

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 795 810**

51 Int. Cl.:

C22B 3/02	(2006.01) B01J 39/07	(2007.01)
C22B 3/24	(2006.01) B01J 49/06	(2007.01)
C22B 3/42	(2006.01) B01J 49/53	(2007.01)
C02F 1/42	(2006.01) C25D 5/12	(2006.01)
B01D 15/20	(2006.01) C23C 18/32	(2006.01)
B01J 47/022	(2007.01) C23C 18/36	(2006.01)
B01J 47/026	(2007.01) C02F 103/16	(2006.01)
C25D 21/22	(2006.01) C02F 101/20	(2006.01)
C22B 3/00	(2006.01)	
C23C 18/16	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.06.2011** **E 11168798 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.03.2020** **EP 2532760**

54 Título: **Dispositivo y método para recuperar níquel a partir del fluido de un baño de níquelado**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
24.11.2020

73 Titular/es:
ATOTECH DEUTSCHLAND GMBH (100.0%)
Erasmusstrasse 20
10553 Berlin, DE

72 Inventor/es:
HEYDECKE, JENS y
KÜHNE, SEBASTIAN

74 Agente/Representante:
ELZABURU, S.L.P

ES 2 795 810 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

Dispositivo y método para recuperar níquel a partir del fluido de un baño de niquelado

La presente invención se refiere a un método para recuperar iones de níquel de un baño de electrodeposición de níquel o un baño de niquelado no electrolítico o un agua de enjuague de níquel que contiene iones de níquel.

5 Tales métodos son muy deseables, porque los baños de depósito de metal, en particular, los baños de depósito de metal no electrolíticos se agotan rápidamente tras un breve tiempo de uso. Esto se debe a que se consumen los componentes principales de dichos baños, tales como los iones metálicos que se van a depositar y un agente reductor utilizado para depositar los metales y porque los productos de la reacción de la deposición del metal, concretamente, la oxidación del agente reductor utilizado, se acumulan en el baño. Para compensar el consumo de iones metálicos,
10 del agente reductor y de otros componentes de los baños de deposición no electrolítica de metales, los componentes respectivos se reponen según las necesidades. Para compensar la acumulación de productos de la reacción de reducción de metales, se deben establecer y realizar procedimientos de mantenimiento adicionales, como la electrodiálisis.

Este tipo de proceso de electrodiálisis se describe, por ejemplo, en el documento de patente europea EP 1 532 295 B1.
15 El dispositivo para la regeneración de un baño de deposición no electrolítica de metales que se describe en el mismo, más particularmente, un baño de niquelado no electrolítico que contiene hipofosfito como agente reductor, comprende disposiciones de electrodiálisis que tienen, cada una, compartimentos de diluido para contener el baño de recubrimiento metálico, compartimentos de concentrado que están separados de los compartimentos de diluido mediante membranas de intercambio iónico y que contienen un fluido concentrado que sirve para absorber las
20 sustancias interferentes que deben eliminarse del baño de recubrimiento metálico, así como los ánodos y cátodos. Las disposiciones de electrodiálisis permiten eliminar el ortofosfito, especies de iones de sulfato y sodio, así como pequeñas cantidades de iones de níquel e hipofosfito que se cargarán en el fluido concentrado del baño de niquelado no electrolítico consumido. El dispositivo además comprende intercambiadores de cationes principales para eliminar iones de níquel del fluido concentrado, en donde dichos intercambiadores de cationes están acoplados a los
25 compartimentos de concentrado de tal manera que se permite que el fluido concentrado se pueda conducir a través de los intercambiadores de cationes principales y ponerse de nuevo en circulación en los compartimentos de concentrado. Se hace pasar el regenerante a través de los intercambiadores de cationes para regenerarlos después de haberlos cargado con los iones metálicos del fluido concentrado.

