y el uso de estos materiales para separar componentes de mezclas de gases. Otros trabajadores en el campo reconocieron la importancia de utilizar zeolitas que tengan cristales pequeños y de tamaño uniforme como adsorbentes para procesos de separación de gases. La Patente de EE.UU. de Kostinko N° 4.443.422 describe una zeolita A que tiene un tamaño medio de partículas de menos de 1,7 micras y una zeolita X que tiene un tamaño medio de partículas de menos de 2,2 micras, y proporciona además un resumen detallado de la literatura de patente en el campo de la preparación de zeolitas.

30 Los dispositivos de separación de gases y los dispositivos reactores de gases químicos comerciales utilizan típicamente una forma granular o peletizada para mantener a los cristales en contacto con el flujo de fluido. En muchos casos, se consiguen beneficios adicionales reduciendo el volumen, el peso, el coste, la pérdida de carga del recipiente de contención e incrementando la robustez. Una reducción del volumen incrementará las velocidades del fluido, lo que incrementa las fuerzas del fluido sobre las partículas adsorbentes, incrementa la pérdida de carga del fluido a lo largo de la longitud del dispositivo, y también reduce el tiempo disponible para transferencia de masa entre el fluido y el adsorbente.

35 Por tanto, se desarrolló una necesidad de soportes adsorbentes rígidos, con baja resistencia a los fluidos, gran área superficial, que superen las limitaciones de los lechos adsorbentes granulares.

40 Se conocen materiales con adsorbente soportado para uso con procesos TSA. Por ejemplo, se conocen materiales corrugados que tienen material adsorbente aplicado a ellos para uso con procesos TSA. Estructuras adsorbentes rígidas, de gran área superficial, tales como material en forma de hoja impregnado en adsorbente apilado o enrollado en espiral, también son conocidos para uso en dispositivos PSA que operan a frecuencias de ciclo relativamente bajas. Ejemplos de tales estructuras adsorbentes se describen en las Patentes de EE.UU. de Keefer Nos. 4.702.903, 4.801.308 y 5.082.473. La Patente de EE.UU. de Keefer N° 4.801.308 describe un aparato PSA que tiene una estructura adsorbente que comprende hojas adsorbentes. Hojas adsorbentes también pueden estar adaptadas para uso en elementos de adsorción por oscilación de presión de tipo rotativo. La Patente de EE.UU. de Keefer et al. N° 6.051.050, por ejemplo, describe un aparato de adsorción por oscilación de presión rotativo que comprende un rotor adaptado para alojar a una pluralidad de estructuras adsorbentes circunferencialmente separadas, cada una de las cuales comprende múltiples hojas adsorbentes.

50 Como se esboza en la Patente de EE.UU. N° 5.082.473, la separación de gases por adsorción por oscilación de presión (PSA) se realiza ventajosamente utilizando elementos de adsorción de pasos paralelos, estratificados. Estos elementos de adsorción de "estratificado adsorbente" proporcionan gran área superficial y pérdida de carga relativamente baja. Hojas adsorbentes delgadas están separadas por separadores que establecen la altura del hueco entre hojas adyacentes y por lo tanto definen canales de flujo entre cada pareja de hojas adyacentes.

60 El documento EP1188478A describe métodos para preparar una hoja que contiene adsorbente para uso en la fabricación de adsorbentes monolíticos para separación de aire mediante, por ejemplo, procesos PSA. Una lechada que contiene un adsorbente, un ligante y agua se aplica a un sustrato mediante impresión con rodillos.

65 El documento WO94/15709A está relacionado con sustratos recubiertos con desecante principalmente para uso como deshumidificadores en sistemas de tratamiento de aire. Una suspensión acuosa que

contiene un desecante y al menos un ligante orgánico de base agua se deposita sobre el sustrato usando un sistema de alta velocidad que utiliza rodillos de huecogrado, rodillos Mayer y varillas enrolladas en forma de doble hélice.

5 El documento US5827577 está relacionado con métodos para recubrir un sustrato con un material catalítico o un adsorbente para uso en la producción de dispositivos para eliminar contaminantes de un gas. El catalizador y/o el adsorbente se pueden aplicar en forma de una lechada utilizando rodillos a un sustrato. La lechada contiene agua u otro portador líquido apropiado.

10 El documento US6093378 ejemplifica un método para aplicar una lechada adsorbente a un sustrato de panal de abeja. Técnicas típicamente utilizadas para recubrir sustratos de panal de abeja monolíticos son recubrimiento por inmersión y recubrimiento por pulverización.

15 A medida que los procesos PSA evolucionan, la necesidad de dispositivos compactos, y de dispositivos que operen a frecuencias de ciclo considerablemente mayores que las usadas actualmente para aplicaciones comerciales, ha aumentado. Ha resultado evidente que las estructuras adsorbentes conocidas son inadecuadas. Por ejemplo, dispositivos compactos, tales como los que se pueden utilizar para producción de oxígeno medicinal, requieren estructuras adsorbentes considerablemente reducidas en peso con respecto a las estructuras conocidas. Estos dispositivos compactos también deben ser capaces de gran productividad y alta eficiencia al mismo tiempo que producen un gas aceptablemente puro. Si existe demasiada inconsistencia de los canales, entonces la productividad y la pureza del gas se ven comprometidas. Si un canal de flujo es mayor que un canal de flujo de gas adyacente, entonces se puede producir paso prematuro de producto, lo cual reduce la pureza del gas producto a niveles de pureza inaceptables. Además, los dispositivos que operan a frecuencias de ciclo mayores de 50 ciclos por minuto requieren mayor uniformidad de los canales de flujo y menos pérdida de carga de lo que se ha requerido hasta la fecha. Si se produce demasiada pérdida de carga a través del lecho, entonces frecuencias de ciclo mayores, por ejemplo del orden de más de 100 ciclos por minuto (cpm), no se consiguen fácilmente. A medida que las frecuencias de ciclo van aumentando de forma continuada, también aumenta la necesidad de nuevas estructuras adsorbentes capaces de operar a estas mayores frecuencias.

20 Los estratificados adsorbentes de alto rendimiento se deben fabricar con gran precisión de modo que los canales de flujo entre capas adsorbentes sean de espesor uniforme. Esto ayuda a mantener frentes de concentración estrechos, de modo que se puede conseguir gran productividad y gran recuperación de producto de alta pureza. Por consiguiente, tanto el espesor de la capa adsorbente aplicada sobre el soporte, como la altura de los separadores que definen los canales, se deben establecer con gran precisión y consistencia. La presente invención proporciona configuraciones de estratificado adsorbente que consiguen la precisión necesaria.

25 Utilizando zeolitas como el adsorbente activo, se han fabricado estratificados adsorbentes con diferentes soportes en forma de hoja. Estos estratificados adsorbentes se han operado con éxito para enriquecimiento de oxígeno a altas frecuencias de ciclo PSA, tales como a 10 ciclos por minuto o mayores, generalmente mayores de 50 ciclos por minuto, preferiblemente al menos 150 ciclos por minuto, más preferiblemente 200 ciclos por minuto, e incluso más preferiblemente acercándose a 300 ciclos por minuto o mayores.

30 Se describen métodos para fabricar estratificados adsorbentes apropiados para procesos PSA de alta frecuencia. Los métodos por lo general implican conformar una lechada intermedia que comprende un agente de suspensión líquido, un adsorbente y un ligante. Las lechadas descritas típicamente comprenden un adsorbente y uno o más materiales coloidales generalmente capaces de formar un gel, tales como ligantes coloidales de base sílice, alúmina coloidal, zirconia coloidal, y mezclas de materiales coloidales. El adsorbente se puede conformar *in situ*. Las lechadas pueden ser de base agua, de base orgánica o mezclas acuosas que comprenden materiales orgánicos.

35 Los estratificados se fabrican triturando la lechada intermedia para conformar una lechada triturada, aplicando a continuación la lechada triturada a material de soporte. Para material de soporte que tiene dos superficies planas principales, tales como hojas, se pueden aplicar composiciones adsorbentes a una o a las dos caras del material de soporte. La lechada triturada se aplica a material de soporte utilizando un sistema de aplicación seleccionado de un rodillo de transferencia, un aplicador de rodillo, un aplicador de rodillo partido, un aplicador de pulverizador, un rodillo de captura, y un aplicador de línea de contacto inundada.

40 Para lechadas aplicadas a material de soporte, el método comprende triturar la lechada para conformar una lechada triturada, y después de eso aplicar la lechada triturada al material de soporte. Realizaciones descritas trituraban la lechada desde una viscosidad inicial antes de la trituración de más de 200 cps, hasta una segunda viscosidad posterior a la trituración de menos de 150 cps. Triturar la lechada

intermedia incrementa la densidad del material adsorbente aplicado al soporte. Para una zeolita intercambiada con litio, las realizaciones actuales utilizaron una zeolita que tiene un tamaño de partículas inicial de desde aproximadamente 3 hasta aproximadamente 3,3 micrómetros, y dicha zeolita se trituró hasta un segundo tamaño de partículas de desde aproximadamente 2,5 hasta aproximadamente 2,8 micrómetros.

Una lechada particular descrita para aplicación a material de soporte comprendía agua, alcohol isopropílico, Ludox (ligante de sílice coloidal), productos de zeolita de origen natural, tales como Odorlok, y otras zeolitas deseadas. El material de soporte se seleccionó del grupo consistente en materiales conductores y no conductores, incluyendo sin limitación, fibras de vidrio, fibras cerámicas, lienzo, acero inoxidable, lámina metálica, malla metálica, fibra de carbono, materiales celulósicos, materiales poliméricos, y combinaciones de estos materiales. Para material de soporte de malla metálica, la lechada se aplica ventajosamente a la malla metálica por deposición electroforética. La malla metálica se puede preparar superficialmente antes de la deposición del material de lechada, por ejemplo mediante oxidación, anodizado, texturizado, y combinaciones de éstos.

Después de la aplicación a las capas adsorbentes el adsorbente es típicamente macroporoso, con una estructura fina de microporos en el material adsorbente dentro de la cual tiene lugar la separación por adsorción, con una estructura más basta de macroporos que proporciona acceso mejorado difusivo y convectivo desde el canal de flujo a los microporos. El espesor de las capas adsorbentes situadas sobre una o ambas caras de los canales debe ser suficiente para un funcionamiento efectivo del proceso PSA.

Las dimensiones de las estructuras adsorbentes pueden variar. Sin embargo, los estratificados adsorbentes típicos descritos tienen longitudes de los canales de flujo de desde aproximadamente 1 centímetro hasta aproximadamente 1 metro, y más típicamente desde aproximadamente 5 cm hasta aproximadamente 30 cm, una altura del hueco del canal de 50 a 250 micras, y un espesor de recubrimiento adsorbente de 50 a 300 micras en una o ambas caras de las hojas. Estratificados adsorbentes con estas dimensiones se han utilizado en dispositivos que operan a frecuencias del ciclo PSA de hasta al menos 150 ciclos/minuto. La longitud del canal de flujo puede estar correlacionada con la velocidad de ciclo. A bajas velocidades de ciclo, tales como desde aproximadamente 20 hasta aproximadamente 40 ciclos por minuto, la longitud del canal de flujo puede ser de hasta un metro. Para velocidades de ciclo mayores de 40 ciclos por minuto, la longitud del canal de flujo típicamente se reduce, y puede variar desde aproximadamente 5 centímetros hasta aproximadamente 30 centímetros. La presente invención contempla que el recubrimiento adsorbente puede tener de 5 a 100 micras de espesor, más preferiblemente de aproximadamente 25 a 60 micras de espesor, utilizándose recubrimientos más delgados para frecuencias de ciclo de 300 ciclos/minuto o mayores.

Se pueden conformar separadores sobre estratificados adsorbentes para separar un estratificado de otro. Las dimensiones del separador pueden ser uniformes, o pueden variar a lo largo de un estratificado, por ejemplo aumentando de altura desde un primer extremo hasta un segundo extremo del estratificado. En los estratificados también se pueden conformar aberturas de ventilación de gas, las cuales permiten que se produzca tanto flujo de fluido como difusión entre canales adyacentes, facilitando de ese modo la igualación de la presión en la estructura adsorbente. Las aberturas de ventilación típicamente son útiles para compensar la no uniformidad en las estructuras y las dimensiones de los canales de flujo.

También se describen elementos de adsorción que comprenden al menos dos estratificados y que incluyen separadores y quizás aberturas de ventilación. Los elementos de adsorción se pueden apilar o si no se pueden configurar en serie a lo largo de un camino de flujo de gas. Estratificados y/o uno o más elementos de adsorción descritos en esta memoria se utilizan en procesos y dispositivos PSA, en particular en dispositivos PSA rotativos que operan a altas frecuencias de ciclo. Dichos dispositivos PSA se pueden acoplar a otros dispositivos, tales como células de combustible.

La Figura 1 ilustra un primer estratificado con un adsorbente aplicado sobre ambas caras (recubrimiento de doble cara) y un segundo estratificado con material adsorbente aplicado sólo en una cara (recubrimiento de una sola cara).

La Figura 2 ilustra un aplicador de rodillo para aplicar composiciones de lechada a material de soporte.

La Figura 3 ilustra un aplicador de rodillo partido para aplicar composiciones de lechada a material de soporte.

La Figura 4 ilustra una caja de alimentación para aplicar composiciones de lechada a material de soporte.

La Figura 5 es una vista explosionada de la caja de alimentación ilustrada en la Figura 4.

La Figura 6A es una vista esquemática lateral de varias hojas de estratificado situadas unas adyacentes a las otras y separadas unas de otras por separadores.



La Figura 6B ilustra un elemento de adsorción conformado a partir de los varios estratificados de la Figura 6A.

La Figura 7 ilustra un separador conformado por ataque químico de una lámina metálica con una máscara fotolitográfica situada sobre ambas caras de la lámina.

La Figura 8 ilustra un separador.

La Figura 9 ilustra una parte de un estratificado adsorbente en el plano de los canales de flujo.

La Figura 10 es una sección transversal del estratificado ilustrado en la Figura 9 tomada a lo largo de la línea A-A.

La Figura 11 es una sección transversal del estratificado ilustrado en la Figura 9 tomada a lo largo de la línea B-B.

La Figura 12 es una sección transversal del estratificado ilustrado en la Figura 9 tomada a lo largo de la línea C-C.

La Figura 13A es una vista en planta esquemática de varias hojas de estratificado situadas adyacentes las unas a las otras alrededor de un molde y con varios separadores para separar las hojas de estratificado unas de otras.

La Figura 13B ilustra un elemento de adsorción conformado a partir de los varios estratificados ilustrados en la Figura 13A.

La Figura 14A es una vista en planta esquemática de una hoja adsorbente continua, enrollada concéntricamente, que tiene separadores colocados sobre ella para separar anillos concéntricos de hojas adsorbentes unos de otras.

La Figura 14B ilustra seccionamiento de un elemento de adsorción conformado por pegado de una hoja de estratificado continua enrollada en espiral.

La Figura 14C es una vista en sección transversal de una cámara de contención para contener estratificados enrollados en espiral.

La Figura 14D es una vista en planta de una araña utilizada en combinación con la cámara de contención ilustrada en la Figura 14C.

La Figura 15A es una vista lateral esquemática de varias hojas de estratificado que tienen entre ellas separadores de altura decreciente en la dirección de flujo de gas.

La Figura 15B ilustra un elemento de adsorción radial conformado pegando entre sí las varias hojas de estratificado de la Figura 15A.

La Figura 16 es una vista lateral en sección transversal de una sección de una estructura adsorbente que muestra aberturas de ventilación definidas en las hojas adsorbentes.

La Figura 17 es una vista desde arriba de una hoja adsorbente ilustrada por la Figura 16 que tiene aberturas de ventilación conformadas a través de ella.

La Figura 18 es una vista en planta desde arriba de una plantilla utilizada para fabricar estratificados con aberturas de ventilación de acuerdo con la invención.

La Figura 19 es una vista esquemática de un aparato de adsorción por oscilación de presión rotativo particularmente apropiado para generación de oxígeno a pequeña escala.

La Figura 20 es una sección transversal del aparato ilustrado en la Figura 26 tomada a lo largo de la línea 612-613.

La Figura 21 ilustra la conexión de un rotor en planos definidos por las líneas 614-615 y 616-617.

La Figura 22 ilustra una cara de válvula de estator en el plano definido por las líneas 614-615 con un compartimento de escape que sale directamente a un conducto de suministro de producto pesado.

La Figura 23 ilustra una cara de válvula de estator en el plano definido por las líneas 614-615 con un extractor que comprende una bomba de vacío y que libera una corriente de purgado a contracorriente a presión ambiente directamente a un conducto de suministro de producto pesado.

La Figura 24 ilustra una cara de válvula de estator a lo largo de las líneas 616-617 de la Figura 26 y un dispositivo de expansión de reflujo ligero de corriente dividida para reducción de presión de reflujo ligero con recuperación de energía.

La Figura 25 ilustra una cara de válvula de estator a lo largo de las líneas 616-617 y el uso de un orificio de estrangulamiento para reducción de presión.

La Figura 26 es una vista esquemática de dos hojas adsorbentes que tienen aberturas a través de ellas y con las hojas adsorbentes colocadas al tresbolillo unas con respecto a las otras para definir canales de flujo de gas a través de la estructura.

La Figura 27 es una sección transversal esquemática de un PSA rotativo de lecho estacionario.

La Figura 28 es una sección transversal esquemática de un PSA rotativo de lecho estacionario.

## I. Introducción

Los dispositivos de separación de gases que operan por adsorción de gas preferencial requieren una estructura adsorbente por encima de la cual, a través de la cual o alrededor de la cual se pueda hacer fluir una mezcla gaseosa para conseguir adsorción de gas. Para conformar estas estructuras adsorbentes, denominadas en esta memoria estratificados o elementos de adsorción, se puede utilizar una lechada que comprende uno o más materiales adsorbentes. La lechada se aplica a material de soporte para formar estratificados o elementos adsorbentes. Materiales de lechada, métodos para fabricar lechadas que

comprenden estos materiales, y métodos para fabricar estratificados o elementos de adsorción utilizando las lechadas, se describen con mayor detalle más adelante.

## II. Definiciones

- 5 1. Soporte – un soporte es cualquier material al cual o alrededor del cual se aplica material adsorbente para conformar una estructura adsorbente,
- 10 2. Estratificado – es una estructura conformada a partir de un soporte y al menos un material adsorbente, y quizás otros materiales, tales como catalizadores, por encima de los cuales, alrededor de los cuales o a través de los cuales se puede hacer fluir una mezcla de gases para adsorción de gas, separación de gases y/o para una reacción química en fase gas.
- 15 3. Elemento de adsorción – es una estructura conformada a partir de varios estratificados, o a partir de un estratificado alargado, tal como un estratificado enrollado en espiral.
- 20 4. Aparato PSA – un aparato que contiene un fluido de proceso y al menos un material de adsorción y permite que se produzca un proceso PSA con el fluido de proceso y el al menos un elemento de adsorción.
- 25 5. Separador – Un separador es una estructura o material que define una separación entre estratificados adsorbentes. El tipo de separadores que se puede emplear puede consistir en, pero no están limitados a: malla de plástico, metal, vidrio, o carbono; película de plástico o lámina metálica; fibras e hilos de plástico, vidrio, cerámica o carbono; pilares cerámicos; esferas, ovoides, o discos de plástico, vidrio, cerámica, o metal; todos ellos dimensionalmente precisos, o combinaciones de ellos.

## III. Composición de la lechada

Las lechadas descritas incluyen generalmente un líquido para suspender material de sólidos, un ligante, y un material adsorbente y/o catalítico, tal como una zeolita.

### 1. Líquido

30 Agua, líquidos orgánicos polares, y mezclas de éstos son útiles para suspender sólidos en forma de lechada. El agua es un líquido primario útil para formar lechadas apropiadas. Aunque no son necesarios, los materiales orgánicos ayudan al proceso de formulación y recubrimiento, y pueden interactuar con el material ligante para facilitar la actividad de unión del ligante, y por tanto la formación de una matriz más fuerte para retener el material adsorbente.

40 Aunque opcionalmente se pueden utilizar varios materiales orgánicos diferentes, en las realizaciones descritas se han utilizado alcoholes. Particularmente útiles son los alcoholes alifáticos que tienen 10 o menos átomos de carbono, denominados en esta memoria alcoholes inferiores. Lo más típicamente, los alcoholes alifáticos son alcoholes alquílicos inferiores. Las realizaciones descritas utilizaron por lo general alcohol isopropílico.

### 2. Ligante

45 La selección del ligante puede depender del material adsorbente particular seleccionado, el cual a su vez depende de la tarea que realizan dispositivos que comprenden estratificados adsorbentes. Se utilizan ventajosamente materiales coloidales capaces de funcionar como un ligante y/o que forman un gel. Dichos materiales coloidales incluyen, sin limitación, ligantes coloidales de base sílice, alúmina coloidal, zirconia coloidal, y mezclas de materiales coloidales. El término "sílice coloidal" se refiere a una dispersión estable de partículas de dióxido de silicio amorfo, discretas, que tienen un tamaño de partícula que va desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 100 nanómetros. Las realizaciones descritas utilizaron sílices coloidales con un tamaño medio de partículas de desde aproximadamente 5 hasta aproximadamente 40 nanómetros, y un área superficial media de más de aproximadamente 200 m<sup>2</sup>/g, típicamente en el rango a partir de aproximadamente 220-230 m<sup>2</sup>/g. Los materiales de sílice coloidal apropiados también pueden ser modificados superficialmente, por ejemplo mediante modificación superficial con alúmina. Las sílices coloidales están disponibles comercialmente de varias empresas, tales como Eka Chemicals, Grace Davison, Nalco, etc.

60 El Ludox es un ejemplo de un ligante de sílice coloidal utilizado en las realizaciones descritas. El Ludox se puede obtener en varias formulaciones, incluyendo HS30 y HS40.

El Ludox se puede utilizar solo, o en combinación con otros materiales, tales como el Odorlok. De acuerdo con la Hoja de Datos de Seguridad del Material - Zeolita (Canadá), el Odorlok comprende aproximadamente 14% de alúmina, 3% de óxido de calcio, 1 por ciento de óxido de magnesio, y aproximadamente 4% de sílice cristalina, siendo el resto ingredientes inertes. El Odorlok aparentemente

forma puentes entre las partículas de zeolita, incrementando la resistencia del estratificado producido con respecto a aquellas formulaciones que utilizan únicamente sílice coloidal como ligante.

La resistencia del estratificado se puede incrementar aún más utilizando agentes de incremento de resistencia adicionales. Materiales de arcilla, tales como la palygorskita (también conocida como atapulgita), los cuales son silicatos de aluminio magnesio hidratados, se pueden utilizar como ligantes, solas o en combinación con otros ligantes. La palygorskita tiene una estructura cristalina abierta particularmente útil para recibir al adsorbente.

Los ligantes inorgánicos pueden ser inertes; sin embargo, ciertos ligantes inorgánicos, tales como las arcillas, utilizados con adsorbentes de zeolita, se pueden convertir *in-situ* de ligantes de caolín a zeolita de modo que la zeolita está unida consigo misma con mínimo material inerte. El ligante orgánico utilizado para unir materiales particulados de carbono se puede pirolizar para formar un adsorbente carbonoso útil.

### 3. Adsorbentes y Catalizadores

Virtualmente cualquier material adsorbente se puede utilizar para poner en práctica la presente invención. La selección de un material adsorbente particular depende principalmente de la función deseada, p. ej., adsorción preferencial de un gas, tal como el nitrógeno, frente a otros gases en una mezcla, y depende de forma secundaria de otros factores, tales como disponibilidad y coste. Los materiales adsorbentes apropiados son a menudo zeolitas, las cuales son materiales de aluminio-silicato muy cristalinos, que comprenden unidades tetraédricas  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  y  $[\text{AlO}_4]^{5-}$ . Las zeolitas típicamente tienen Si y Al unidos mediante un puente de oxígeno, y una carga global negativa, lo que requiere contra iones cargados positivamente, tales como  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  y  $\text{Ca}^{2+}$ . La zeolita puede ser una zeolita hidrófila (p. ej. zeolitas X, A o de tipo chabazita apropiadamente intercambiadas con iones como las utilizadas para separación de aire y purificación de hidrógeno) o una zeolita hidrofóbica (p. ej., zeolita Y, zeolita silícea, silicato, o silicalita como las utilizadas para separar vapores orgánicos del aire húmedo).

Se conocen zeolitas útiles para separación por adsorción de gases de mezclas, y se describen en la patente y en otra literatura. Ejemplos incluyen:

La Patente de EE.UU. N° 2.882.244 describe la síntesis directa y el intercambio de iones de zeolita-X de zinc a partir de zeolita-X de sodio utilizando nitrato de zinc;

En la Patente de EE.UU. N° 3.140.933 se informó de que la zeolita-X de litio era útil para separaciones nitrógeno-oxígeno;

La Patente de EE.UU. N° 4.481.018 describe diferentes zeolitas-X y faujasitas de cationes polivalentes (en particular los elementos alcalinotérreos magnesio, calcio, estroncio y bario), las cuales se sabe que tienen bajas proporciones silicio-a-aluminio del orden de aproximadamente 1 a 1,2;

La Patente de EE.UU. N° 4.557.736 explica la modificación de zeolitas-X mediante intercambio de iones de sitios iónicos disponibles con varios cationes divalentes para producir una zeolita-X binaria, intercambiada con iones. Los iones binarios intercambiados comprenden calcio y estroncio que tienen mayor capacidad de adsorción de nitrógeno, bajo calor de adsorción de nitrógeno y buena selectividad para nitrógeno para separación de aire;

Las zeolitas-X se pueden intercambiar con litio para proporcionar un adsorbente selectivo para nitrógeno mejorado como se describe en la Patente de EE.UU. N° 4.859.217, la cual expone que se puede conseguir un adsorbente de nitrógeno mejorado cuando una zeolita-X se intercambia con cationes de litio a un porcentaje de intercambio mayor del 88%. La forma base de sodio o de sodio-potasio de la zeolita-X se sometió a intercambio, utilizando procedimientos de intercambio de iones convencionales y excesos estequiométricos de sales de litio de 4 a 12 veces;

El intercambio de cationes múltiples de zeolitas con metales alcalinotérreos se describe en la Patente de EE.UU. N° 4.964.889;

La Patente de EE.UU. N° 4.880.443, titulada "Molecular Sieve Oxygen Concentrator with Secondary Oxygen Purifier," enseña la utilización de un lecho de tamiz molecular de zeolita que tiene zeolita 5 AMG acoplada a un lecho de tamiz molecular de carbono.

La Patente de EE.UU. N° 4.925.460 describe chabazita zeolita que contiene litio.

La Patente de EE.UU. N° 5.258.058, titulada "Nitrogen Adsorption with a Divalent Cation Exchanged Lithium X-Zeolite" describe la fabricación de zeolita-LSX de sodio, potasio, mediante el método de Kuhl ("Crystallization of Low-Silica Faujasite" Zeolites 7:451 (1987)). Se preparó zeolita-LSX de Litio mediante intercambio de iones de polvo de Zeolita-LSX de sodio, potasio, utilizando cinco intercambios estáticos a 100° C con un exceso equivalente a 6,3 veces de LiCl 2,2M. Se preparó zeolita-LSX de sodio mediante intercambio de iones de zeolita-LSX de sodio, potasio, utilizando tres intercambios estáticos a 100° C con un exceso equivalente a 4,2 veces de NaCl 1,1M. Se prepararon diferentes niveles de intercambio de zeolita-LSX de litio  $\text{M}^{2+}$ , añadiendo muestras independientes del polvo de zeolita-LSX de litio preparado inicialmente a cantidades

estequiométricas de solución salina  $M^{2+}$  0,1N con un pH de entre 5,6 y 7,0 y removiendo a temperatura ambiente durante aproximadamente 4 horas.

Las Patentes de EE.UU. Nos. 5.174.979, 5.258.058, 5.413.625, 5.417.957, 5.419.891 y 5.152.813, y 5.464.467 describen zeolitas X binarias intercambiadas con litio e intercambiadas con alcalinotérreos;

Los documentos EPA 0685429 y EPA 0685430 describen zeolita EMT que contiene litio; y

La Patente de U.K. Nº 1.580.928 describe un proceso para fabricar zeolitas-X de bajo contenido en sílice ("LSX"; donde LSX es zeolita-X con un Si/Al=1 en la referencia). El proceso comprende la preparación de una mezcla acuosa de fuentes de sodio, potasio, aluminato y silicato y cristalización de la mezcla a una temperatura por debajo de 50° C, o un envejecimiento de la mezcla a 50° C o menos, seguida por cristalización de la misma a una temperatura en el rango de 60° C a 100° C;

Las propiedades y usos de las zeolitas intercambiadas con metales alcalinos son revisadas por D. Barthomeuf en "Basic Zeolites: Characterization and Uses in Adsorption and Catalysis," publicado en Catalysis Reviews, Science and Engineering, (1996), Vol. 38, N4, p. 521. También se produce intercambio catiónico de zeolitas cuando la zeolita base se pone en contacto de estado sólido, estrecho, con sales de los cationes deseados, y, si es necesario, calentando la mezcla. Esto es explicado en detalle por Karge [H. G. Karge: "Solid State Reactions of Zeolites", en Studies in Surface Science and Catalysis, Vol. 105C, Elsevier (Amsterdam) (1996), "Progress in Zeolite and Microporous Materials" (H. Chon, S.-K. Ihm y Y. S. Uh (Editores) p1901-1948). Intercambio de iones en estado sólido entre zeolita Y de sodio y cloruros metálicos (incluidos cloruros de litio y de potasio) es descrito por Borberly et al. (G. Borbely, H. K. Beyer, L. Radics, P. Sandor, y H. G. Karge: Zeolitas (1989) 9, 428-431];

Gunter y H. Kuhl en "Crystallization of Low-Silica Faujasite" Zeolites (1987) 7, p451 describen un proceso para fabricar zeolitas-X de bajo contenido en sílice que comprende disolver aluminato de sodio en agua con la adición de NaOH y KOH. Se diluyó silicato de sodio con el resto del agua y se añadió rápidamente a la disolución de  $NaAlO_2$ -NaOH-KOH. A continuación, la mezcla gelificada se envejeció; y

Zeolitas que intercambian iones se explican en detalle en el capítulo 8 del extenso tratado de Breck (Donald W. Breck: "Zeolite Molecular Sieves", Pub. Wiley, New York, 1973). El intercambio de iones convencional de zeolitas se lleva a cabo poniendo en contacto la zeolita, en forma en polvo o en forma de aglomerado, utilizando procesos por lotes o procesos continuos, con disoluciones acuosas de sales de los cationes que se quiere introducir. Estos procedimientos se describen en detalle en el Capítulo 7 de Breck, y han sido revisados más recientemente por Townsend [R. P. Townsend: "Ion Exchange in Zeolites", en Studies in Surface Science and Catalysis, Elsevier (Amsterdam) (1991)].

El adsorbente puede ser selectivo a una temperatura de funcionamiento elevada (p. ej., desde aproximadamente 250° C hasta aproximadamente 800° C) para dióxido de carbono. Adsorbentes apropiados de este tipo conocidos en la técnica incluyen materiales promovidos por álcalis. Materiales promovidos por álcalis ilustrativos incluyen aquellos que contienen cationes de metales alcalinos tales como Li, Na, K, Cs, Rb, y/o metales alcalinotérreos tales como Ca, Sr, y Ba. Los materiales típicamente se pueden proporcionar como el hidróxido, carbonato, bicarbonato, acetato, fosfato, nitrato o compuesto de sales ácidas orgánicas de los metales alcalinos o alcalinotérreos. Dichos compuestos se pueden depositar sobre cualquier sustrato apropiado tal como la alúmina. Ejemplos de materiales específicos incluyen alúmina impregnada con carbonato de potasio e hidrotalcita promovida con carbonato de potasio.

También se pueden utilizar adsorbentes iónicos mixtos. Ejemplos, sin limitación, de adsorbentes iónicos mixtos apropiados incluyen zeolitas basadas en litio que contienen plata y cobre, tales como las descritas en la solicitud internacional de Yang et al. Nº PCT/US99/29666, con número de publicación internacional WO 00/40332.

#### *Desecantes*

La Patente de EE.UU. Nº 4.711.645 Kumar (AP), "Removal of water and CO<sub>2</sub> from atmospheric air" explica el uso de alúmina activada, zeolita (13X, 5A, mordenita de Na) para procesos de adsorción por oscilación de presión.

Ghosh, TK "Solid Dessicant Dehumidification System", Stud. Surf. Sci. Catal., Vol. 120 (1988), p. 879, explica procesos por oscilación de temperatura, y particularmente SiO<sub>2</sub>, alúmina activada, 13X y zeolita hidrofóbica para eliminación de H<sub>2</sub>O.

#### *VOC*

La Patente de EE.UU. Nº 5.968.235, Grime (Ransburg Corp.) "Method for VOC Abatement," explica geles de aluminato-silicato para eliminar VOCs.

#### *Pre-purificación de Aire*

Rege, SU, "Sorbents for Air Purification in Air Separation," Chem. Eng. Sci., 55 (2000) pp. 4827-4838 explica 13X, AA, clinoptilolita (K, Ca) para procesos de adsorción por oscilación de presión y de temperatura.

- 5 La Patente de EE.UU. Nº 5.052.188 Komarneni (Gas Res, Inst.), "Dessicant material for use in gas fired cooling and dehumidifying Equipment," explica zeolita de tipo Y para eliminación de H<sub>2</sub>O.

La Patente de EE.UU. Nº 667.560, Dunne (UOP), titulada "Ce-exchanged zeolite Y for water removal."

- 10 La Patente de EE.UU. Nº 4.702.749, Sircar (AP), "Techniques for surface oxidation of activated carbons," la cual explica la utilización de 13X y alúmina activada para adsorción por oscilación de presión y de temperatura.

- 15 La Patente de EE.UU. Nº 5.232.474, Jain (BOC) "Pre-purification of air," explica el uso de alúmina activada para separación de CO<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>O del aire.

La Patente de EE.UU. Nº 5.587.003, Bulow, Clinoptilolita, explica eliminación de CO<sub>2</sub> del aire para procesos de adsorción por oscilación de presión.

- 20 *Separación y Purificación de Hidrógeno*

La Patente de EE.UU. Nº 5.897.686, Golden (AP), "CO<sub>2</sub> removal from H<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> and CO" para procesos de adsorción por oscilación de presión utilizando 13X (1º), 3A (2º).

*Separación de CO y Olefinas*

- 25 La Patente de EE.UU. Nº 4.717.398 Pearce (BP Chemicals) explica zeolitas de CuY, Si/Al 1,5-3,0.

La Patente de EE.UU. Nº 3.789.106 Hay (l'Air Liquide) explica Mordenita de Cu.

- 30 La Patente de EE.UU. Nº 5.175.137, Golden (Air Products) explica Cu sobre alúmina activada, carbón

La Patente de EE.UU. Nº 4.917.711 (Peking Univ.), explica CuCl sobre zeolita, alúmina, sílice, carbón activado.

- 35 La Patente de EE.UU. Nº 3.497.462, Kruerke (Union Carbide) explica síntesis de zeolitas de Cu(I).

*Eliminación de CO<sub>2</sub>*

La Patente de EE.UU. Nº 5.980.611, Kumar (BOC), explica zeolita con Si/Al > 1,5 para eliminación de CO<sub>2</sub>.

- 40 La Patente de EE.UU. Nº 5.531.808, Ojo (BOC) "CO<sub>2</sub> removal from gas streams using LSX zeolite" explica muchos cationes diferentes.

*Eliminación de CO*

- 45 La Patente de EE.UU. Nº 4.765.808 Oigo explica BaX para eliminación de CO sobre N<sub>2</sub>.

*Purificación de CO<sub>2</sub>*

Chue, K.T. Ind. Eng. Chem. Res., 1995, 34, 591-598 explica carbón activado frente a 13X para recuperación de CO<sub>2</sub>

- 50 *Eliminación de CO en PSA mediante carbonos activados por Sn*  
Iyuke, S.E., Chem. Eng. Sci. 55 (2000) 4745-4755

*Chabazita*

- 55 La Patente de EE.UU. Nº 4.925.460, Coe (AP), explica chabazitas de litio.

La Patente de EE.UU. Nº 4.747.854, Maroulis explica materiales intercambiados con cationes, incluyendo Ca, Mg, Ni, Na y compara Ca X, Ca, Mordenita y Ca, chabazita.

- 60 La Patente de EE.UU. Nº 4.732.584, Coe, explica chabazita de Ca y purificación en lugar de separación en bruto.

Reacción de Desplazamiento del Gas de Agua

- 65 Se conoce [J.J. Verdonck, P.A. Jacobs, J.B. Uytterhoeven, "Catalysis by a Ruthenium Complex Heterogenized in Faujasite-type Zeolites: the Water Gas-Shift Reaction", J.C.S. Chem Comm., pp. 181-182, 1979] que los complejos de rutenio estabilizados dentro de zeolitas X o Y proporcionan mayor

actividad catalítica de desplazamiento de gas de agua que los catalizadores basados en cobre convencionales. Otros catalizadores de desplazamiento de gas de agua conocidos en la técnica incluyen platino soportado en óxido de cerio y carburos de metales de transición. Se utilizan catalizadores de hierro-cromo para reacciones de desplazamiento de gas de agua industriales a temperaturas mayores.

5 Solicitud de Patente de EE.UU. de Keefer et al. titulada "Systems and Processes for Providing Hydrogen to Fuel Cells," presentada el 26 de Octubre de 2001.

#### Purificación de Hidrógeno

10 Sircar, S. y Golden, T.C. – "Purification of Hydrogen by Pressure Swing Adsorption," Separation Sci and Technol, 35(5), pp. 667-687, 2000, la cual explica 5A y carbón activado.

Sircar, S. y Golden, T.C., Sep. Sci. Tech., Vol. 35, issue No. 5, p. 667 (2000), que hace referencia a adsorbentes estándar para procesos de adsorción por oscilación de presión.

15 Se pueden utilizar adsorbentes y catalizadores en Reactores Mejorados de Separación (SER, del inglés Separation Enhanced Reactors). Ejemplos de sistemas SER incluyen el reformado de metano con vapor de agua y la síntesis de amoníaco. El reformado de metano con vapor de agua se utiliza para producir hidrógeno a partir de gas natural. Un catalizador de reformado por vapor de agua (p. ej. níquel o un metal del grupo del platino soportado sobre alúmina) y un adsorbente de dióxido de carbono de alta temperatura son soportados en el reactor/elemento de adsorción. El adsorbente de dióxido de carbono puede estar basado en hidrotalcita promovida con carbonato de potasio como la desarrollada por J.R. Hufton, S.G. Mayorga y S. Sircar "Sorption Enhanced Reaction Process for Hydrogen Production", AIChEJ 45, 248 (1999)), u otro adsorbente de dióxido de carbono para alta temperatura igualmente efectivo en presencia de alta presión parcial de vapor de agua.

25 En el ejemplo de la síntesis de amoníaco, los reactivos son hidrógeno y nitrógeno, los cuales reaccionan para producir amoníaco. Un aparato a escala de laboratorio se operó con un único elemento de adsorción granular en la realización mecánica de la Patente de EE.UU. N° 4.702.903. El elemento de adsorción se cargó con catalizador de hierro reducido 301, zeolita 13-X y gel de sílice como los adsorbentes.

30 La deshidratación de Etanol se puede conseguir utilizando 3A(zeolita A de potasio).

Las zeolitas también están comercialmente disponibles de fuentes tales como Zeolyst, de Valley Forge, PA.

35 Materiales diferentes a las zeolitas se pueden utilizar solos o en combinación para formar estratificados y elementos de adsorción que comprenden material de lechada. Por ejemplo, el adsorbente puede ser un gel de alúmina o un carbón activo, incluidas fibras de carbono. El adsorbente puede ser catalíticamente activo, o puede incluir una mezcla de un catalizador. El material adsorbente también puede ser un precursor (p. ej., metacaolín) que se convierte en un adsorbente útil *in situ* después de la formación del estratificado, por ejemplo después de ser aplicado como recubrimiento sobre un soporte.

40 El material adsorbente se utiliza típicamente en forma de partículas finamente divididas, preferiblemente con una distribución de tamaños substancialmente uniformes, estrecha. Por lo general las partículas son de tamaño menor de 10 micras, más típicamente menor de 5 micras. El tamaño de partícula preferiblemente se selecciona para proporcionar difusión macroporosa apropiada.

#### 4. Materiales Adicionales

45 A las lechadas descritas se les pueden añadir materiales además de los descritos anteriormente. Un ejemplo de material de este tipo es un material orgánico polimérico, soluble en agua, de alto peso molecular, tal como un alcohol polivinílico de alto peso molecular. Los materiales de alto peso molecular típicamente se utilizan cuando se añade material de soporte a la lechada, en lugar de con materiales de soporte en los que la lechada se aplica al soporte. Estos materiales de alto peso molecular se añaden a las lechadas para mejorar la resistencia en verde del estratificado (es decir, la resistencia antes del horneado).