El documento CN 101 007 220 A describe una columna de resina de intercambio iónico o de adsorción que comprende
30 una pluralidad de tubos internos en un cilindro cuyos tubos internos se han llenado con la resina. La relación entre la altura y el diámetro de los tubos internos es de 10 a 15. Se hace fluir un líquido desde una tapa de agua inferior que está equipada con una entrada de líquido, luego, a través de los tubos internos y después a través de una tapa de agua superior equipada con una salida de líquido. El documento US2004055958 describe un método para eliminar cationes de metales pesados, seleccionados del grupo que consiste en plomo, cobalto, cobre, níquel y una
35 combinación de los mismos, del agua residual que comprende: recibir un agua residual que contiene un catión de metal pesado en una columna de zeolita natural; y eliminar el catión de metal pesado dentro de una zona de transferencia de masa de la columna de zeolita natural, en donde la zona de transferencia de masa tiene una distancia que se dimensiona en función de una carga hidráulica del agua residual.

Se ha descubierto que la recuperación de las especies de iones metálicos de los intercambiadores de cationes no es
40 eficiente porque la concentración de iones de níquel que se puede obtener en el fluido regenerante es relativamente baja. Como consecuencia, será necesario realizar más operaciones para reutilizar dichas soluciones en una operación de depósito no electrolítico, lo que requerirá hacer que los componentes contenidos en las mismas se concentren más.

Por lo tanto, un objetivo principal de la presente invención consiste en proporcionar un método para recuperar un material de recuperación, concretamente, iones de níquel, de un fluido agotado, concretamente, de un baño de
45 electrodeposición de níquel o de un baño de niquelado no electrolítico o de un agua de enjuague de níquel que contiene iones de níquel. El método permitirá la utilización de este material de recuperación para reponer un fluido de proceso con el material de recuperación, en particular, sin necesidad de realizar ninguna operación adicional en este fluido del proceso y recuperar el material para que sea adecuado para la reposición. Más especialmente, se proporcionará un proceso de intercambio iónico mejorado que produce un fluido regenerante de gran calidad (poco exceso de ácido y
50 sustancialmente libre de material orgánico) y una regeneración muy eficiente del material de intercambio iónico, en donde dicha alta calidad debe definirse como una concentración del material de recuperación en el fluido regenerante para que sea tan alta como sea posible para su recuperación eficiente. Por consiguiente, no se requerirán más operaciones de refinación para su reutilización. Asimismo, la invención también proporcionará un dispositivo y un método para purificar fluidos de proceso usados. De este modo, la invención proporcionará un método económico y
55 ecológicamente ventajoso.

Estos objetivos se alcanzan con el método de la invención tal y como está definido en las reivindicaciones. Las realizaciones preferidas de la invención están definidas en las reivindicaciones subordinadas.

De manera más particular, el dispositivo para realizar el método de la invención sirve para recuperar un material de