50 También se pueden utilizar agentes floculantes para formar las lechadas descritas. Los agentes floculantes se utilizan generalmente cuando el material de soporte se añade a la lechada. Un ejemplo de un agente floculante útil es almidón catiónico cuando se utiliza en combinación con material ligante, tal como sílice coloidal.

#### IV. Cantidades Relativas de Material en las Lechadas Descritas

55 Para lechadas que se aplican a material de soporte, un objetivo de la presente invención es incrementar la cantidad (es decir, la densidad determinada por masa de zeolita por unidad de área de soporte) de material adsorbente aplicada a un soporte. Esto requiere incrementar la cantidad de zeolita que se puede

añadir a la lechada. La descripción descrita ha incrementado significativamente la cantidad de material adsorbente que se puede aplicar a un soporte con respecto a las composiciones conocidas.

- 5 La fracción sólidos a líquido típica en las realizaciones descritas de lechadas de este tipo es aproximadamente 40% líquido/60% sólidos en peso. Un ejemplo de una composición de lechada de 2 litros que se ha aplicado a soportes para formar ciertas realizaciones de los estratificados descritos se proporciona a continuación en la Tabla 1.

10 Tabla 1

Material	Cantidad	Porcentaje en Peso Aproximado
1. Agua	1. 525 gramos	1. 21
2. Alcohol Isopropílico	2. 140 gramos	2. 6
3. Ludox HS40	3. 250 gramos	3. 10
4. Odorlok	4. 110 gramos	4. 4
5. Zeolita (que comprende aproximadamente 25% de agua por peso de zeolita)	5.1500 gramos	5. 59

#### V. Formación de la lechada

- 15 Lechadas de la invención descrita se prepararon en un mezclador de alta cizalladura. El orden en que se mezclan los materiales se puede variar, y el orden de mezclado no es crítico para la efectividad de la lechada formada.

- 20 Se añadieron todos los materiales no absorbentes para formar una mezcla homogénea. A continuación se añade lentamente, con mezclado continuado, el material adsorbente a la mezcla homogénea. A medida que se va añadiendo el material adsorbente, la viscosidad de la mezcla aumenta. La viscosidad de la lechada así formada, denominada en esta memoria lechada intermedia, es aproximadamente 230 centipoise (cps) a 25° C y para una velocidad del mezclador de aproximadamente 100 rpm, medida por un viscosímetro Brookfield.

- 25 Se utiliza un molino de bolas o de jarras para cambiar la distribución de tamaños de partículas de la lechada intermedia. Se colocan porciones de la lechada en contenedores que contienen agentes de triturado, tales como rocas cerámicas, y las jarras se colocan en un molino de jarras. El tiempo de procesamiento de la lechada intermedia por el molino de jarras varía dependiendo de varios factores, incluidos cantidad de lechada en la jarra, tamaño de las piedras de triturado, viscosidad inicial de la lechada, velocidad de rotación de la jarra, etc. Realizaciones de trabajo del proceso han triturado en húmedo los componentes de la lechada durante un periodo de tiempo de desde aproximadamente 10 minutos hasta aproximadamente 3 días, siendo un tiempo de trituración típico de desde aproximadamente 4 hasta aproximadamente 24 horas. Triturar la lechada intermedia reduce la viscosidad de la lechada desde una primera viscosidad a 25° C de más de aproximadamente 200 cps, típicamente de aproximadamente 230 cps, hasta una segunda viscosidad típicamente menor de aproximadamente 150 cps, por ejemplo de aproximadamente 140 cps.

- 40 La trituración de la lechada proporciona varias ventajas significativas para lechadas aplicadas a material de soporte. Cambiar la distribución de tamaños medios de partículas de la lechada intermedia incrementa la densidad del adsorbente en el estratificado. Además, cambiar la distribución de tamaños medios de partículas de la lechada intermedia produce un mejor estratificado con mayor resistencia y menos propensión a la generación de polvo.

#### VI. Materiales de Soporte Adsorbentes

- 45 Cualquier material al que se pueden aplicar las lechadas descritas para formar un estratificado y que a continuación puede ser útil en un dispositivo de separación de gases o en un dispositivo de reacción en fase gas, se puede utilizar como material de soporte. Tales materiales incluyen, sin limitación, fibras de vidrio, fibra de vidrio triturada, paño de fibra de vidrio, plástico reforzado con fibra de vidrio, lienzo de plástico reforzado con fibra de vidrio, fibras cerámicas, malla de alambre trenzado metálico, metal expandido, metal grabado en relieve, materiales sometidos a tratamiento superficial, incluyendo sin limitación metales sometidos a tratamiento superficial, lámina metálica, malla metálica, fibra de carbono, materiales celulósicos, materiales poliméricos, y combinaciones de estos materiales. También se pueden utilizar estructuras monolíticas, extruidas u otras, tales como la cordiorita. Los soportes recubiertos típicamente tienen dos superficies opuestas principales, y una de estas superficies o ambas pueden estar recubiertas. Véase la Figura 1, la cual ilustra tanto un recubrimiento 2 de doble cara como un recubrimiento 4 de una sola cara. El soporte 6 para ambos estratificados ilustrados es malla de alambre

de acero inoxidable. Los recubrimientos 2 de doble cara tienen un espesor de capa adsorbente designado como X en la Figura 1A. Los recubrimientos de una sola cara tienen un espesor de capa adsorbente designado como Y en la Figura 1B. Las hojas de soporte pueden ser hojas individuales, predimensionadas, o se pueden fabricar de una hoja continua de material. El espesor del sustrato más el adsorbente u otros materiales aplicados (tales como desecante, catalizador, etc.) típicamente va desde aproximadamente 10 micrómetros hasta aproximadamente 500 micrómetros, más típicamente desde aproximadamente 150 micrómetros hasta aproximadamente 300 micrómetros.

Los soportes de malla metálica proporcionan propiedades térmicas deseables de alta capacidad calorífica y alta conductividad que "iso-termalizan" el ciclo PSA para reducir las variaciones de temperatura que degradan el proceso cuando se realiza bajo condiciones más adiabáticas.

Las láminas metálicas se fabrican con control dimensional de espesor, muy preciso. Por tanto existe una necesidad de un método para recubrir láminas metálicas con una capa adsorbente delgada de espesor controlado con precisión, con necesaria buena adhesión. Un método para hacer esto es la deposición electroforética.

La lámina metálica puede estar compuesta de, sin limitación, aluminio, acero, níquel, acero inoxidable o aleaciones de los mismos.

La hoja de estratificado se puede conformar sobre un sustrato metálico cuya anchura es igual a la longitud del elemento de adsorción de estratificado en la dirección del flujo dentro del proceso PSA. La anchura del sustrato también podría ser un múltiplo integral de la longitud del elemento de adsorción, antes de conformar posteriormente el sustrato dándole el tamaño deseado. Es deseable que el recubrimiento de la hoja se aplique en la dirección ortogonal a la futura dirección del flujo después de la instalación, de modo que cualquier irregularidad del recubrimiento transversal se distribuya equitativamente en los canales de flujo. Después de que se haya recubierto un rollo de la lámina metálica, se puede secar y hornear (si se requiere) a una temperatura de desde aproximadamente 150° C hasta aproximadamente 800° C. El rollo se puede cortar en hojas del tamaño apropiado para ser ensambladas en el elemento de adsorción de estratificado.

De forma alternativa, el elemento de adsorción de estratificado se puede ensamblar a partir de una pluralidad de tiras que serán instaladas ortogonales a la dirección del flujo, y cuya anchura es una fracción de la longitud en la dirección del flujo instalada del elemento de adsorción de estratificado. Cada capa con forma de hoja consiste entonces en una pluralidad de tiras independientes. Canales de flujo a través del elemento de adsorción atravesarán de esta manera una pluralidad de estas tiras pasando desde el extremo de alimentación hasta el extremo de producto del elemento de adsorción. Las tiras se pueden preparar ventajosamente de diferentes materiales adsorbentes y/o materiales catalizadores cuando el proceso, por ejemplo un proceso PSA, requiera un elemento de adsorción estructurado en capas con diferentes adsorbentes y/o catalizadores en diferentes zonas a lo largo de la longitud de los canales de flujo. Por ejemplo, el adsorbente en la primera tira en el extremo de alimentación puede ser alúmina u otro desecante. Tiras adsorbentes situadas hacia el extremo de producto pueden utilizar adsorbentes más selectivos cuya función puede verse afectada negativamente por una humedad excesiva.

#### VII. Métodos para Conformar Estratificados

Por lo general, las velocidades de proceso exhiben resistencias a la transferencia de masa debido en parte a diferentes resistencias superficiales. Se utilizan estratificados para minimizar estas resistencias (a) proporcionando una elevada relación superficie a volumen, y (b) fabricando una estructura de espesor mínimo uniforme que soporta al adsorbente/catalizador activo.

#### Recubriendo el Material de Soporte

##### Recubrimiento con Rodillo

La Figura 2 muestra un aplicador de rodillo que se puede utilizar para aplicar composiciones de lechada descritas a una cara o a las dos caras del material de soporte. Con referencia a la Figura 2, un sistema 10 de aplicación de recubrimiento comprende un contenedor 12 para alojar lechada adsorbente. Un rodillo 14 soportado por, y que gira alrededor de, un eje 16 accionado por un motor (no mostrado), está situado de modo que una parte del rodillo está dentro de la lechada 18. Una banda móvil de material 20 de soporte es desplazada a través de una superficie 22 del rodillo 14 mojado por inmersión en la lechada 18. De esta manera, una cara de la banda móvil de material 20 de soporte se recubre con la lechada 18 adsorbente. Si el material 20 de soporte es poroso, por ejemplo con malla metálica, plástico reforzado con fibra de vidrio, o combinaciones de ellos, entonces el recubrimiento de una cara del soporte aplica de forma efectiva material de lechada a ambas caras del soporte. Sin embargo, no todos los materiales de soporte son porosos. Si se recubre sólo una cara de un material de soporte no poroso, entonces la cara no



recubierta puede actuar como un separador para separar las caras recubiertas una de la otra. De forma alternativa, una segunda cara de la banda móvil 20 se puede recubrir con el mismo material 18 de lechada, o con un material de lechada diferente, haciendo pasar la cara opuesta del material de soporte por encima del rodillo 14.

La Figura 3 ilustra un sistema 30 de aplicador de rodillo partido que se puede utilizar para aplicar diferentes composiciones de recubrimiento a diferentes secciones de un material de soporte. La realización ilustrada de un sistema 30 de aplicador de rodillo partido comprende un contenedor 32 que tiene una primera sección 34 para alojar a una primera composición adsorbente 36. El contenedor 32 también incluye una segunda sección 38 para alojar a una segunda composición adsorbente 40, la cual puede ser la misma que o diferente a la primera composición de lechada 36. De manera general, el sistema 30 de aplicador de rodillo partido se utiliza para aplicar dos composiciones de lechada diferentes a un soporte. Si se utilizan dos composiciones de lechada diferentes, entonces las secciones 34 y 38 están separadas la una de la otra por una pared o pantalla 42 para impedir que las composiciones adsorbentes 36 y 40 se mezclen.

En la sección 34 está situado un primer rodillo 44. En la sección 38 está situado un segundo rodillo 46. Los rodillos 44 y 46 pueden estar soportados por, y se pueden hacer girar alrededor de, un eje 48 común. De forma alternativa, los rodillos 42 y 44 pueden estar soportados por y pueden girar alrededor de ejes diferentes. Material de soporte 50, por ejemplo en forma de una hoja continua, es desplazado a través de una superficie 52 y 54 de los rodillos 44 y 46 a los que se aplican respectivamente composiciones adsorbentes 36 y 40 por giro de los rodillos a través de las composiciones.

Las composiciones adsorbentes se pueden bombear a una caja de alimentación 60 para aplicar composición de lechada a material de soporte. La Figura 4 ilustra una realización de una caja de alimentación 60, y la Figura 5 proporciona una vista explosionada de esta caja de alimentación. Un material de soporte móvil (no mostrado) es desplazado para que haga contacto con la composición de lechada, recubriendo de ese modo al menos una cara del material de soporte con composición adsorbente. La caja de alimentación 60 ilustrada comprendía un motor 62 acoplado a un eje 64. El eje 64 impulsa a un aplicador de rodillo, tal como el aplicador 30 de rodillo partido y el contenedor 32 explicados anteriormente. Una bomba (no mostrada) suministra composición de lechada adsorbente al contenedor 32. El contenedor 32 incluye cámaras de rebose 66a, 66b para sacar material de lechada del contenedor 32 a través de una ranura 68 e introducirlo en un depósito de lechada (no mostrado). Se utiliza una cuchilla 70 dosificadora para mantener la cantidad de lechada sobre el aplicador 30 de rodillo más o menos constante. La caja de alimentación 60 también incluye una cuchilla 72 de racleta por encima de la cual pasa el material de soporte. La cuchilla 72 de racleta se utiliza para eliminar el exceso de material de lechada del material de soporte.

Después de que el soporte se recubre con composición adsorbente, a continuación se seca para endurecer, y potencialmente curar, la composición situada sobre el material de soporte. El secado se puede conseguir mediante cualquier método apropiado, tal como calentamiento por convección, calentamiento por inducción, calentamiento IR, calentamiento por microondas, y combinaciones de estos métodos.

#### VIII. Canales de Flujo y Separadores

En los elementos de adsorción están definidos canales de flujo de gas para permitir flujo de gas a través de ellos. De manera general, los canales de flujo de gas deberían proporcionar baja resistencia a los fluidos junto con un área superficial relativamente grande. La longitud de los canales de flujo debería ser suficiente para confinar la zona de transferencia de masa, la cual es, al menos, función de la velocidad del fluido, y de la proporción de área superficial a volumen del canal. Preferiblemente los canales están configurados para minimizar la pérdida de carga en los canales. En muchos elementos, una fracción de flujo de fluido que entra en un canal en el primer extremo del elemento de adsorción no se comunica con ninguna otra fracción de fluido que entra en otro canal en el primer extremo hasta que las fracciones se recombinan después de salir por el segundo extremo. Se puede reconocer que la uniformidad de los canales es importante para garantizar que substancialmente todos los canales están siendo completamente utilizados, y que la zona de transferencia de masa está contenida de forma substancialmente equitativa. Los siguientes métodos para fabricar separadores proporcionan un método para fabricar separadores que tengan un conjunto de canales, y para fabricar los canales de dimensiones substancialmente uniformes.

Se pueden establecer canales de flujo de gas colocando hojas adsorbentes que tengan aberturas de flujo a través de ellas unas adyacentes a otras, y a continuación alternando al tresbolillo la alineación de dichas hojas para definir canales de flujo de gas. Esta realización es ilustrada por la Figura 26, la cual muestra una estructura 800 que tiene una primera hoja 802 adsorbente y una segunda hoja 804 adsorbente colocadas una adyacente a la otra. Cada hoja 802, 804 adsorbente define aberturas a través

de ella. Las aberturas ilustradas son substancialmente cuadradas, pero esto no es necesario para un funcionamiento correcto, y en vez de esto dichas aberturas podrían tener cualquier forma geométrica, incluyendo sin limitación, líneas o ranuras, aberturas redondas, aberturas rectangulares, etc.

Las hojas 802, 804 adsorbentes son substancialmente idénticas. Las hojas adsorbentes 802 y 804 están situadas para definir canales de flujo de gas sin necesidad de separadores entre las hojas adsorbentes. En la realización ilustrada, la hoja 802 se coloca primero, y a continuación a la hoja 804 se le da la vuelta y se la desplaza con respecto a la hoja 802. Esta disposición define canales de flujo de gas a través de la estructura.

También se pueden establecer canales de flujo entre por separadores que forman canales paralelos entre estratificados adyacentes. La anchura de los canales entre hojas adsorbentes adyacentes de los elementos de adsorción ha estado en el rango de desde aproximadamente 25% hasta aproximadamente 200% del espesor de la hoja adsorbente. Esta configuración tiene una pérdida de carga mucho menor que los elementos de adsorción peletizados empaquetados, y evita el problema de fluidización de los elementos de adsorción empaquetados. Las hojas adsorbentes tienen típicamente espesores en el rango de desde aproximadamente 50 hasta aproximadamente 400 micrómetros, y son suficientemente flexibles para admitir apilamiento o enrollado. Los sistemas separadores proporcionan la necesaria estabilidad frente a desviaciones o deformaciones incontroladas que degradan la uniformidad de los canales de flujo entre capas adyacentes de hojas adsorbentes.

Los separadores se fabrican de cualquier material elásticamente deformable, tal como cerámicas o metales, y se pueden aplicar a, introducir en, o hacerse integrales con las hojas de estratificado utilizando cualquier método apropiado. Por ejemplo, si se utilizan separadores cerámicos, los separadores se pueden aplicar a las hojas del estratificado proporcionando un cierto espesor y una cierta área de una lechada cerámica a las hojas del estratificado y curando la lechada para conformar los separadores. En particular, los separadores se aplican utilizando un método similar a la serigrafía o al estarcido. Se coloca una pantalla de estarcir por encima de la hoja de estratificado y se aplica la lechada por encima de la pantalla, por ejemplo por vertido, aplicación con brocha, serigrafía (por ejemplo utilizando una cuchilla de racleta), o pulverización. La pantalla de estarcir define aberturas para recibir a la lechada cerámica y, cuando se coloca sobre la hoja de estratificado, estas aberturas forman pozos encima de la hoja del estratificado. La lechada aplicada a la hoja de estratificado se recoge en los pocillos. De esta manera, los separadores son posicionados sobre una primera superficie de la hoja de estratificado por el patrón de aberturas dentro de la pantalla. Esto se ilustra en la Figura 6 con referencia a varias hojas 90 de estratificado. Cuando la lechada se cura, los separadores 92 se pegan a una primera superficie 94 de la hoja 90 de estratificado como se ilustra en la Figura 6a.

Los separadores pueden ser de cualquier tamaño y forma apropiados, incluyendo sin limitación, redondos, con forma de lágrima, con forma de doble lágrima, columnares, con forma de estrella, esféricos, etc. El espesor o la altura de los separadores determina la separación entre las hojas del estratificado, y el espesor de los separadores típicamente varía desde unos pocos micrómetros hasta varios milímetros. Los separadores pueden tener un espesor de aproximadamente 10 a 250 micrómetros, por ejemplo aproximadamente de 50 a 150 micrómetros. La anchura o el diámetro de los separadores puede variar desde unos pocos micrómetros hasta unos pocos centímetros. Las anchuras o los diámetros de los separadores pueden estar en el rango del milímetro, por ejemplo aproximadamente 1 a 10 milímetros o, generalmente aproximadamente 2 a 8 milímetros, y típicamente desde aproximadamente 3-5 milímetros. Todos los separadores pueden ser del mismo tamaño, o los separadores pueden variar de tamaño en toda la hoja del estratificado o en todo el elemento de adsorción.

Los separadores se pueden colocar sobre una primera superficie de la hoja del estratificado en un patrón aleatorio u ordenado. Por ejemplo, los separadores se pueden colocar en una cuadrícula ordenada con distancias sustancialmente idénticas separando cada separador de sus vecinos. De forma alternativa, los separadores se pueden colocar en una serie de círculos concéntricos, en un patrón sustancialmente lineal, o en cualquier otro patrón deseado.

Si los separadores se conforman sobre la hoja del estratificado utilizando una lechada cerámica u otra lechada, los separadores a continuación se endurecen y/o se curan, es decir, se dejan secar para formar una estructura elevada, la cual se puede utilizar para separar las hojas del estratificado unas de otras. Los separadores se pueden endurecer y/o curar a temperatura ambiente, aunque se puede aplicar calor durante el curado de los separadores, por ejemplo soplando aire templado o caliente por encima de los separadores, o utilizando IR, calentamiento por convección, calentamiento inductivo, etc. Además, se puede aplicar presión a los separadores para ayudar en el curado, si se desea.

Los separadores se pueden modificar a un perfil particular, por ejemplo por raspado, prensado con rodillos, estratificación con rodillo partido, calandrado o abrasión. Si los separadores se raspan o se

someten a abrasión, se puede utilizar una guía de altura para controlar el raspado o la abrasión para proporcionar una altura del separador más uniforme. Por ejemplo, encima de la hoja del estratificado se puede colocar una segunda pantalla de estarcir de espesor ligeramente menor que la pantalla de estarcir descrita anteriormente con un patrón de aberturas que se ajusta al patrón de separadores sobre la hoja del estratificado. A continuación los separadores se raspan o se someten a abrasión hasta la superficie de la segunda pantalla de estarcir.