recuperación, concretamente, iones de níquel, de un fluido de recuperación, concretamente, un baño de electrodeposición de níquel o un baño de niquelado no electrolítico o un agua de enjuague de níquel, que contiene el material de recuperación. El dispositivo comprende al menos un recipiente. Dicho al menos un recipiente comprende al menos un material de adsorción, concretamente, un material de intercambio catiónico. Dicho al menos un material de adsorción forma al menos un lecho de adsorción en dicho al menos un recipiente, es decir, preferiblemente un lecho de adsorción en cada recipiente. Dicho al menos un lecho de adsorción permite que el fluido de recuperación fluya a través del mismo. El lecho de adsorción contenido en el recipiente tiene una altura de lecho de adsorción y una anchura de lecho de adsorción (tomando como base el lecho de adsorción en estado contraído). Según un aspecto más preferible de la invención, la relación de aspecto entre la anchura del lecho de adsorción y la altura del lecho de adsorción es como máximo 1:10, más preferiblemente, como máximo 1:20, aún más preferiblemente, como máximo 1:40 y lo más preferiblemente, como máximo 1:75. Por otro lado, esta relación de aspecto preferiblemente se selecciona para que sea al menos 1:200, más preferiblemente, al menos 1:150 y lo más preferiblemente, al menos 1:100. Estos valores se pueden combinar independientemente entre sí. La anchura del lecho de adsorción y la altura del lecho de adsorción pueden definirse fácilmente con un lecho de adsorción que tiene una forma definida. A medida que el lecho de adsorción contenido en el recipiente adquiere la forma del recipiente, la relación de aspecto entre la anchura del lecho de adsorción y la altura del lecho de adsorción viene dada por la forma del espacio interior del recipiente. Si el recipiente es una columna que tiene un espacio interior cilíndrico, por ejemplo, con el lecho de adsorción llenando esta columna, la anchura del lecho de adsorción viene dada por el diámetro del espacio interior de la columna y la altura del lecho de adsorción viene dada por la longitud axial del lecho de adsorción en la columna. Si se selecciona una forma no cilíndrica, el diámetro equivalente se calcula multiplicando 4 por el área de sección transversal A y dividiendo el resultado entre el perímetro U del interior de la columna: (diámetro = $4 \cdot A/U$). Si el recipiente es un tambor giratorio, por ejemplo, con el lecho de adsorción formando una capa cilíndrica en la pared interior del mismo (véase la realización que se describe a continuación), la altura equivalente del lecho de adsorción es el grosor de la capa cilíndrica formada en la pared del recipiente debido a la fuerza centrípeta y la anchura equivalente del lecho de adsorción es la longitud de la generatriz de esta capa cilíndrica.

De manera más particular, el método de la invención sirve para recuperar iones de níquel del baño de electrodeposición de níquel o del baño de niquelado no electrolítico o del agua de enjuague de níquel que contiene los iones de níquel. El método comprende una primera etapa del método a) de carga de los iones de níquel en al menos un material de adsorción, concretamente, al menos un material de intercambio catiónico, formando el material de adsorción al menos un lecho de adsorción, que tiene un volumen de lecho de adsorción y que está comprendido al menos en un recipiente, poniendo el baño de electrodeposición de níquel o el baño de niquelado no electrolítico o el agua de enjuague de níquel que contiene los iones de níquel en contacto con dicho al menos un material de intercambio catiónico (etapa de carga); y una segunda etapa del método b) de descarga de los iones de níquel de dicho al menos un material de intercambio catiónico, para producir fracciones de regeneración de níquel que salen del lecho de adsorción y tienen un $\text{pH} > 1$, poniendo un ácido como fluido regenerante en contacto con dicho al menos un material de intercambio catiónico que se carga con los iones de níquel y cargando los iones de níquel en el ácido, en donde se hace pasar el ácido a través de dicho al menos un lecho de adsorción en la etapa de regeneración en una dirección de regeneración, en donde la dirección de regeneración es una dirección descendente (etapa de regeneración); y una etapa adicional del método c) de selección de la relación de aspecto entre la anchura del lecho de adsorción y la altura del lecho de adsorción para que sea como máximo 1:10; en donde además el baño de electrodeposición de níquel o baño de niquelado no electrolítico o agua de enjuague de níquel se hace pasar a través de dicho al menos un lecho de adsorción en la etapa de carga en una dirección de carga y las direcciones de carga y de regeneración son opuestas entre sí; en donde además el baño de electrodeposición de níquel o el baño de niquelado no electrolítico o el agua de enjuague de níquel se hace pasar a través de dicho al menos un lecho de adsorción en la etapa de carga a un caudal másico de carga, en donde además se hace pasar el ácido a través de dicho al menos un lecho de adsorción en la etapa de regeneración a un caudal másico de regeneración y en donde el caudal másico de carga es mayor que el caudal másico de regeneración; y en donde el caudal másico de carga es igual o inferior a 10 volúmenes de lecho de adsorción por hora.

Los métodos de la técnica anterior adolecen de una baja eficiencia en la separación del material de recuperación cuando se descarga del material de adsorción. Se ha descubierto que esto se debe a una baja relación de aspecto entre la anchura del lecho de adsorción y la altura del lecho de adsorción que se está usando. Los métodos de la técnica anterior usan una relación de aspecto baja, que, por ejemplo, es tan baja como 1:1 o 1:2. Resulta que una relación de aspecto tan baja no da como resultado una buena separación y, por lo tanto, solo produce una baja concentración del material de recuperación en el fluido usado para descargar el material de recuperación del material de adsorción (fluido regenerante), mientras que la separación es buena cuando la relación de aspecto es elevada (véase el párrafo 2 y la figura 6 para este efecto favorable). Por lo tanto, se ha descubierto que aumentando la relación de aspecto la eficacia de la separación del material de recuperación mejora considerablemente.

Proporcionar una relación de aspecto baja del lecho de adsorción obviamente resulta en una retromezcla del fluido que atraviesa el lecho de adsorción, que se cree que se produce considerablemente porque el flujo de fluido a través del lecho de adsorción parece dirigirse de manera mucho menos sistemática aguas abajo en ese caso que cuando el lecho de adsorción tiene una relación de aspecto elevada. En lechos de adsorción con una baja relación de aspecto, el flujo de fluido puede comprender adicionalmente componentes de flujo radial que conducen a una retromezcla. Un lecho de adsorción que tiene una alta relación de aspecto promoverá la formación de un flujo de fluido a través del

lecho de adsorción en forma de pistón (flujo de tapón). De hecho, un lecho de adsorción con una relación de aspecto baja provocaría que los elementos de volumen de fluido se mezclen con elementos de volumen de fluido adyacentes mientras pasan a través del recipiente, de modo que se evita que se forme un límite claro entre esos elementos de volumen de fluido que tienen una primera composición del material de recuperación y elementos de volumen de fluido adyacentes que tienen una segunda composición que es diferente de la primera composición y como consecuencia de esto mismo se producirá la dilución del material de recuperación en el fluido. Tales composiciones diferentes se generan en el recipiente cuando el fluido regenerante pasa a través de dicho al menos un lecho de adsorción en un estado cargado, por ejemplo, en donde parte de los elementos de volumen de fluido ya han sido cargados con el material de recuperación del material de adsorción y parte de los elementos de volumen de fluido todavía están sin cargar. Es esencial que se forme un límite claro entre estas partes (efecto de separación) porque la mezcla entre elementos de volumen adyacentes en el recipiente homogeneizaría la concentración del material de recuperación en los elementos de volumen, así disminuiría la concentración de los mismos y, como consecuencia de ello, disminuiría la eficiencia de recuperación y aumentaría la concentración residual de la solución regenerante. Por lo tanto, dicho al menos un lecho de adsorción es, según la presente invención, se selecciona para que tenga una alta relación de aspecto con el fin de obtener la máxima concentración del material de recuperación en el fluido regenerante.

Por lo tanto, proporcionando el método de la invención, se optimiza la concentración del material de recuperación en un fluido regenerante que se carga desde dicho al menos un material de adsorción de modo que es posible un uso posterior o un procesamiento adicional del fluido regenerante. No se requiere más refinación del fluido regenerante o al menos solo será necesaria una refinación menor. Por consiguiente, la invención ofrece enormes ventajas económicas y ecológicas porque la eficiencia de la recuperación mejora considerablemente al mejorar la calidad del fluido regenerante. Esto se debe a que aumenta la concentración del material de recuperación en el fluido regenerante y, por lo tanto, disminuye la cantidad de fluido regenerante requerida para recuperar el material de recuperación.