Los separadores se pueden conformar grabando en relieve un patrón elevado de protuberancias o crestas (paralelas a los canales de flujo), de modo que la aplicación de un recubrimiento por encima de esas protuberancias o crestas establece los separadores. El conjunto del estratificado se debe configurar a continuación para evitar anidamiento de muescas macho y hembra, por ejemplo conformando cada hoja a partir de dos láminas, de las cuales sólo una está grabada en relieve mientras la otra permanece plana. De forma alternativa, se puede conformar un patrón elevado de capas metálicas mediante electroconformado o ataque químico de la lámina metálica. De forma alternativa, se puede fabricar un estratificado espiral en el que los separadores no se anidan.

De forma alternativa, se pueden proporcionar separadores como un conjunto fabricado independiente a instalar entre los estratificados.

La Figura 7 muestra un separador 101 conformado atacando químicamente una lámina metálica con una máscara fotolitográfica situada sobre ambas caras. Canales 102, 103 se crean mediante ataque químico pasante simultáneamente desde ambas caras para crear áreas abiertas, mientras que la máscara define en ambas caras nervios 104 del separador de espesor completo entre los canales. Se conforman montantes 105 laterales separados a intervalos atacando químicamente los montantes sólo desde una cara mientras están enmascarados en la otra cara. El borde 106 del separador se define por enmascaramiento desde ambas caras, con una anchura apropiada para su instalación, por ejemplo por pegado en la pila del estratificado de hojas y separadores alternantes.

La Figura 8 muestra un separador 110 que se puede fabricar de varias maneras. Por ejemplo, el separador 110 se puede fabricar (1) a partir de lámina metálica por ataque químico seguido por estratificación para reducir el espesor de los montantes 105, (2) por unión por difusión de tiras de lámina delgadas colocadas unas transversales a otras, o (3) mediante un moldeo termoplástico.

Las Figuras 9-12 muestran una estructura 300 de estratificado adsorbente. Hojas típicas 301 y 302 comprenden tiras adsorbentes, p. ej. 304 y 305, fabricadas con recubrimientos aplicados a ellas en ambas caras de cintas de sustrato, p. ej. 308. Las cintas tienen una anchura "w" en la dirección del flujo indicada por la flecha 310.

La Figura 10 ilustra un separador 320 de malla de alambre trenzado utilizado en cada canal de flujo 321, entre parejas adyacentes de hojas 301 y 302. Cada hoja en la realización representada comprende múltiples cintas o tiras 304 y 305, aunque se entenderá que el separador 320 descrito se puede utilizar como separadores con hojas continuas en lugar de hojas en forma de cintas. El separador 320 comprende alambres primero y segundo. Los alambres primero y segundo pueden tener el mismo diámetro, o pueden ser de diámetros substancialmente diferentes. Se han fabricado diferentes configuraciones de tamaños de diámetro de alambre, y posteriormente se han ensayado en aparatos PSA. Como se ilustra, alambres con diámetros, preferiblemente con alambres que definen canales que tienen un diámetro mayor para minimizar las restricciones al flujo en la dirección del flujo de fluido. Con referencia a la Figura 10, el separador 320 comprende primeros alambres rectos, de mayor diámetro, p. ej. 331 y 332, los cuales son ellos mismos los separadores. Los primeros alambres 331, 332 están separados a intervalos por una distancia "x" y están asegurados y espaciados lateralmente a intervalos iguales de distancia "y" por una pareja 333 de segundos alambres 334 y 335 de diámetro preferiblemente menor. La distancia "x" es mayor que la anchura "w" de la cinta por una distancia "g" que define un hueco 336 entre cintas adyacentes a lo largo del camino de flujo. La distancia "g" es ligeramente más de dos veces el diámetro de los segundos alambres 334 y 335, para proporcionar un hueco libre para que los segundos alambres se enrollen alrededor de los primeros alambres 331 sin interferencia con las cintas adsorbentes. Este hueco 336 entre cada pareja de cintas también proporciona ventilación entre todos los canales de flujo para igualación de presión y redistribución de flujo para minimizar la canalización en caso de cualquier mala distribución de flujo o de desviaciones por tolerancia.

#### IX. Elementos de adsorción

Las hojas del estratificado se pueden acoplar entre sí para conformar elementos de adsorción. Se han utilizado adhesivos para pegar hojas del estratificado entre sí. En algunos elementos, el adhesivo es un material cerámico, por ejemplo el mismo material utilizado para producir los separadores a fin de soportar posteriores operaciones a alta temperatura. En un elemento de este tipo, el material cerámico se puede diluir para formar el material adhesivo. El adhesivo se puede aplicar a las partes superiores de los

separadores o a una hoja de estratificado, por ejemplo a una segunda superficie de una hoja de estratificado. Si se aplica el adhesivo a las partes superiores de los separadores, el adhesivo se puede aplicar a todos los separadores, o a una parte apropiada de los separadores. Si se aplica adhesivo a una parte de los separadores, el adhesivo se puede aplicar de una manera aleatoria o de una manera ordenada a una cierta parte de los separadores. La parte de los separadores a la cual se aplica adhesivo puede depender de varios factores, tales como el tipo y la fuerza de adhesión del adhesivo utilizado, el número de separadores en la hoja del estratificado, y el tamaño y el área superficial de los separadores. Si se aplica adhesivo a la segunda superficie de una hoja del estratificado adyacente, toda el área superficial de la hoja, o sólo alguna parte de esa área superficial, se puede recubrir con adhesivo.

Las hojas del estratificado no tienen por qué pegarse entre sí utilizando adhesivos. Por ejemplo, tanto estratificados de malla metálica como estratificados enrollados en espiral pueden ser mantenidos en su sitio por fuerza de compresión.

Un elemento de adsorción se puede conformar a partir de cualquier número de estratificados, así como de hojas. Por ejemplo, los elementos de adsorción fabricados por apilado típicamente tienen desde aproximadamente 2 hasta aproximadamente 5000 hojas, y más típicamente desde aproximadamente 50 hasta aproximadamente 500 hojas. Las hojas se pueden pegar entre sí secuencialmente (es decir, las hojas primera y segunda se pegan entre sí para conformar una estructura y cada hoja adicional se añade a la estructura de manera individual) o en un grupo. Por ejemplo, varias hojas se pueden colocar unas adyacentes a otras y se pueden pegar entre sí al mismo tiempo. De forma adicional, dos o más grupos de hojas de estratificado se pueden pegar entre sí para conformar el elemento de adsorción.

Un elemento de adsorción ejemplar se puede conformar a partir de hojas de estratificado individuales acopladas entre sí para conformar una pila de hojas. Este elemento de adsorción, o ladrillo, se puede alterar o mecanizar para adaptarse a los requisitos del uso final. Por ejemplo, el ladrillo se puede cortar en segmentos más pequeños de cualquier tamaño o forma geométrica. De forma adicional, el ladrillo o los segmentos se pueden moldear.

Capas adsorbentes planas se pueden conformar como se ha descrito anteriormente, ya sea como hojas individuales, predimensionadas, o como hojas que se pueden cortar a tamaños y formas deseados. De forma alternativa, la capa adsorbente se puede conformar sobre una hoja continua. De esta forma, se pueden fabricar diferentes geometrías y elementos de adsorción diferentes.

Por ejemplo, la Figura 13A muestra un molde 200 cilíndrico o redondo alrededor del cual, o sobre el cual, están moldeadas varias hojas adsorbentes 202a-202c separadas por separadores 204. Se pueden utilizar moldes de otras formas, por ejemplo cuadrados, triangulares, octogonales, ovalados, con forma ondulada, u otras formas geométricas deseadas. Una primera hoja adsorbente 202a de este tipo que tiene separadores 204 se coloca adyacente a una superficie 206 exterior del molde 200. Se aplica material adhesivo a todos los separadores o a una parte de ellos, o sobre una segunda hoja 202b adsorbente. La segunda hoja 202b adsorbente se coloca alrededor del molde 200 y encima de los separadores 204 de la primera hoja 202a adsorbente. Se hace que este proceso continúe para proporcionar tantas capas de hoja adsorbente como se desee. Una hoja 207 adsorbente adicional con o sin separadores 204 (Figura 13B) se puede colocar alrededor del molde encima de toda la estructura. Un elemento 208 de adsorción se puede conformar como se ilustra en la Figura 13B colocando todas las capas adsorbentes deseadas en posición alrededor del molde y curando toda la estructura, o en serie después de que se añada cada capa a la estructura, o de manera intermitente después de que se añadan dos o más capas a la estructura. El paso de endurecimiento y/o curado se puede realizar utilizando calor.

También se pueden conformar elementos adsorbentes espirales, como se ilustra en la Figura 14A. El elemento espiral 400 descrito se conformó enrollando en espiral una hoja 410 continua de material de soporte recubierta con material adsorbente y que tiene varios separadores 202 situadas sobre ella. Se coloca material adhesivo sobre algunos de los separadores 202 o sobre todos ellos, o de forma alternativa sobre el material 410 de hoja, antes de enrollar la hoja continua, y se cura el adhesivo. Una vez que el elemento de adsorción configurado en espiral está conformado, los separadores dentro de la estructura típicamente están alineados uno encima del otro, separados por material de soporte, sobre una línea que corta por la mitad a espirales adyacentes desde una superficie exterior hasta el centro. También pueden ser posibles otras configuraciones de separador sobre arrollamientos adyacentes, tales como varios separadores de un primer arrollamiento que están desalineados con respecto a los separadores situados en enrollamientos adyacentes, o varios separadores que forman patrones de separador seleccionados cuando se ven en sección transversal a través del elemento de adsorción configurado en espiral.

Una vez que un elemento de adsorción configurado en espiral está conformado, entonces se puede utilizar por sí mismo, se puede apilar con otros elementos de adsorción, o se puede utilizar para conformar microelementos de adsorción independientes, multisegmentados, enrollados en espiral. La

configuración espiral también se puede cortar en otras geometrías deseadas, como la ilustrada en la Figura 14B. Se puede conseguir el mismo efecto colocando barreras de flujo sobre el material de soporte. El material de las barreras puede ser el mismo material que se utiliza para conformar los soportes y/o el adhesivo. Para conformar las barreras, se deposita cerámica u otro material sobre una línea transversal a la dirección de la máquina a medida que se enrolla una hoja continua.

Estratificados enrollados en espiral como los ilustrados en las Figuras 14A y 14B típicamente están contenidos en cámaras de contención, tales como la cámara de contención 412 ilustrada en la Figura 14C en sección transversal. La Figura 14C ilustra un estratificado 414 enrollado alrededor de un mandril 416. Los estratificados enrollados en espiral se han utilizado sin impedir el movimiento del mandril 416 como resultado de presiones diferenciales aplicadas en los extremos primero y segundo del estratificado. El resultado ha sido una degradación mecánica del estratificado, por ejemplo por abrasión de material adsorbente del soporte. La degradación mecánica se ha eliminado sustancialmente impidiendo el movimiento del mandril 416 con la cámara de contención como se describe con referencia adicional a las Figuras 14C y 14D.

La cámara de contención 412 y el mandril 416 ilustrados se fabricaron de acero inoxidable, pero se podrían fabricar de materiales adicionales, particularmente metales y aleaciones metálicas, pero materiales adicionales de este tipo como cerámicas y materiales poliméricos. El material adsorbente utilizado para conformar el estratificado 414 típicamente se activa después de su inserción en la cámara 412 de contención. En estos casos, tanto la cámara 412 de contención como el mandril 416 deben ser suficientemente robustos para soportar la temperatura de activación del adsorbente, por ejemplo temperaturas de aproximadamente 250° C y mayores. Para materiales adsorbentes que se pueden activar a temperaturas menores, el material utilizado para conformar la cámara 412 de contención y el mandril 416 puede ser diferente a metales, aleaciones metálicas, cerámicas, etc.

La Figura 14C ilustra además el uso de una araña 418, mostrada en detalle en la Figura 14D. Con referencia a la Figura 14D, la araña 418 es un dispositivo unitario, de nuevo típicamente fabricado de metal o aleaciones metálicas, tal como acero inoxidable, que tiene un anillo 420 exterior, un anillo 422 interior y varios radios 424. Los radios 424 definen varios canales 426 de paso de flujo. Avanzando desde un lado izquierdo, la Figura 14C muestra que la cámara 412 de contención de estratificados ensamblados también incluye un disco 428 de retención de alambre y un filtro 430, tal como un filtro de malla metálica. Un elemento de fijación, tal como un perno 432, se utiliza para acoplar la araña 418, un disco 428 de retención de alambre y el filtro 430 al mandril 416. El disco 428 de retención y el filtro 430 son opcionales, y la araña 418 se puede utilizar sola. El ejemplo ilustrado incluye un mandril 416 roscado, el cual aloja al perno 432 para asegurar estos componentes al mandril. En la realización ilustrada, ambos extremos de la cámara 412 de contención están configurados de forma idéntica para que tengan arañas 418, discos 428 de retención de alambre y filtros 430. De forma alternativa, se podría utilizar una única araña en un extremo del dispositivo, o varios estratificados enrollados en espiral podrían estar contenidos en una cámara de contención estando situadas una o más arañas entre los estratificados enrollados en espiral para impedir movimiento axial. Como otra realización más, uno o más estratificados enrollados en espiral se podrían colocar en el interior de una cámara de contención, y a continuación se podría aplicar una fuerza de compresión concéntrica sustancialmente uniforme a la cámara de contención para deformarla alrededor del uno o más estratificados para impedir el movimiento axial de los enrollamientos. Para impedir aún más el movimiento del estratificado y para impedir flujo de gas fuera de la cámara 412 de contención, un reborde de material (no ilustrado), tal como un material cerámico, se puede colocar alrededor de la circunferencia interior de la cámara de contención. Se pueden utilizar otros métodos de fijación, tales como un resalte integrado en la cámara 412 (no ilustrado). Los anillos 428 de filtro hacen contacto entonces con este reborde cuando la cámara de contención está ensamblada.

Las personas con experiencia ordinaria en la técnica se darán cuenta de que se pueden utilizar diferentes métodos de contención en combinación con estratificados enrollados en espiral. Por ejemplo, se pueden utilizar arañas configuradas de diferentes maneras. Cualquier estructura de este tipo que soporta a un estratificado espiral y a un mandril para impedir movimiento axial relativo de uno o preferiblemente de ambos, y que permite distribución de flujo de fluido por todo el estratificado, es apropiada.

Las Figuras 15A y 15B muestran otra realización 450 más de un elemento de adsorción que se puede conformar colocando varias hojas de estratificado 452a-452e adyacentes unas a otras en una pila. Cada una de las hojas 452 incluye varios separadores 454 adheridos a una superficie de la misma. Sin embargo, a diferencia de otras hojas descritas, los separadores 454 no tienen una altura uniforme. En vez de esto, la altura del separador aumenta desde un primer extremo 456 de una hoja 452 hasta un segundo extremo 458 de la hoja. A continuación, varias hojas 452 de este tipo se apilan y se pegan, es decir, colocando adhesivo sobre algunos o todos los separadores 454, o colocando adhesivo sobre parte o toda de una porción de la superficie inferior de las hojas 452. La pila se pega a continuación para conformar un elemento de adsorción que se extiende radialmente como se ilustra en la Figura 15B (separadores no

mostrados). Típicamente se introduce gas de alimentación en el interior del dispositivo PSA que contiene al elemento de adsorción hasta las capas adsorbentes adyacentes al segundo extremo de las capas de soporte, es decir, esa zona en la que los separadores tienen la máxima altura. A continuación, se extrae producto por el primer extremo.

En algunas aplicaciones, tales como aparatos PSA o de reactor situados a bordo de un vehículo, las cargas de choque y de vibración son mucho más frecuentes y fuertes que en aplicaciones comerciales estacionarias. El uso de estratificados y separadores proporciona una estructura que es más robusta que un elemento de adsorción empaquetado en forma de bolas o peletizado y, por tanto, proporcionan beneficios adicionales más allá del tamaño, el peso, el coste, y la pérdida de carga.

#### X. Aberturas de ventilación

Las Figuras 16 y 17 ilustran un elemento de adsorción 500 que comprende una pluralidad de estratificados 502. Los estratificados 502 están separados, por ejemplo por separadores (no mostrados), para conformar canales de flujo 504 entre estratificados adyacentes. En el elemento de adsorción 500 están definidas varias aberturas 506 de ventilación que permiten comunicación fluida entre canales de flujo 504. Cuando se hace fluir una mezcla de gases a través de los canales de flujo 504 en la dirección X o en la dirección Y, al menos una parte de la mezcla de gases puede fluir a través de las aberturas de ventilación 506 en la dirección Z si existe un diferencial de presión o de concentración a través de los canales de flujo. Este flujo en la dirección Z mejora el mezclado de flujo e iguala la presión, la concentración de los constituyentes, y los frentes de flujo a través del elemento de adsorción 500. Se ha encontrado que una estructura adsorbente que tiene aberturas de ventilación que permiten flujo de gas entre los canales de flujo produce como resultado mayor productividad y recuperación en separación de gases por adsorción en comparación con una estructura adsorbente sin estas aberturas. Las aberturas de ventilación pueden ser aleatorias o pueden estar alineadas en una dirección particular, por ejemplo en la dirección Z, o colocadas al tresbolillo. Aberturas alineadas en la dirección Z proporcionan resultados significativamente mejorados con relación a estratificados sin aberturas de ventilación.

La cantidad de aberturas de ventilación utilizadas para una realización particular se puede indicar con referencia a la cantidad de área superficial de una estructura particular que es aberturas de ventilación. Las aberturas de ventilación probablemente son sólo necesarias porque la estructura física de un elemento de adsorción no está suficientemente controlada para impedir que aparezcan diferencias de presión y de concentración. En un sistema perfecto, no se utilizaría ninguna abertura de ventilación, y por tanto el área de las aberturas de ventilación sería 0%. Sin embargo, sistemas perfectos no se consiguen fácilmente, si es que llegan a conseguirse. Las aberturas de ventilación se utilizan para reducir los requisitos de proceso de canales substancialmente idénticos. Como resultado, el área total de las aberturas 506 para ciertos estratificados descritos fue de manera deseable de aproximadamente 1 por ciento hasta aproximadamente 3 por ciento del área total de un estratificado. Las aberturas pueden estar separadas a intervalos iguales y alineadas en la dirección X y en la dirección Y, o de forma alternativa, las aberturas 506 pueden estar situadas en un patrón al tresbolillo. También se debería entender que no existe ningún requisito en cuanto a la disposición de las aberturas 506.

Las aberturas 506 se pueden conformar en el estratificado 502 mediante cualquier método apropiado. Por ejemplo, las aberturas 506 se pueden conformar taladrando o perforando orificios en el estratificado 502. De forma alternativa, en casos en los que se conforma un estratificado 502 aplicando una lechada de material adsorbente a un soporte, las aberturas 506 se pueden conformar perforando orificios a través de la hoja adsorbente por soplado con fluido comprimido. Se pueden utilizar plantillas para conformar las aberturas.

Dos o más elementos de adsorción diferentes se pueden colocar para proporcionar elementos de adsorción en serie a lo largo de un camino de flujo.

#### XI. ACTIVANDO ESTRATIFICADOS Y/O ELEMENTOS DE ADSORCIÓN

Estratificados y elementos de adsorción producidos como se ha descrito anteriormente pueden necesitar ser sometidos a procesamiento adicional antes de su uso. Por ejemplo, los estratificados se pueden calentar para volatilizar materiales volátiles no esenciales. Ejemplos de métodos de calentamiento incluyen convección, inducción, microondas, IR, calentamiento asistido por vacío, etc. Se han desarrollado procesos continuos mediante los cuales una hoja continua de material es transportada a través de un horno continuo. El estratificado se puede someter a un programa de calentamiento en rampa para evitar daño térmico provocado por materiales no esenciales vaporizados. A menudo, la utilización de un gas de purgado para transportar materiales a medida que son liberados de los materiales adsorbentes también facilita el proceso.

## XII. Ejemplos

Los siguientes ejemplos se proporcionan para ayudar a ilustrar la presente invención. El alcance de la presente invención no debería estar limitado a aquellos rasgos ejemplificados.