A diferencia del aspecto anterior de la invención, según un aspecto alternativo de la invención, puede seleccionarse cualquier valor para la relación de aspecto entre la anchura del lecho de adsorción y la altura del lecho de adsorción, es decir, con un valor que sea menor que 1:10 o que sea 1:10 o que sea mayor que 1:10. Por lo tanto, la materia objeto de la presente invención según este aspecto es un método que usa un dispositivo para recuperar iones de níquel de un baño de electrodeposición de níquel o de un baño de niquelado no electrolítico o del agua de enjuague de níquel que contiene los iones de níquel, en donde el dispositivo comprende al menos un recipiente, en donde dicho al menos un recipiente comprende al menos un material de intercambio catiónico, en donde dicho al menos un material de intercambio catiónico forma al menos un lecho de adsorción en dicho al menos un recipiente y en donde dicho al menos un lecho de adsorción permite que el baño de electrodeposición de níquel o el baño de niquelado no electrolítico o el agua de enjuague de níquel fluya a través del mismo. Por consiguiente, el método de la invención para recuperar los iones de níquel del baño de electrodeposición de níquel o del baño de niquelado electrolítico o del agua de enjuague de níquel que contiene los iones de níquel según este aspecto comprende: a) cargar los iones de níquel, en una etapa de carga, en dicho al menos un material de intercambio catiónico que forma dicho al menos un lecho de adsorción que tiene un volumen de lecho de adsorción que está comprendido en dicho al menos un recipiente poniendo el baño de electrodeposición de níquel o el baño de niquelado no electrolítico o el agua de enjuague de níquel que contiene los iones de níquel en contacto con dicho al menos un material de intercambio catiónico; y b) descargar los iones de níquel, en una etapa de regeneración, de dicho al menos un material de intercambio catiónico, para producir fracciones de regeneración de níquel que salen del lecho de adsorción y tienen un $\text{pH} > 1$, poniendo un ácido como fluido regenerante en contacto con dicho al menos un material de intercambio catiónico que se carga con los iones de níquel y cargando los iones de níquel en el ácido, en donde se hace pasar el ácido a través de dicho al menos un lecho de adsorción en la etapa de regeneración en una dirección de regeneración, en donde la dirección de regeneración es una dirección descendente; en donde el baño de electrodeposición de níquel o baño de niquelado no electrolítico o agua de enjuague de níquel se hace pasar a través de dicho al menos un lecho de adsorción en la etapa de carga en una dirección de carga y las direcciones de carga y de regeneración son opuestas entre sí; y en donde el baño de electrodeposición de níquel o el baño de niquelado no electrolítico o el agua de enjuague de níquel se hace pasar a través de dicho al menos un lecho de adsorción en la etapa de carga a un caudal másico de carga, en donde además se hace pasar el ácido a través de dicho al menos un lecho de adsorción en la etapa de regeneración a un caudal másico de regeneración y en donde el caudal másico de carga es mayor que el caudal másico de regeneración, y en donde el caudal másico de carga es igual o inferior a 10 volúmenes de lecho de adsorción por hora. Por consiguiente, todas las realizaciones posteriores descritas a continuación en la presente memoria se refieren a estos dos aspectos de la invención, es decir, un primer aspecto en donde la relación de aspecto, como se ha definido antes en la presente memoria, es como máximo de 1:10 y un segundo aspecto en donde la relación de aspecto se establece en cualquier valor.

El método y el dispositivo de la invención para llevar a cabo el método de la invención se usan para recuperar especies de iones de níquel a partir de un líquido que contiene iones de níquel. Este líquido que contiene iones de níquel es un baño de electrodeposición de níquel o un baño de niquelado no electrolítico o un agua de enjuague de níquel que contiene los iones de níquel.

El baño de niquelado no electrolítico puede contener especies de iones hipofosfito como agente reductor, por ejemplo.

Al menos un material de adsorción puede comprender un material de intercambio catiónico de ácido fuerte. Asimismo, es altamente preferible que dicho al menos un material de adsorción comprenda un material de adsorción

monodisperso, *es decir*, tal material comprende partículas de material de adsorción que tienen todas sustancialmente el mismo tamaño (las partículas de material de adsorción tienen una distribución de tamaño de partículas estrecha).

En una realización preferida de la invención, dicho al menos un recipiente además comprende al menos un medio para fijar dicho al menos un lecho de adsorción para compensar un cambio de volumen del mismo. Con este propósito, se prefiere que el espacio interior de dicho al menos un recipiente esté diseñado para que sea variable para acomodarse de manera flexible al lecho de adsorción, independientemente de cualquier cambio de volumen al que esté sometido el lecho de adsorción.