## 5 Ejemplo 1

Este ejemplo se refiere a los efectos que las aberturas de ventilación tienen sobre estratificados fabricados de acuerdo con la presente invención. Se conformaron aberturas en estratificados fabricados como se describe en esta memoria. El área total de las aberturas se expresa como un porcentaje del área del estratificado. Estos estratificados se ensayaron en un aparato PSA con movimiento de vaivén y se compararon con estratificados intactos, es decir, estratificados sin aberturas, bajo las mismas condiciones de funcionamiento, tales como presiones de alimentación y de escape. Los resultados se explican a continuación.

La Figura 18 es un dibujo esquemático de un ejemplo de una plantilla utilizada para fabricar los estratificados dotados de aberturas explicados a continuación.

Las Tablas 3 (control) y 4 (estratificados con aberturas) presentan datos relativos a recuperación (%) frente a productividad normalizada (volumen/volumen/hora) para una pureza de oxígeno del 90% y comparan los resultados de estratificados rectangulares fabricados como se describe en esta memoria que tienen aberturas de ventilación fabricadas perforando orificios a través del estratificado por soplado con aire comprimido frente a estratificados sin aberturas de ventilación. El control tenía un espesor del separador/substrato de 0,66, mientras que el espesor del separador/substrato del estratificado con aberturas era de aproximadamente 0,68. Las Tablas 3 y 4 muestran que la productividad para una recuperación particular se incrementó para hojas dotadas de aberturas frente a hojas adsorbentes sin aberturas de ventilación.

Tabla 3 – Control Sin Aberturas

CPM	RECUPERACIÓN (%)	PRODUCTIVIDAD FRACCIONAL
30	63,2	0,45
125	41,3	1,00

30

Tabla 4 – Estratificado Con Aberturas

CPM	RECUPERACIÓN (%)	PRODUCTIVIDAD FRACCIONAL
30	66,8	0,48
125	41,3	1,00

Las Tablas 5-7 proporcionan datos para recuperación frente a productividad para una pureza de oxígeno del 90% para estratificados rectangulares que tienen aberturas de ventilación aleatorias y alineadas fabricadas perforando orificios a través de los estratificados por soplado con aire comprimido en comparación con un control sin aberturas de ventilación. Los estratificados con aberturas tenían un área total de aberturas de ventilación de aproximadamente 0,99%. Las Tablas 5-7 indican que las aberturas de ventilación alineadas en la dirección Z mejoran significativamente la recuperación y la productividad con relación a un control a los mismos ciclos por minuto.

40

Tabla 5 – Control Sin Aberturas

CPM	RECUPERACIÓN (%)	PRODUCTIVIDAD FRACCIONAL
30	70,5	0,487
125	39,4	0,999

45

Tabla 6 – Estratificado con Aberturas Aleatorias

CPM	RECUPERACIÓN (%)	PRODUCTIVIDAD FRACCIONAL
30	69,3	0,476
125	40,3	0,984

Tabla 7 – Estratificado con Aberturas Alineadas en la Dirección Z

CPM	RECUPERACIÓN (%)	PRODUCTIVIDAD FRACCIONAL
30	73,1	0,461
125	45,1	1,00

Las Tablas 8-10 proporcionan datos de rendimiento para pureza de oxígeno del 90% para estratificados de plástico reforzado con fibra de vidrio muy cargados que tienen aberturas de ventilación que fueron alineadas en la dirección z y colocadas al tresbolillo en la dirección y, o que fueron alineadas en ambas direcciones z e y, en comparación con un control sin aberturas de ventilación. Los estratificados con aberturas tuvieron un área de abertura de ventilación total de aproximadamente 0,97%. Las Tablas 8-10 muestran que la productividad para una recuperación particular se redujo para estratificados con aberturas frente a estratificados sin aberturas de ventilación.

Tabla 8 – Control Sin Aberturas

CPM	RECUPERACIÓN (%)	PRODUCTIVIDAD FRACCIONAL
30	58,5	0,662
125	34,6	1,00

Tabla 9 – Estratificado Con Aberturas Alineadas en la Dirección Y

CPM	RECUPERACIÓN (%)	PRODUCTIVIDAD FRACCIONAL
30	58,8	0,663
125	33,9	0,943

Tabla 10 – Estratificado con Aberturas al Tresbolillo en la Dirección Y

CPM	RECUPERACIÓN (%)	PRODUCTIVIDAD FRACCIONAL
30	58,0	0,647
125	34,1	0,959

Las Tablas 11-15 proporcionan datos de rendimiento para pureza de oxígeno del 90% para estratificados de plástico reforzado con fibra de vidrio que tienen aberturas de ventilación en comparación con un control sin aberturas de ventilación. Los estratificados con aberturas de ventilación se apilaron de cuatro maneras diferentes, alineados en la dirección z, colocados al tresbolillo en dirección z, alineados en dirección z con uno de cada dos estratificados sin aberturas de ventilación, y colocados al tresbolillo en dirección z con uno de cada dos estratificados sin aberturas de ventilación.

Las Tablas 11-15 proporcionan datos para recuperación frente a productividad para los estratificados anteriormente mencionados con aberturas de ventilación en comparación con un control sin aberturas de ventilación. Las Tablas 11-15 muestran que la productividad a una recuperación particular se redujo para estratificados con aberturas que estaban alineadas en la dirección z y que estaban intercaladas, siendo una de cada dos hojas una hoja sin aberturas de ventilación. Las otras combinaciones de estratificado tuvieron mayor productividad a una recuperación particular frente a estratificados sin aberturas de ventilación.

Se observaron tendencias similares para pureza de oxígeno del 70%.

Tabla 11 – Control Sin Aberturas

CPM	RECUPERACIÓN (%)	PRODUCTIVIDAD FRACCIONAL
30	69,7	0,635
90	60,3	0,981



Tabla 12 – Estratificado Con Aberturas Alineadas en la Dirección Z

CPM	RECUPERACIÓN (%)	PRODUCTIVIDAD FRACCIONAL
30	76,3	0,598
90	64,6	0,931

5

Tabla 13 – Estratificado con Aberturas al Tresbolillo en la Dirección Z

CPM	RECUPERACIÓN (%)	PRODUCTIVIDAD FRACCIONAL
30	78,8	0,572
90	65,4	0,888

10

Tabla 14 – Estratificado Con Aberturas Intercaladas Alineadas en la Dirección Z

CPM	RECUPERACIÓN (%)	PRODUCTIVIDAD FRACCIONAL
30	70,3	0,652
90	59,7	0,983

Tabla 15 – Estratificado con Aberturas Intercaladas al Tresbolillo en la Dirección Z

CPM	RECUPERACIÓN (%)	PRODUCTIVIDAD FRACCIONAL
30	69,2	0,657
90	60,0	1,000

15

**Ejemplo 2**

Este ejemplo se refiere a un estratificado adsorbente y a los resultados obtenidos utilizando dicho paquete como se proporciona más adelante en la Tabla 16. Se fabricó un paquete adsorbente rectangular utilizando métodos como los descritos en esta memoria. El paquete rectangular incluía desecante de alúmina activada y una zeolita intercambiada con litio aplicados a un sustrato de plástico reforzado con fibra de vidrio. A diferencia del Ejemplo 1, se utilizaron separadores impresos con una altura de 125 micrómetros en lugar de separadores de malla metálica. Este paquete se ensayó como un único paquete en un aparato de ensayo de válvula rotativa, de lecho estacionario, con una presión de alimentación de entre aproximadamente 3 y 11 psig operando a las velocidades de ciclo expuestas en la Tabla 16.

25

Tabla 16

CPM	Pureza de O <sub>2</sub> (%)	Recuperación (%)	PRODUCTIVIDAD (v/v·hora)
30	90	38,2	773
148	90	34,7	1943

El paquete rectangular de este ejemplo experimentó aproximadamente la mitad de pérdida de carga en comparación con otras configuraciones de estratificado. Además, la utilización de separadores impresos en lugar de separadores de malla de alambre reduce el peso del paquete y proporciona una reducción de coste significativa. Los separadores impresos también permiten la formación de paquetes pegados en lugar de paquetes no pegados fabricados utilizando separadores de malla metálica. Los paquetes pegados se pueden conformar, y a continuación se pueden cortar dándoles cualquier forma deseada, y también son más fáciles de manipular en comparación con paquetes no pegados.

35

**Ejemplo 3**

Este ejemplo se refiere a un estratificado adsorbente y a los resultados obtenidos utilizando dicho paquete para purificación de hidrógeno presentados en la Tabla 17. Se fabricó un paquete adsorbente enrollado en espiral utilizando métodos descritos en esta memoria. El paquete enrollado en espiral incluía alúmina activada (AA), zeolita 3X, y zeolita SZ5. Para fabricar el paquete se utilizaron tanto un sustrato en forma de malla como separadores de malla. Un aparato con 8 lechos de este paquete enrollado en espiral se ensayaron entonces de manera simultánea en un aparato de ensayos de lecho rotativo capaz de proporcionar reflujo de producto ligero. La presión de alimentación fue de aproximadamente 100 psig. Los resultados de este estudio utilizando una composición de gas de alimentación de gas de síntesis con

40

45

aproximadamente 75% de H<sub>2</sub> se proporcionan a continuación en la Tabla 17. El rendimiento de la industria estándar tiene valores de recuperación de entre aproximadamente 75% hasta aproximadamente 85%, con valores de productividad de aproximadamente 150 v/v-hora.

5

Tabla 17

CPM (ciclos por minuto)	Pureza de H <sub>2</sub> (%)	Concentración de CO (PPM)	Recuperación (%)	Productividad (v/v-hora)
30	99,9	100	69,4	3982
81	99	100	58,5	9273

10 Los ejemplos 1-3 ilustran que se pueden fabricar paquetes de diferentes configuraciones geométricas, incluyendo sin limitación, estructuras trapezoidales, rectangulares y enrolladas en espiral. Se pueden utilizar diferentes sustratos, por ejemplo plástico reforzado con fibra de vidrio y materiales metálicos, a los cuales se pueden aplicar uno o más adsorbentes y/o desecantes para conformar los estratificados. Se pueden fabricar separadores utilizando una variedad de métodos, incluyendo separadores de malla metálica, y separadores impresos, y se puede mantener el rendimiento del paquete. Dichos paquetes se pueden utilizar para diferentes procedimientos de separación de gases, tales como purificación de oxígeno y de hidrógeno. Se pueden fabricar paquetes principalmente para uso a presiones relativamente bajas, tales como los paquetes trapezoidales y rectangulares descritos, o para aplicaciones a alta presión, tales como los paquetes enrollados en espiral descritos en el Ejemplo 3, los cuales están contenidos dentro de una cubierta que permite aplicaciones a mayor presión. Cualquiera de los paquetes descritos se puede utilizar solo, o en combinación con múltiples paquetes, ya sean de la misma configuración o de configuraciones diferentes, o se puede utilizar para temperaturas ambiente o relativamente bajas, o a temperaturas relativamente altas.

### XIII. APARATOS PSA EJEMPLARES

25 Los estratificados/elementos de adsorción descritos en esta memoria se pueden utilizar ventajosamente con dispositivos de adsorción por oscilación de presión. Un ejemplo de un dispositivo PSA apropiado se ilustra en las Figuras 26-30. La Figura 19 muestra un módulo 600 PSA rotativo, particularmente apropiado para generación de oxígeno a menor escala. El módulo 600 incluye un número "N" de elementos de adsorción 602 dentro de un cuerpo 604 de carcasa del elemento de adsorción.

30 Cada elemento de adsorción 602 tiene un primer extremo 606 y un segundo extremo 608, con un camino de flujo entre ellos que hace contacto con un adsorbente, tal como un adsorbente selectivo para nitrógeno. Los elementos de adsorción 602 se despliegan en una matriz axisimétrica alrededor del eje 607 del cuerpo de carcasa del elemento de adsorción. El cuerpo 604 de carcasa es capaz de movimiento rotativo relativo alrededor del eje 607 con cuerpos funcionales primero 608 y segundo 609, estando engranado a través de una primera cara 610 de válvula con el primer cuerpo 608 funcional al cual se suministra aire de alimentación y del cual se extrae aire enriquecido en nitrógeno como el producto pesado, y a través de una segunda cara 611 de válvula con el segundo cuerpo 609 funcional del cual se extrae aire enriquecido en oxígeno como el producto ligero.

40 En el aparato representado en las Figuras 19-25, la carcasa 604 del elemento de adsorción gira y en lo que sigue se le denominará rotor 604 del elemento de adsorción, mientras que los cuerpos funcionales primero y segundo son estacionarios y constituyen juntos un conjunto 612 de estator del módulo. Al primer cuerpo funcional se le denominará en lo que sigue primer estator 608 de válvula, y al segundo cuerpo funcional se le denominará en lo que sigue segundo estator 609 de válvula.

50 En la realización mostrada en las Figuras 19-25, el camino de flujo a través de los elementos de adsorción es paralelo al eje 607, de modo que la dirección del flujo es axial. Las caras de válvula primera y segunda se muestran como discos anulares planos normales al eje 607. De manera más general la dirección del flujo en los elementos 603 de adsorción puede ser axial o radial, y las caras de válvula primera y segunda pueden ser cualquier figura de revolución centrada en el eje 607. Los pasos del proceso y los compartimentos funcionales a definir estarán en la misma relación angular con independencia de una dirección de flujo radial o axial en los elementos de adsorción.

55 Las Figuras 20-25 son secciones transversales del módulo 601 en los planos definidos por las flechas 612-613, 614-615, y 616-617. La flecha 620 en cada sección muestra la dirección de giro del rotor 604.

60 La Figura 20 muestra la sección 612-613 de la Figura 19, que cruza el rotor del elemento de adsorción. Aquí, "N" = 72. Los elementos 603 de adsorción están montados entre la pared 621 exterior y la pared 622 interior de la rueda 808 del elemento de adsorción. Cada elemento de adsorción comprende un paquete 603 plano rectangular de hojas 623 adsorbentes, con separadores 624 entre las hojas para definir canales de flujo en la

dirección axial. Se proporcionan separadores 625 entre los elementos de adsorción para rellenar espacio vacío e impedir fugas entre los elementos de adsorción. Las hojas adsorbentes comprenden un material de refuerzo como se explica en esta memoria. Para separación de aire para producir oxígeno enriquecido, los adsorbentes típicos son zeolitas X, A o de tipo chabazita, típicamente intercambiadas con litio, calcio, estroncio, magnesio y/u otros cationes, y con proporciones silicio/aluminio optimizadas. Los cristales de zeolita están unidos con sílice, arcilla y otros ligantes, o unidos consigo mismos, dentro de la matriz de hojas adsorbentes.

Los espesores de hoja pueden ser de aproximadamente 150 micras, con alturas de los separadores en el rango de desde aproximadamente 10 hasta aproximadamente 300 micras, más típicamente desde aproximadamente 75 hasta aproximadamente 175 micras, y longitud de los canales de flujo del elemento de adsorción de aproximadamente 20 cm. Utilizando zeolitas de tipo X, se ha conseguido excelente rendimiento en separación de oxígeno del aire a frecuencias de ciclo de PSA en el rango de 30 a 150 ciclos por minuto.

La Figura 21 muestra la conexión del rotor 604 en las caras de válvula primera y segunda respectivamente en los planos definidos por las flechas 614-615, y las 616-617. Un puerto 630 del elemento de adsorción proporciona comunicación fluida directamente desde el primer o el segundo extremo de cada elemento de adsorción hasta respectivamente la primera o segunda cara de válvula.

La Figura 22 muestra la primera cara 700 de válvula de estator del primer estator 608 en la primera cara 610 de válvula, en el plano definido por las flechas 614-615. Se muestran conexiones de fluido con un compresor 701 de alimentación que induce aire de alimentación desde el filtro 702 de entrada, y con un extractor 703 que suministra segundo producto enriquecido en nitrógeno a un segundo conducto 704 de suministro de producto. El compresor 701 y el extractor 703 se muestran acoplados a un motor 705 de accionamiento.

La flecha 20 indica la dirección de giro del rotor del elemento de adsorción. En la cara de válvula anular entre las juntas circunferenciales 706 y 707, el área abierta de la primera cara 700 de válvula de estator conectada a los compartimentos de alimentación y escape se indica mediante segmentos angulares no sombreados 711-716 correspondientes a los primeros puertos funcionales que comunican directamente con compartimentos funcionales identificados por los mismos números de referencia 711-716. El área substancialmente cerrada de la cara 700 de válvula entre compartimentos funcionales se indica mediante sectores sombreados 718 y 719, los cuales son correderas con huelgo cero, o preferiblemente con un huelgo estrecho para reducir el rozamiento y el desgaste sin fugas excesivas. Un sector 718 cerrado típico proporciona una transición para un elemento de adsorción, entre estar abierto al compartimento 714 y estar abierto al compartimento 715. Un canal de huelgo de sección decreciente entre la corredera y la cara de sellado proporciona apertura gradual, para conseguir igualación suave de presión de un elemento de adsorción que se está abriendo a un nuevo compartimento. Se proporcionan sectores cerrados mucho más anchos (p. ej. 719) para cerrar substancialmente el flujo hacia o desde un extremo de los elementos de adsorción cuando se está realizando presurización o purgado desde el otro extremo.

El compresor de alimentación proporciona aire de alimentación para alimentar a los compartimentos de presurización 711 y 712, y para alimentar al compartimento de producción 713. Los compartimentos 711 y 712 tienen presiones de trabajo sucesivamente crecientes, mientras que el compartimento 713 está a la presión de trabajo mayor del ciclo PSA. De esta forma el compresor 701 puede ser un sistema compresor multietapas o un sistema compresor de corrientes divididas que suministra el volumen apropiado de flujo de alimentación a cada compartimento para conseguir la presurización de los elementos de adsorción a través de los niveles de presión intermedios de los compartimentos 711 y 712, y para conseguir a continuación la presurización y producción finales a través del compartimento 713. Un sistema compresor de corrientes divididas se puede proporcionar en serie como un compresor multietapas con puertos de suministro entre las etapas; o como una pluralidad de compresores o cilindros de compresión en paralelo, cada uno de los cuales suministra aire de alimentación a la presión de trabajo de un compartimento 711 a 713. De forma alternativa, el compresor 701 puede suministrar todo el aire de alimentación a la presión mayor, con estrangulamiento de parte de ese aire para suministrar compartimentos de presurización de alimentación 711 y 712 a sus respectivas presiones intermedias.

De manera similar, el extractor 703 extrae gas producto pesado enriquecido en nitrógeno desde los compartimentos de purgado a contracorriente 714 y 715 a las presiones de trabajo sucesivamente decrecientes de esos compartimentos, y finalmente desde el compartimento de escape 716 que está a la presión menor del ciclo. De manera similar al compresor 701, el extractor 703 se puede proporcionar como una máquina multietapas o como una máquina de corrientes divididas, con etapas en serie o en paralelo para aceptar cada flujo a la presión intermedia apropiada descendiendo hasta la presión menor.

En la disposición de ejemplo de la Figura 22, la presión menor es presión ambiente, de modo que el compartimento de escape 716 sale directamente al conducto 704 de suministro de producto pesado. De esta forma el extractor 703 proporciona reducción de presión con recuperación de energía para ayudar al motor 705 desde los compartimentos de purgado a contracorriente 714 y 715. Para mayor simplicidad, el extractor 703 se

puede reemplazar por orificios de estrangulamiento como medios de reducción de la presión de purgado a contracorriente desde los compartimentos 714 y 715.

En algunas disposiciones preferidas, la presión menor del ciclo PSA es subatmosférica. El extractor 703 se proporciona entonces como una bomba de vacío, como se muestra en la Figura 23. De nuevo, la bomba de vacío puede ser multietapas o de corrientes divididas, con etapas independientes en serie o en paralelo, para aceptar corrientes de purgado a contracorriente que salen de sus compartimentos a presiones de trabajo mayores que la presión menor que es la presión de vacío más baja. En la Figura 23, la primera corriente de purgado a contracorriente procedente del compartimento 714 se libera a presión ambiente directamente al conducto 704 de suministro de producto pesado. Si para mayor simplicidad se utilizase una bomba de vacío de una sola etapa, la corriente de purgado a contracorriente procedente del compartimento 715 sería estrangulada hasta la presión menor a través de un orificio para unirse a la corriente procedente del compartimento 716 a la entrada de la bomba de vacío.

Las Figuras 24 y 25 muestran la segunda cara de válvula de estator, en la sección 616-617 de la Figura 19. Puertos abiertos de la cara de válvula son segundos puertos con función de válvula que comunican directamente con un compartimento 721 de suministro de producto ligero; con un número de compartimentos de salida de reflujo ligero 722, 723, 724 y 725; y con el mismo número de compartimentos de retorno de reflujo ligero 726, 727, 728 y 729 dentro del segundo estator. Los segundos puertos con función de válvula están en el anillo anular definido por las juntas circunferenciales 731 y 732. Cada pareja de compartimentos de salida y de retorno de reflujo ligero proporciona una etapa de reducción de presión de reflujo ligero, respectivamente para las funciones del proceso PSA de suministro al relleno, para igualación de presión, total o parcial, y de purgado concurrente para purgado.

Ilustrando la opción de reducción de presión de reflujo ligero con recuperación de energía, en las Figuras 19 y 24 se muestra un dispositivo de expansión 740 de reflujo ligero de corrientes divididas para proporcionar reducción de presión de cuatro etapas de reflujo ligero con recuperación de energía. El dispositivo de expansión de reflujo ligero proporciona reducción de presión para cada una de las cuatro etapas de reflujo ligero, respectivamente entre los compartimentos de salida y de retorno de reflujo ligero 722 y 729, 723 y 728, 724 y 727, y 725 y 726 como se ilustra. El dispositivo de expansión 740 de reflujo ligero puede alimentar a un compresor 745 de refuerzo de producto ligero mediante un eje motriz 846, el cual suministra el producto ligero enriquecido en oxígeno al conducto 747 de suministro de oxígeno y comprimido a una presión de suministro por encima de la presión mayor del ciclo PSA. Ilustrando la opción de reducción de presión de reflujo ligero con recuperación de energía, se proporciona un dispositivo de expansión 240 de reflujo ligero de corrientes divididas para proporcionar reducción de presión de cuatro etapas de reflujo ligero con recuperación de energía. El dispositivo de expansión de reflujo ligero actúa como medios de reducción de presión para cada una de las cuatro etapas de reflujo ligero, respectivamente entre los compartimentos de salida y de retorno de reflujo ligero 722 y 729, 723 y 728, 724 y 727, y 725 y 726 como se ilustra.

Un dispositivo de expansión 840 de reflujo ligero está acoplado a un compresor 845 de refuerzo de presión de producto ligero mediante un eje motriz 846. El compresor 845 recibe el producto ligero procedente del conducto 625, y suministra producto ligero (comprimido a una presión de suministro por encima de la presión mayor del ciclo PSA) al conducto 850 de suministro. Dado que el reflujo ligero y el producto ligero son ambos corrientes enriquecidas en oxígeno de aproximadamente la misma pureza, el dispositivo de expansión 740 y el compresor 745 de producto ligero pueden estar encerrados herméticamente en una única carcasa que convenientemente puede estar integrada con el segundo estator como se muestra en la Figura 19. Esta configuración de un compresor de refuerzo de oxígeno "turbocompresor" sin un motor de accionamiento independiente es ventajosa, ya que se puede conseguir un incremento de presión útil del oxígeno producto sin un motor externo y correspondientes juntas de eje, y también puede ser muy compacto cuando se diseña para operar a velocidad de ejes muy elevadas.

La Figura 25 muestra la alternativa más sencilla de utilizar un orificio 750 de estrangulamiento como medios de reducción de presión para cada una de las etapas de reflujo ligero.

Con referencia a la Figura 19, se suministra aire de alimentación comprimido al compartimento 713 como se indica mediante la flecha 725, mientras que se expulsa producto pesado enriquecido en nitrógeno del compartimento 717 como se indica mediante la flecha 726. El rotor está soportado por un cojinete 760 con junta de eje 761 sobre el eje 762 de accionamiento del rotor en el primer estator 608, el cual está ensamblado integralmente con los estatores de válvula primero y segundo. El rotor del elemento de adsorción es impulsado por un motor 763 como medios de impulsión del rotor.

Ya que fugas a través de la junta 731 circunferencial exterior situada sobre la segunda cara 611 de válvula pueden comprometer la pureza del oxígeno enriquecido y, lo que es más importante, pueden permitir entrada de humedad atmosférica en el interior de los segundos extremos de los elementos de adsorción la cual podría desactivar el adsorbente selectivo para nitrógeno, se proporciona una junta amortiguadora 770 para

proporcionar sellado más positivo de una cámara amortiguadora 771 entre las juntas 731 y 771. Aunque la presión de trabajo en algunas zonas de la segunda cara de válvula puede ser subatmosférica (en caso de que se utilice una bomba de vacío como extractor 703), la cámara amortiguadora se rellena con producto de oxígeno enriquecido seco a una presión de amortiguación positivamente por encima de la presión ambiente.

Por consiguiente, pueden tener lugar fugas menores de oxígeno seco hacia el exterior, pero no puede escaparse aire húmedo hacia el interior de la cámara amortiguadora. Para minimizar más aún las fugas y para reducir el par de rozamiento en la junta, la junta amortiguadora 771 ejerce un sellado sobre una cara 772 de sellado en un diámetro mucho menor que el diámetro de la junta 731 circunferencial. La junta amortiguadora 770 ejerce un sellado entre una extensión 775 del rotor del rotor 604 del elemento de adsorción y la cara 772 de sellado sobre el segundo estator 609 de válvula, envolviendo la extensión 775 del rotor a la parte posterior del segundo estator 609 de válvula para conformar la cámara amortiguadora 771. Se proporciona un miembro 780 de carcasa del estator como conexión estructural entre primer estator 608 de válvula y segundo estator 609 de válvula.

La Figura 27 representa un sistema de lecho estacionario, en el que los extremos de alimentación de los elementos de adsorción 803 utilizan una válvula rotativa para sincronizar flujos. El extremo de producto ligero utiliza algo de conmutación de válvulas para influir en un proceso PSA. Gas de alimentación se transporta a través de un conducto 813 hasta la válvula de pesados 867, a través de la junta 860 dinámica y del cuerpo 861 del rotor, que gira alrededor del eje 862 mediante el motor 863. El flujo de alimentación se dirige a la junta 864 y a través de la carcasa 865 del estator hasta el elemento de adsorción 803. Gases de escape son dirigidos desde el elemento de adsorción 803 a través de la carcasa 865 del estator, la junta 864, y el cuerpo 861 del rotor. Los fluidos son contenidos por la segunda carcasa 866 del estator en coordinación con la carcasa 865 del estator, y son extraídos a través del conducto 817.

El extremo de producto ligero de los elementos de adsorción 803 se representa como un conducto convencional con válvulas direccionales 868 utilizadas para proporcionar presión sincronizada y realización de ciclos de flujo en coordinación con la válvula 867 del extremo de alimentación, y con los elementos de adsorción 803, siendo suministrado el fluido de producto por el conducto 847 de producto. Obsérvese que este dibujo representa sólo el PSA de dos elementos de adsorción más simple y que representa todas las configuraciones PSA con una válvula de alimentación rotativa y sistemas de válvulas convencionales para los fluidos del extremo de producto ligero. El sistema del extremo de producto ligero está completamente encerrado en un contenedor 870 impermeable, donde se consigue sellado estanco a los fluidos en toda la frontera. En esta opción, contaminantes transportados por la atmósfera no son capaces de entrar en el proceso a través de los actuadores de vástago de la válvula, que son las juntas de contención del proceso. El espacio de amortiguación estático (el espacio alrededor de las válvulas delimitado por sellado estático) está lleno preferiblemente de un fluido de amortiguación, introducido por una fuente de fluido de amortiguación que conduce al puerto 871. Un gradiente de presión positivo por encima de la presión ambiente es una opción preferida. Preferiblemente este fluido de amortiguación también se hace circular y se refresca permitiendo que el fluido sea extraído por el puerto 872.

La válvula 869 de una vía se puede utilizar para minimizar el flujo inverso de cualquier contaminante procedente de equipos o procesos situados aguas abajo, así como la opción preferida de utilizar gas producto como el fluido de amortiguación cerrando la válvula 874 y permitiendo que el fluido producto entre en el contenedor 870 a través de la válvula 873, y permitir que el producto sea extraído del contenedor 873 a través del conducto 875 de producto.

La Figura 28 también representa un sistema PSA rotativo, en el cual el extremo de producto ligero de los elementos de adsorción 803 utiliza una válvula distribuidora rotativa multipuertos para sincronizar ciclos de presión y de flujo. La válvula 878 de ligeros contiene un rotor 879 que hace girar el motor 880, y en el que juntas 881 dinámicas comunican con los elementos de adsorción 803 de una manera cíclica. Se permite que circule gas de alimentación en el conducto 813 hasta un conjunto de válvulas 876 direccionales, y a continuación este gas es dirigido hasta uno de los elementos de adsorción 803, en los que el gas producto se extrae a través de la junta 881, a través del rotor 879 de ligeros, y se introduce en el conducto 847 de producto a través de la junta 882 dinámica y del puerto 883 de producto. Las juntas dinámicas 881 y 882 son juntas de contención del proceso, y en la configuración en la que la carcasa 884 de la válvula de ligeros no está sellada, ellas también son la junta principal, y ofrecen la mínima cantidad de resistencia a la entrada de contaminantes procedentes de la atmósfera circundante. En una opción, la carcasa 884 puede estar sellada, para crear un espacio de amortiguación estático que se puede proteger como se ha explicado anteriormente. Otra opción es permitir que la cámara amortiguadora estática respire a través del respiradero 885 acoplado al suministro 886 de gas protector. Otra opción preferida es permitir que la cámara amortiguadora estática respire a través del respiradero 887, y preferiblemente a través de la trampa de protección 888. Gases de escape se extraen del elemento de adsorción 803 a través de la válvula 876 direccional y a través del conducto 817.

Una combinación de dispositivos mostrados en las Figuras 27 y 28, tal como la válvula de pesados 867, acoplada a los elementos de adsorción 803 y a la válvula de ligeros 878, también se considera un PSA rotativo

y se puede beneficiar de la invención. Un sistema consistente en las válvulas 868 finales de producto ligero con conductos asociados, junto con elementos de adsorción 803 y primeras válvulas 878 finales y conductos asociados consiste en PSA convencional, y se puede ver que también se beneficia de la invención.

- 5 La presente invención se ha descrito con respecto a ciertas realizaciones. El alcance de la invención no debería estar limitado a estas realizaciones descritas, sino que más bien se debería determinar por referencia a las siguientes reivindicaciones.

**REIVINDICACIONES**

1. Un método de fabricar un estratificado adsorbente para procesos PSA de alta frecuencia, que comprende:
- 5           conformar una lechada intermedia que comprende un agente de suspensión líquido, un material adsorbente y un ligante;  
          triturar la lechada intermedia para conformar una lechada triturada; y  
          fabricar un estratificado aplicando la lechada triturada a un material de soporte utilizando un sistema de aplicación seleccionado de un rodillo de transferencia, un aplicador de rodillo, un aplicador de rodillo partido,  
10           un rodillo de captura y un aplicador de línea de contacto inundada.
2. Un método de acuerdo con la Reivindicación 1, en el cual la lechada se aplica al material de soporte utilizando un aplicador de rodillo.
- 15    3. Un método de acuerdo con la Reivindicación 2, en el cual se recubre una hoja continua de material de soporte.
4. Un método de acuerdo con la Reivindicación 1, en el cual el material de soporte se selecciona del grupo que consiste en fibras de vidrio, fibras cerámicas, lienzo, acero inoxidable, lámina metálica, malla metálica, fibra de carbono, materiales celulósicos, materiales poliméricos y combinaciones de estos materiales.
- 20    5. Un método de acuerdo con la Reivindicación 2, en el cual una banda móvil del material de soporte es desplazada a través de una superficie del aplicador de rodillo mojado por inmersión en la lechada para recubrir una cara de la banda móvil del material de soporte con la lechada.
- 25    6. Un método de acuerdo con la Reivindicación 5, en el cual el material de soporte es poroso.
7. Un método de acuerdo con la Reivindicación 1, en el cual el material de soporte es malla metálica.
- 30    8. Un método de acuerdo con la Reivindicación 1, en el cual el material de soporte es malla de alambre trenzado metálico.
9. Un método de acuerdo con la Reivindicación 1, en el cual el material de soporte es malla de alambre de acero inoxidable.
- 35    10. Un método de acuerdo con la Reivindicación 6, en el cual el recubrimiento de una cara del material de soporte aplica lechada a ambas caras del material de soporte.
11. Un método de acuerdo con la Reivindicación 1, en el cual el sistema de aplicación es un aplicador de rodillo partido.
- 40    12. Un método de acuerdo con la Reivindicación 11, en el cual el aplicador de rodillo partido aplica diferentes lechadas a diferentes secciones del material de soporte.
13. Un método de acuerdo con la Reivindicación 1, en el cual la lechada intermedia tiene una viscosidad de más de 200 cps, y la lechada triturada tiene una viscosidad de menos de 150 cps, estando dichas viscosidades medidas a 25° C por un viscosímetro Brookfield que tiene una velocidad del mezclador de 100 rpm.
- 45    14. Un método de acuerdo con la Reivindicación 1, en el cual el espesor del recubrimiento adsorbente es de 5 a 100 micras.
- 50