Según esta realización preferida de la invención, el método de la invención comprende adicionalmente la etapa de método de fijar dicho al menos un lecho de adsorción para compensar un cambio de volumen del mismo (etapa de fijación).

La baja eficiencia en la recuperación del material de recuperación también puede deberse a un cambio de volumen del lecho de adsorción que se produce cuando el material de adsorción se carga con el material de recuperación y cuando el material de recuperación se descarga utilizando el fluido regenerante y se forma el denominado el margen libre en dicho al menos un recipiente como consecuencia del mismo. El material de intercambio iónico cambia de volumen cuando se carga con el material de recuperación o cuando el material de recuperación se descarga del material de intercambio iónico. Por ejemplo, el material de intercambio catiónico de ácido débil se expande, por ejemplo, de un 60 a un 80 % en volumen cuando se carga con el material de recuperación y el material de intercambio catiónico de ácido fuerte y el material de intercambio aniónico de base fuerte se expanden cuando se descargan para liberar el material de recuperación y viceversa. La expansión del material de intercambio catiónico de ácido débil es particularmente grande en comparación con el material de intercambio iónico fuerte. Este cambio de volumen normalmente requeriría que el margen libre esté disponible en dicho al menos un recipiente, mientras que el recipiente estaría diseñado para acomodar completamente el lecho de adsorción en el estado de máxima dilatación, mientras que el margen libre está disponible cuando el lecho de adsorción está en su estado contraído. El margen libre es aquella diferencia de volumen en el recipiente que está disponible para el lecho de adsorción entre su volumen máximo y mínimo y que se deja libre en el recipiente como volumen de expansión en el que puede expandirse libremente.

Al fijar dicho al menos un lecho de adsorción en una etapa de fijación según la presente invención, se contrarresta un cambio de volumen del mismo. La fijación de dicho al menos un lecho de adsorción hace que el lecho de adsorción quede retenido permanentemente en un estado apelmazado y se compacte permanentemente, *es decir*, no dejando ningún haber margen libre disponible para el lecho, de modo que está confinado en su estado apelmazado y no puede moverse libremente dentro del recipiente. Esta condición se logrará permitiendo que el tamaño del recipiente se adapte de manera flexible al volumen real del lecho de adsorción. De este modo, el volumen disponible en el recipiente para el lecho de adsorción siempre coincidirá con precisión con el volumen del lecho de adsorción.

Por consiguiente, dicho al menos un lecho de adsorción se bloqueará en posición en dicho al menos un recipiente. Por lo tanto, incluso un gran caudal de volumen ascendente no sería capaz de desplazar el lecho de adsorción hacia arriba y posiblemente no hará que las partículas de material de adsorción giren, interfiriendo con el fluido que pasa a través del mismo.

La compactación y fijación de dicho al menos un lecho de adsorción en esta realización preferida de la invención evitará o al menos minimizará, por lo tanto, que se origine cualquier espacio libre adyacente a y/o dentro del lecho de adsorción. Tal espacio libre sería perjudicial para el flujo de cualquier fluido que atravesase dicho al menos un recipiente.

El margen libre es especialmente desventajoso en la operación de regeneración si se forma en el lado de salida del lecho de adsorción. Prevenir cualquier hueco vacío en el recipiente, en particular en el lado de salida del lecho de adsorción, producirá adicionalmente un flujo más uniforme del fluido a través del lecho de adsorción. En particular, los huecos vacíos que se producen aguas abajo del lecho de adsorción son desventajosos porque conducen a una retromezcla del fluido que sale del recipiente y, por tanto, a la dilución del material de recuperación contenido en el mismo. Los huecos vacíos que están aguas abajo del lecho de adsorción son los más problemáticos para el fluido regenerante usado en la etapa de regeneración, porque lo que se desea en mayor medida es generar una concentración lo más alta posible de material de recuperación en el fluido regenerante. De igual modo, los huecos vacíos que se forman dentro del lecho de adsorción son indeseables.