Fig. 1A

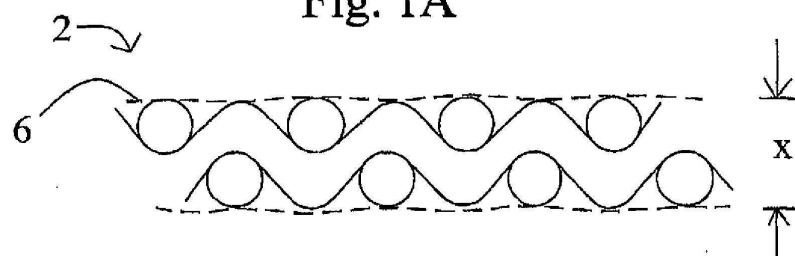


Fig. 1B

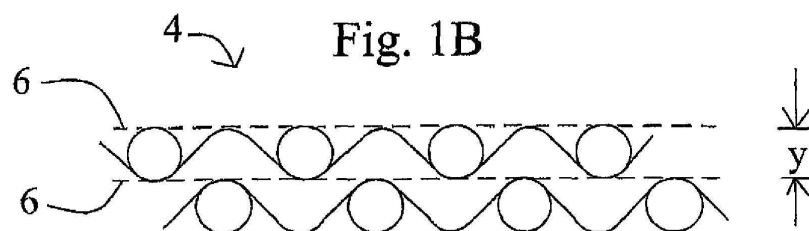




Fig. 2

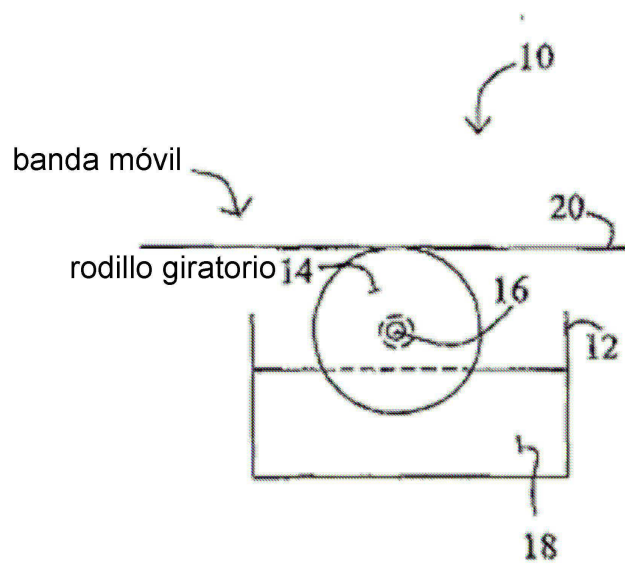


Fig. 3

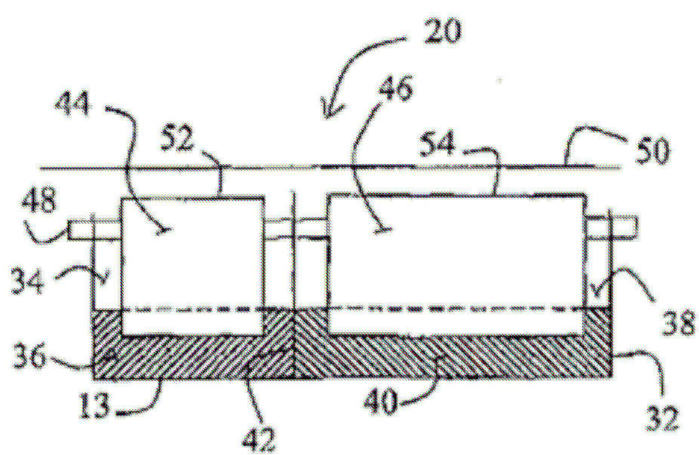


Fig. 4

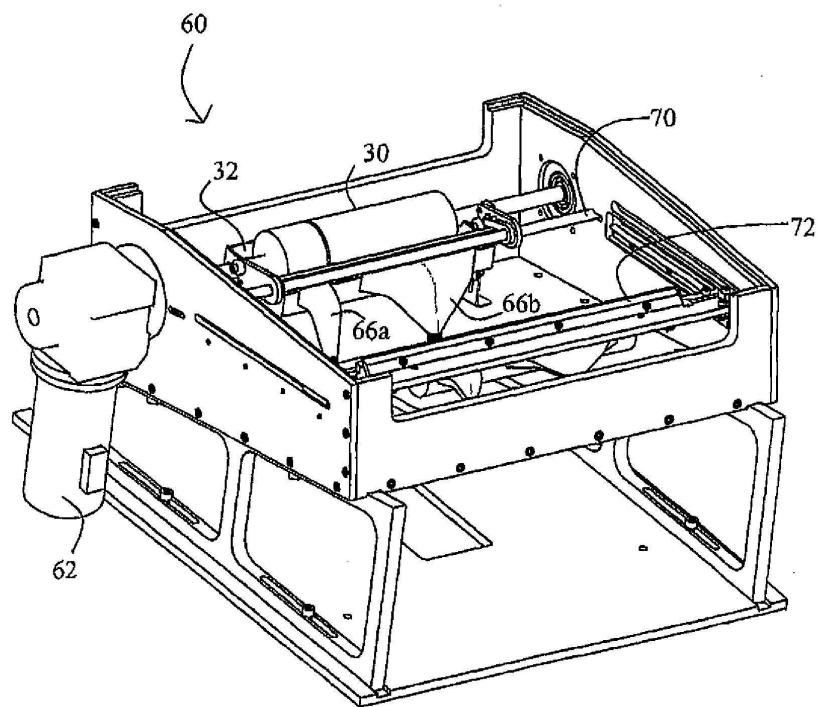


Fig. 5

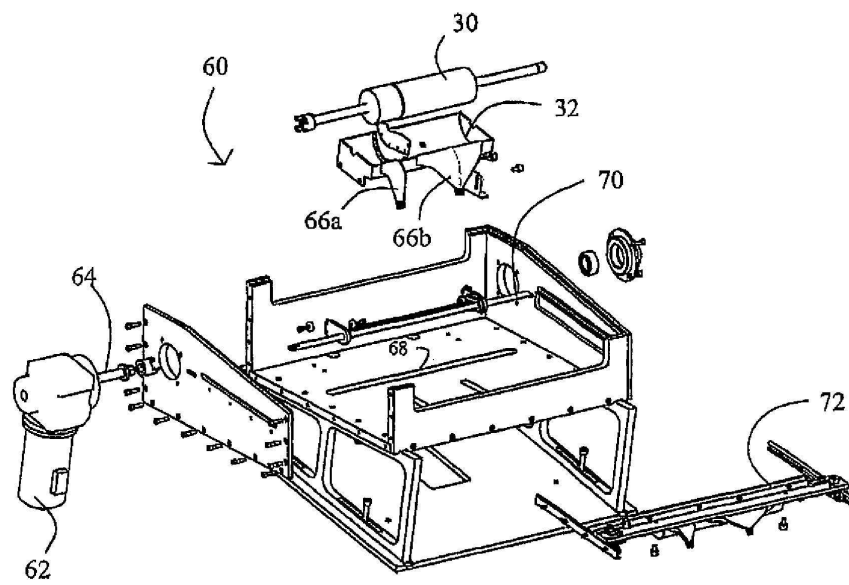


Fig. 6A

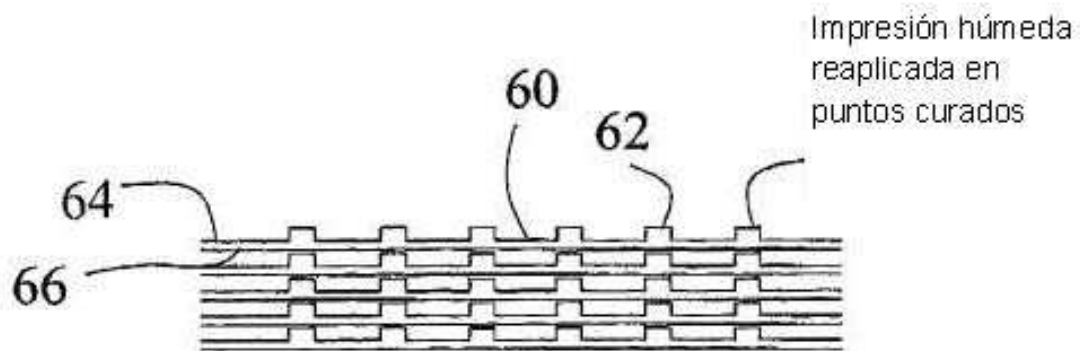


Fig. 6B



Fig. 7

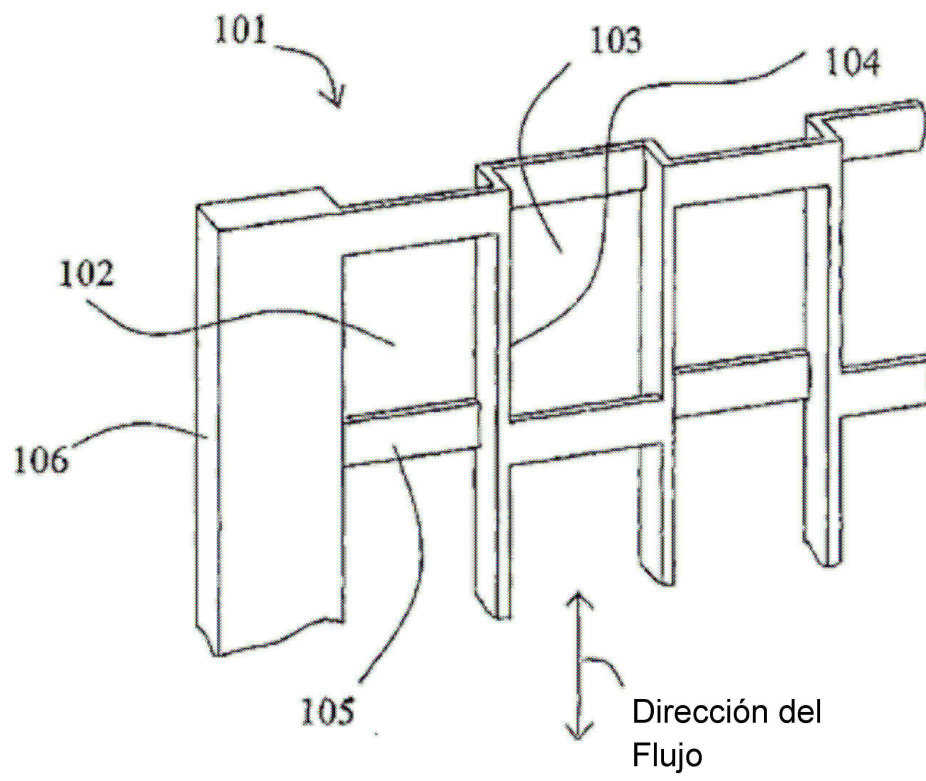


Fig. 8

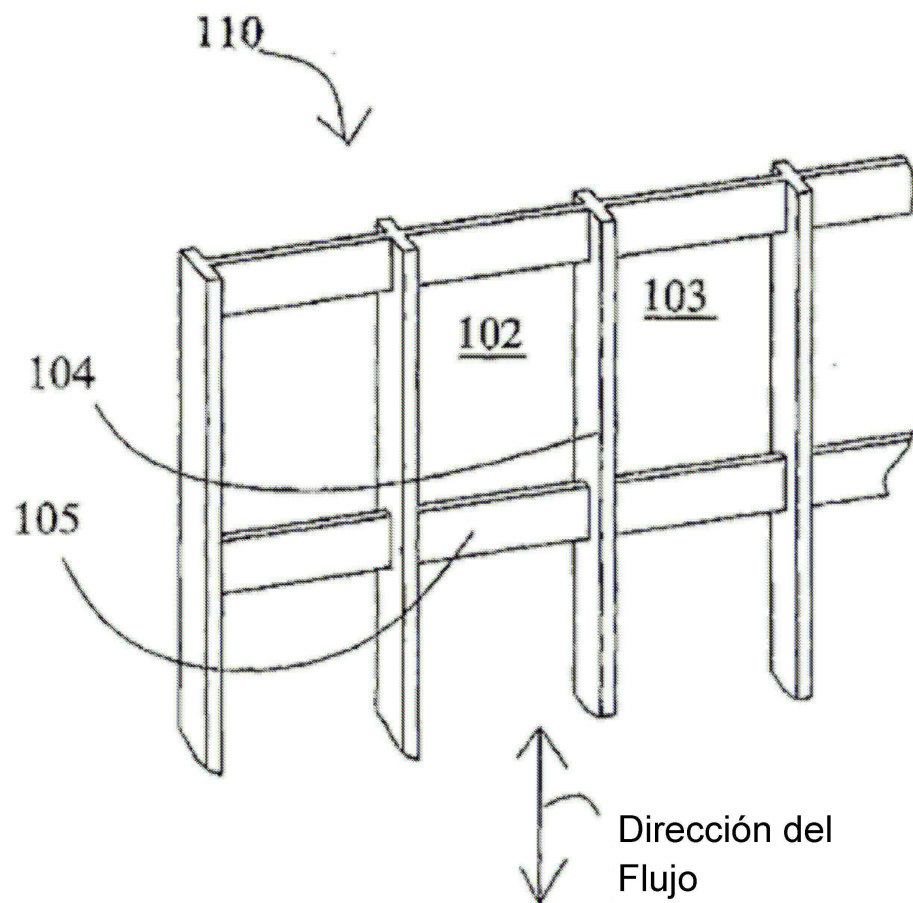


Fig. 9

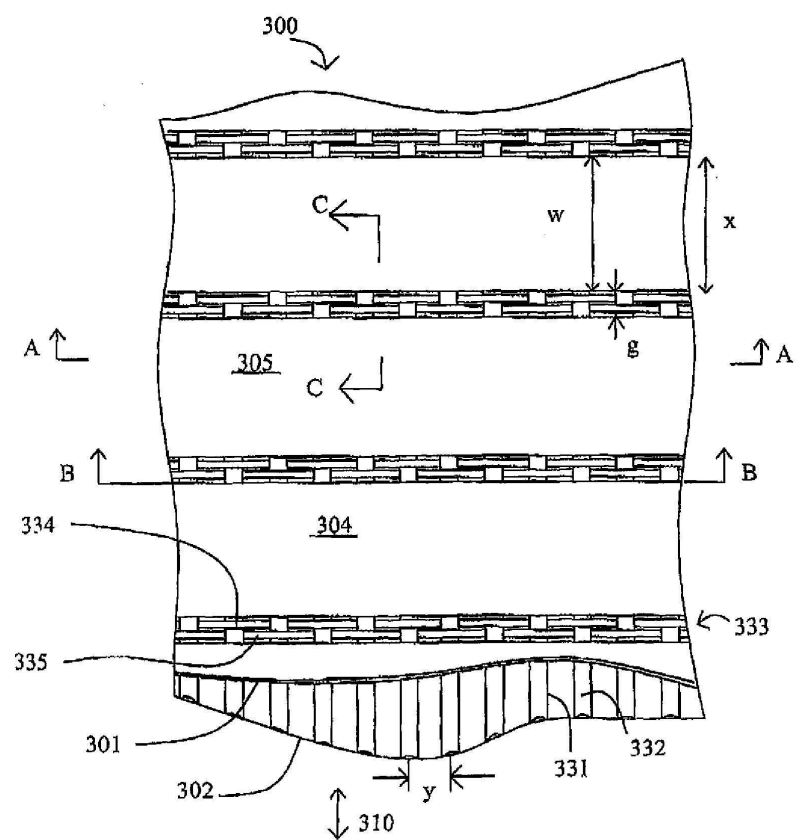


Fig. 10

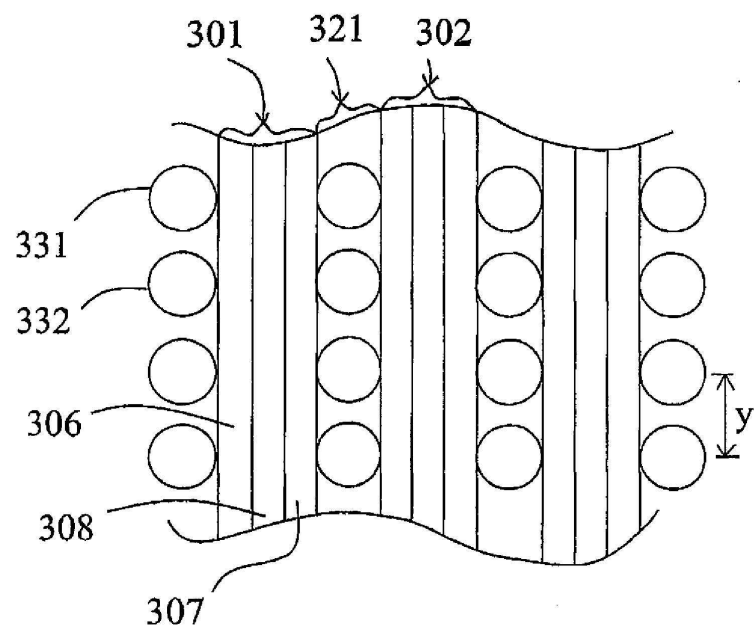




Fig. 11

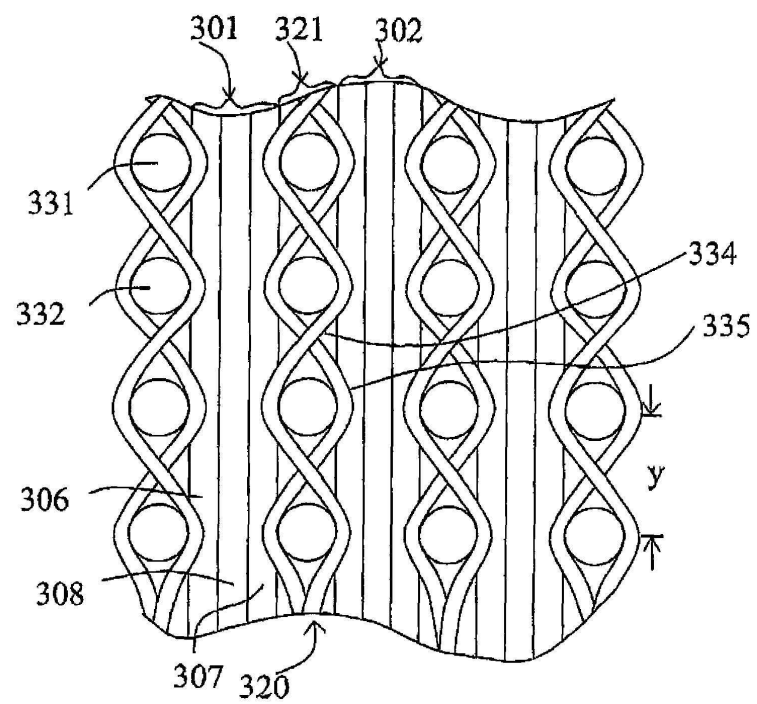


Fig. 12

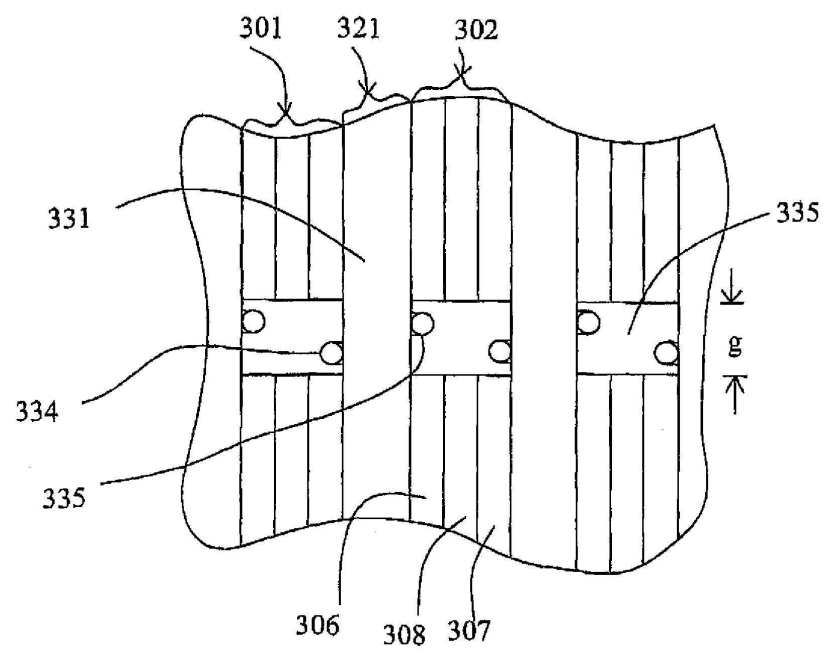


Fig. 13A

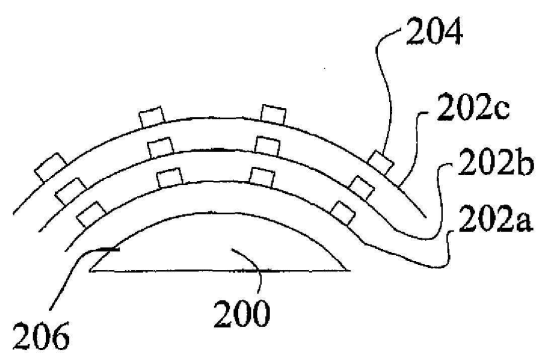


Fig. 13B

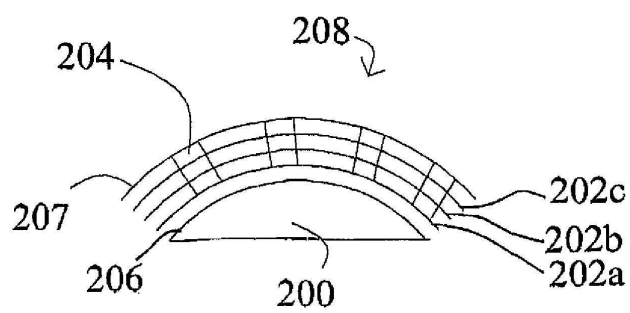


Fig. 14A

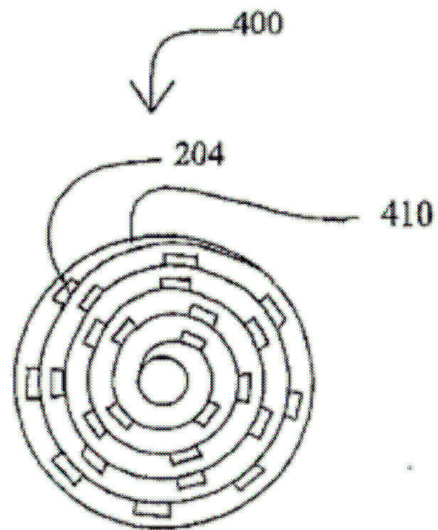


Fig. 14B

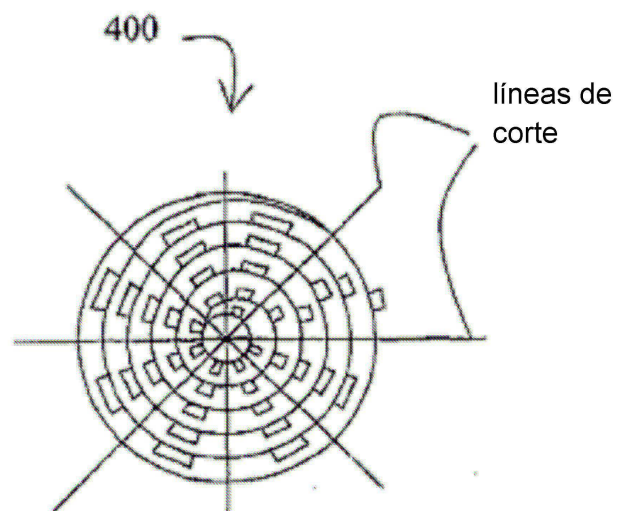


Fig. 14C

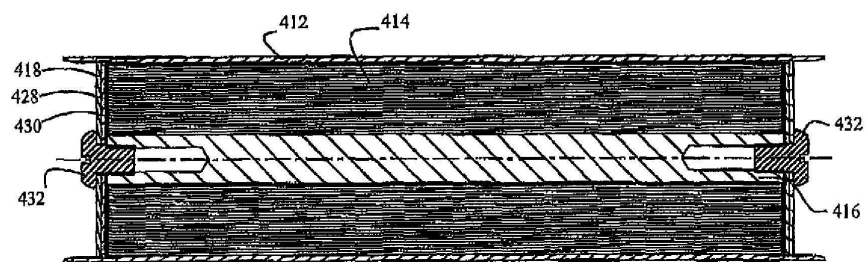


Fig. 14D

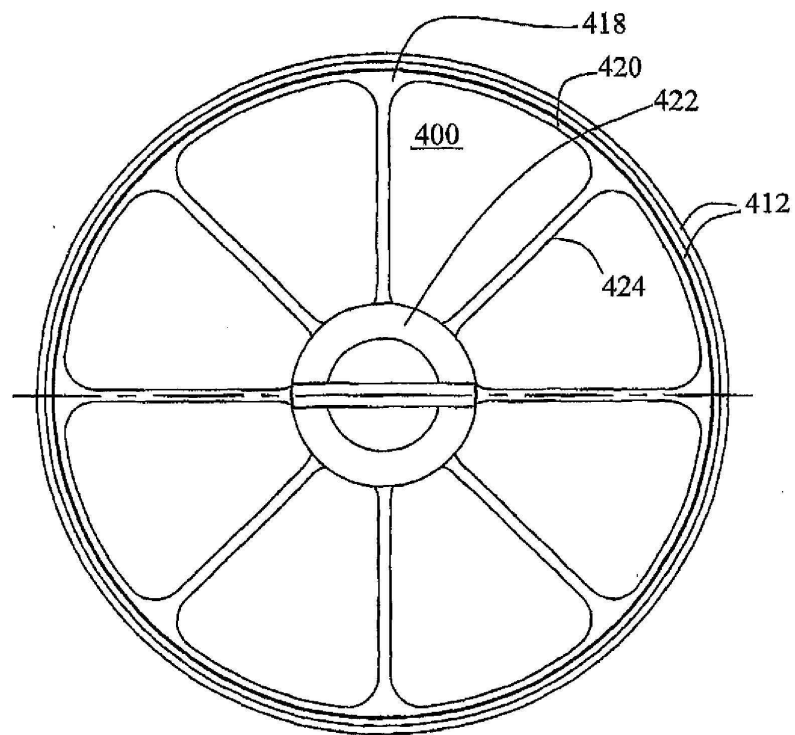


Fig. 15A

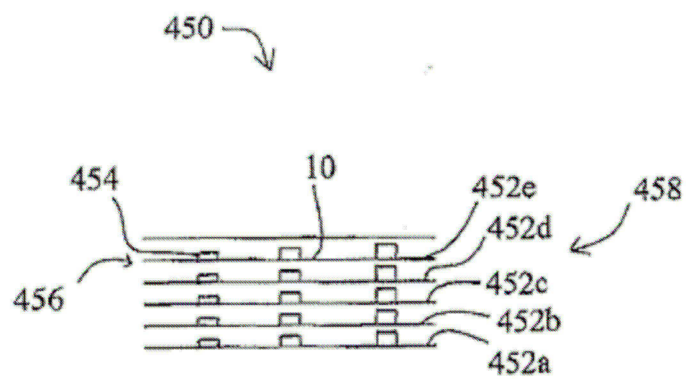


Fig. 15B

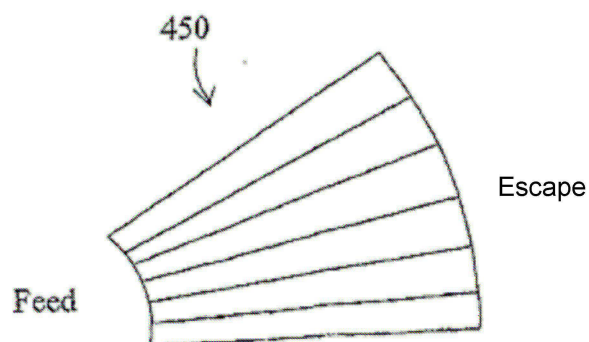


Fig. 16

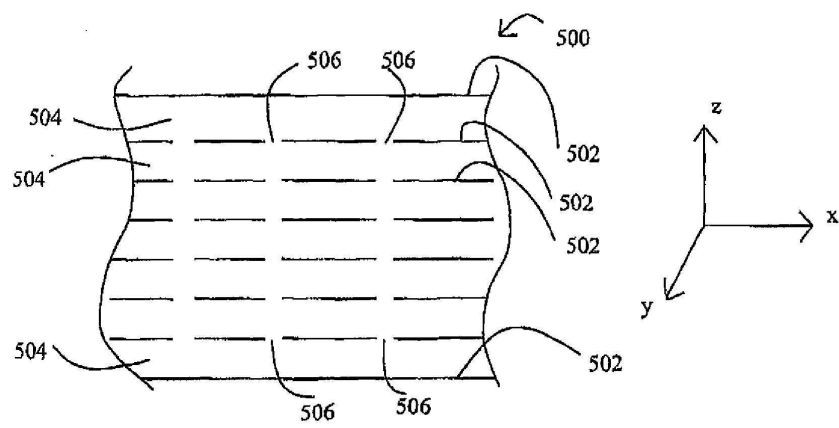




Fig. 17

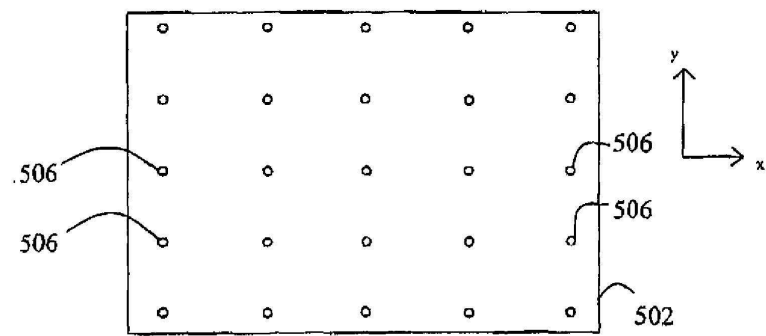


Fig. 18

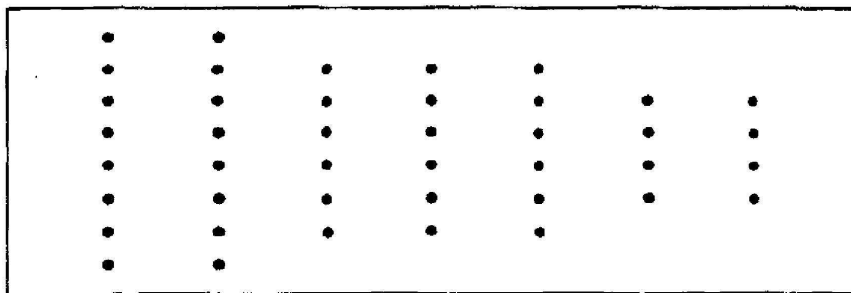


Fig. 19

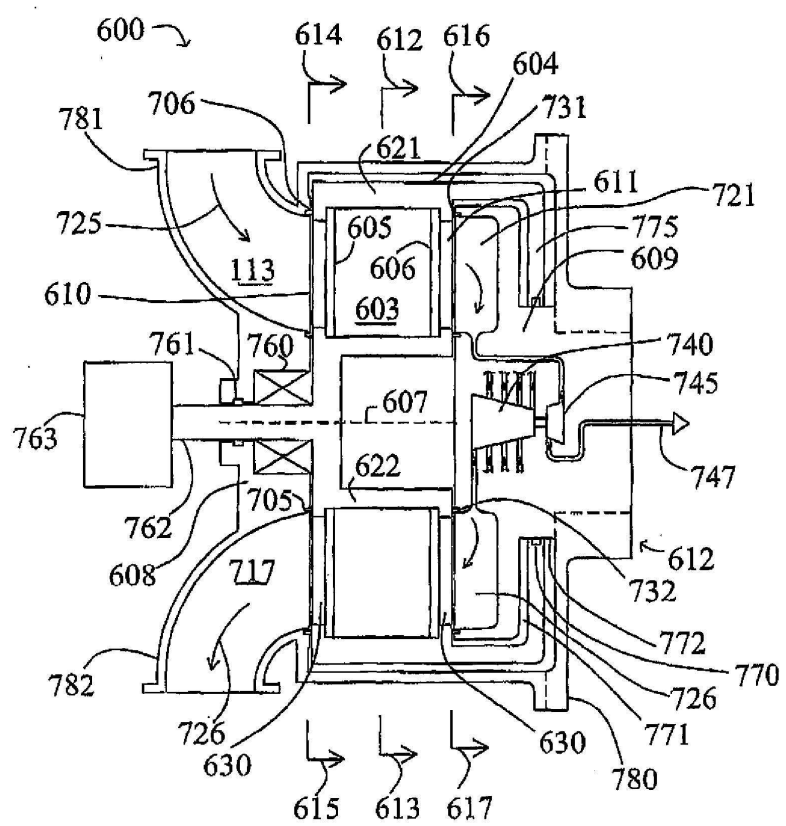


Fig. 20

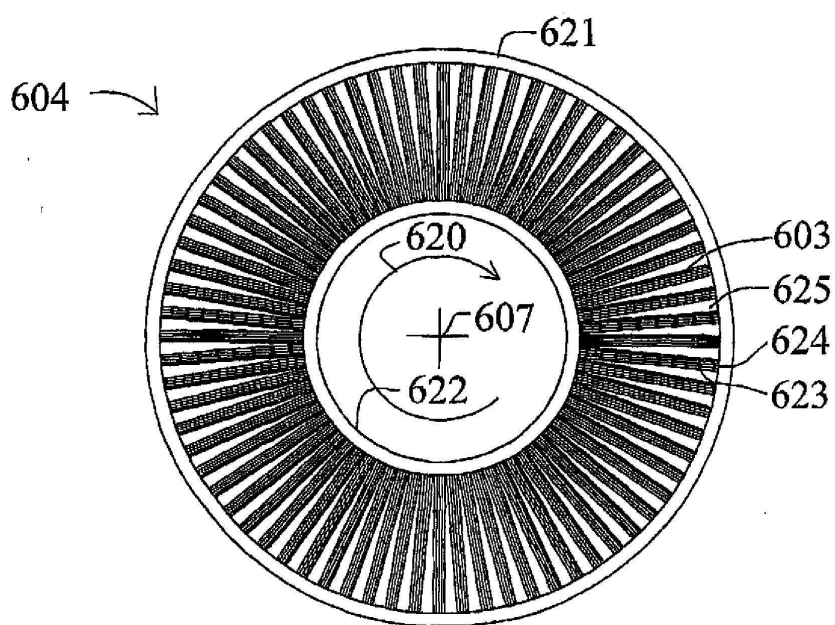


Fig. 21

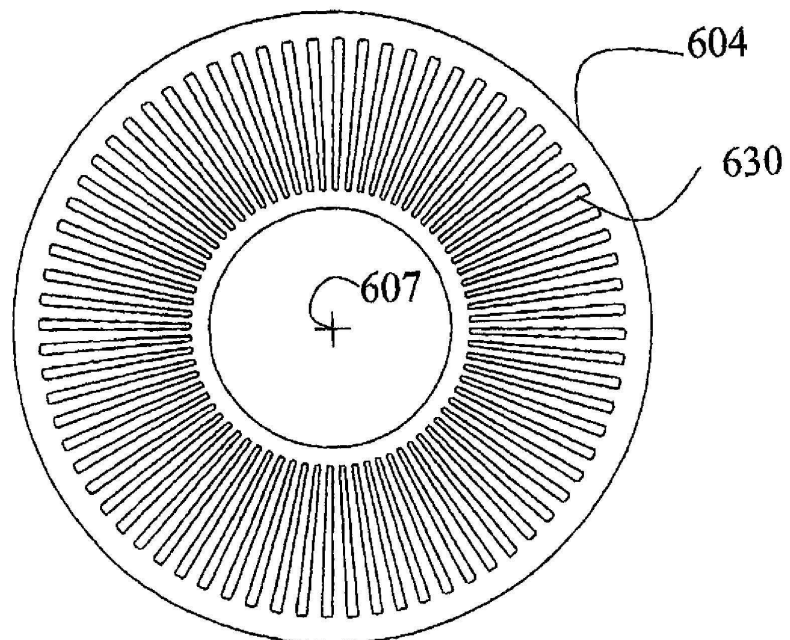


Fig. 22

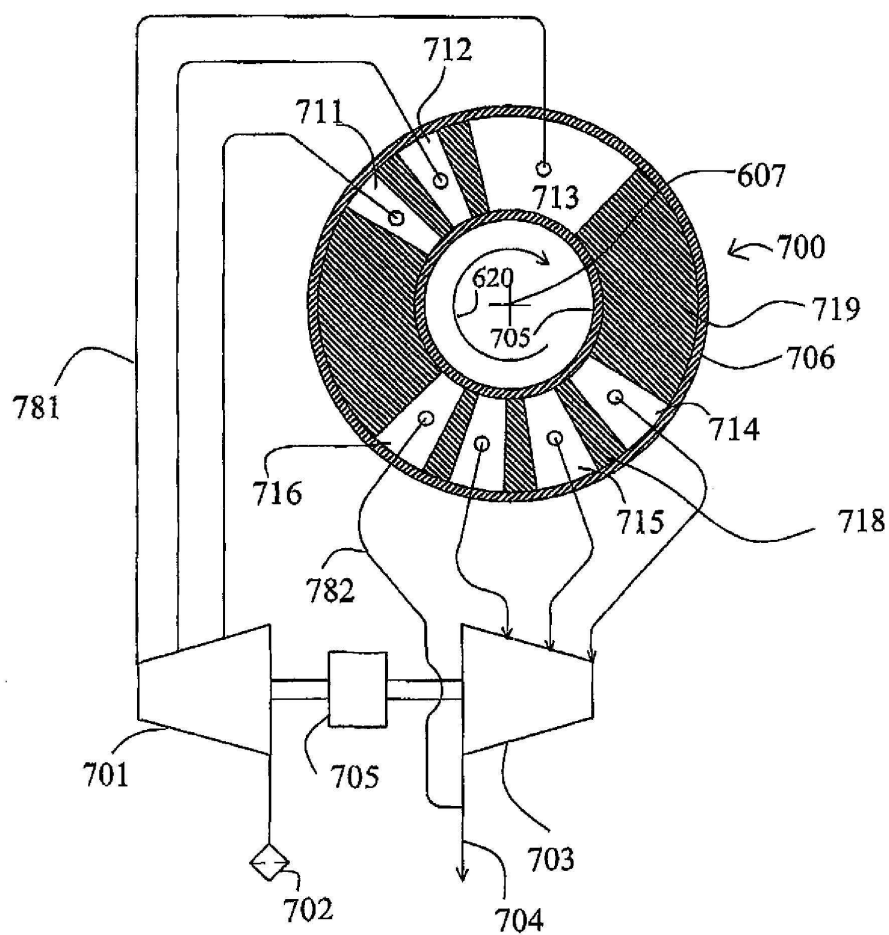


Fig. 23

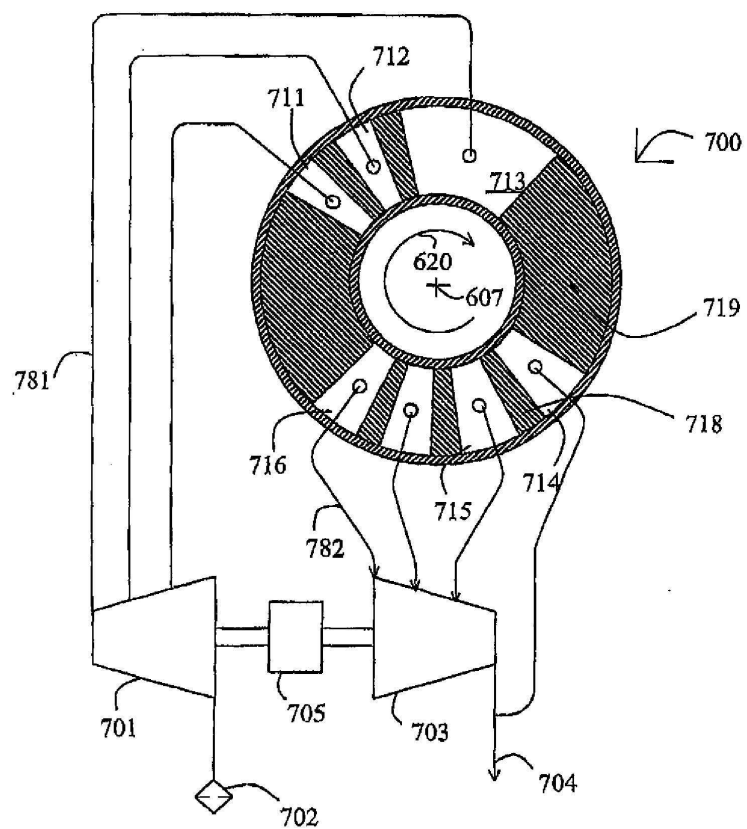


Fig. 24

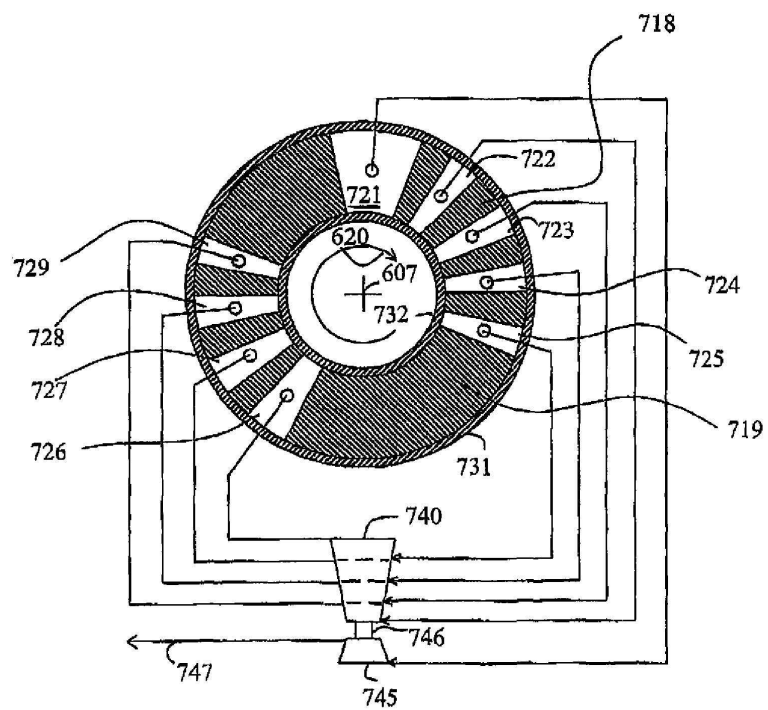




Fig. 25

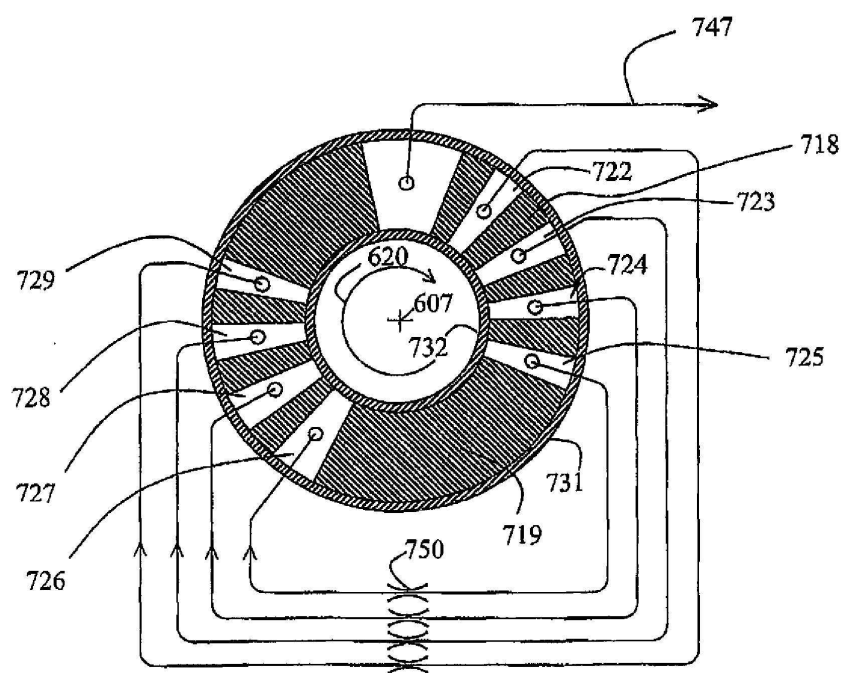


Fig. 26

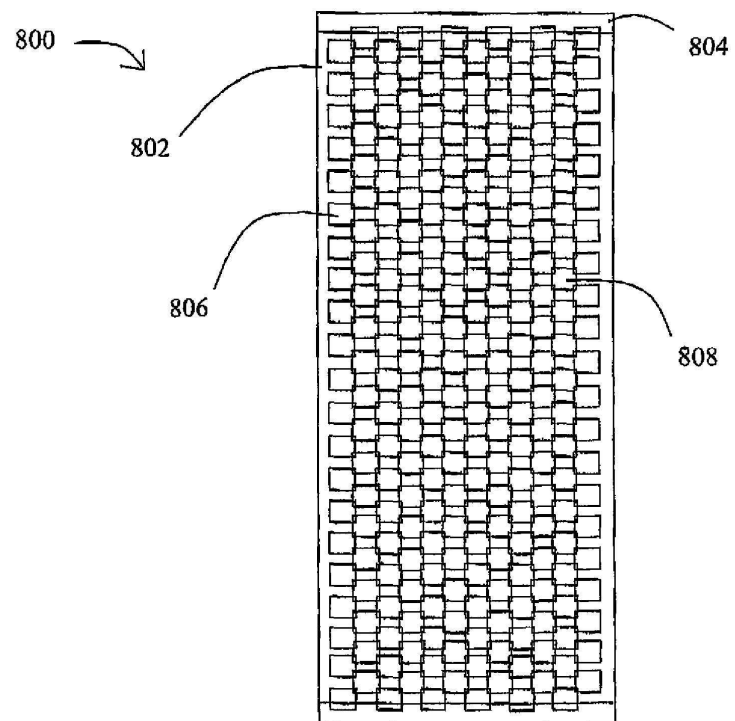


Fig. 27

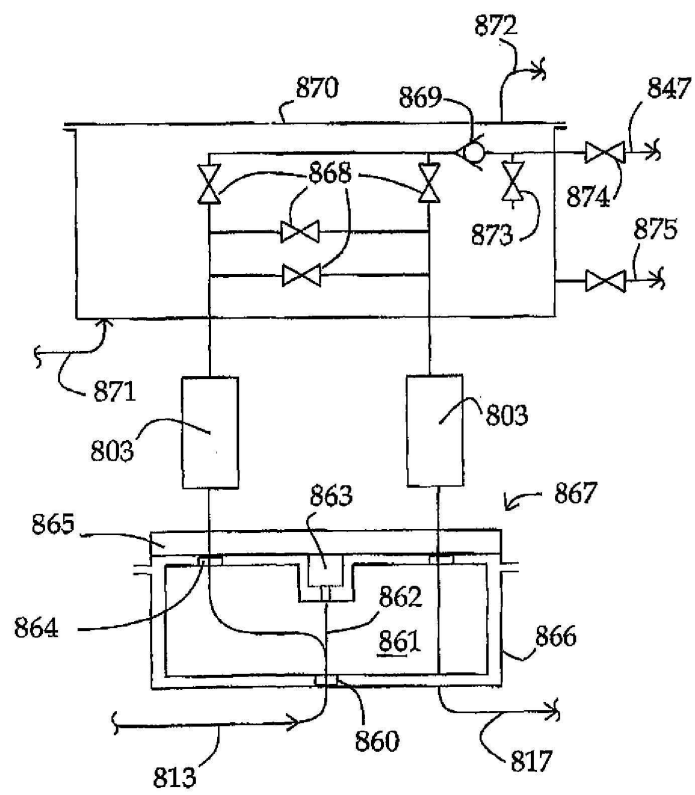


Fig. 28