Como la regeneración del material de adsorción en el caso de la recuperación de metales implica el uso de un ácido como fluido regenerante para descargar iones metálicos del material de adsorción cargado al fluido regenerante, la eficiencia de la etapa de regeneración además está definida en términos de concentración de ácido (valor de pH) contenido en el efluente que sale del material de adsorción durante la etapa de regeneración. Al usar la presente invención, la compactación y fijación de dicho al menos un lecho de adsorción minimiza la concentración de ácido contenido en el efluente porque no hay huecos vacíos presentes en y/o adyacentes al lecho de adsorción que podrían hacer que el ácido se esparciera sobre una gran cantidad de elementos volumétricos del fluido regenerante. Por lo tanto, durante la descarga de las especies de iones metálicos del material de adsorción al fluido regenerante, solo queda una pequeña cantidad de ácido en este fluido cuando sale del lecho de adsorción. Esta cantidad está determinada en el mejor de los casos por las condiciones de equilibrio entre el material de adsorción y el ácido. Por lo tanto, el efluente además contiene casi exclusivamente las especies de iones metálicos y, por lo tanto, apenas contiene

otros componentes como una gran cantidad de ácido. Esto hace posible reutilizar directamente el efluente en un baño de metalizado o para cualquier otro propósito eventual.

En una realización preferida de la presente invención, dicho al menos un recipiente además comprende al menos una primera abertura de fluido que permite que el fluido regenerante entre en dicho al menos un recipiente y al menos una segunda abertura de fluido que permite que el fluido regenerador salga de dicho al menos un recipiente. Debido a los medios de fijación de dicho al menos un recipiente, dichas al menos una primera y segunda aberturas de fluido comprenden dicho al menos un recipiente para estar, independientemente del cambio de volumen de dicho al menos un lecho de adsorción, en contacto directo y permanente con dicho al menos un lecho de adsorción. Esto se consigue evitando o al menos minimizando la formación de cualquier hueco vacío en y/o adyacente a dicho al menos un lecho de adsorción, de modo que dicho al menos un material de adsorción siempre llene completamente dicho al menos un recipiente.

La compactación y fijación de dicho al menos un lecho de adsorción se puede obtener de diversas maneras:

en una primera variación preferida de compactación y fijación de dicho al menos un lecho de adsorción, al menos un medio de fijación comprende un medio para bloquear al menos un lecho de adsorción en posición en al menos un recipiente, en donde los medios de bloqueo están montados para moverse libremente en dicho al menos un recipiente, compactando y fijando permanentemente, de ese modo, el lecho de adsorción. Si el recipiente comprende una columna, los medios de bloqueo se montan preferiblemente en la columna para moverse libremente en una dirección axial de la columna.

En esta variación de compactación y fijación de dicho al menos un lecho de adsorción, en una primera realización preferida de esta primera variación, los medios de bloqueo pueden comprender unos medios de peso gravitatorio que cargan por gravedad el lecho de adsorción en dicho al menos un recipiente. Este peso gravitatorio se puede mover libremente dentro del recipiente para que pueda moverse hacia arriba y hacia abajo a medida que varía el volumen del lecho de adsorción. El lecho de adsorción puede colocarse en una placa provista en el recipiente que es permeable al fluido para que el fluido pueda pasar a través del mismo mientras el material de adsorción queda retenido por esta placa. Los medios de peso gravitatorio se pueden colocar sobre el lecho de adsorción, posiblemente separados del mismo por un lecho apelmazado inerte o por un cuerpo inerte que es permeable al fluido, y puede comprimir el lecho de adsorción por gravedad. El medio de peso gravitatorio preferiblemente tiene una sección transversal que le permite estar casi en contacto con la pared del recipiente y dejar solo un espacio estrecho, preferiblemente un intersticio, entre este y la pared del recipiente para permitir que el fluido pase a través del mismo. Para este fin, el medio de peso gravitatorio tiene una forma y un tamaño que encajan en el interior del recipiente, el interior de una columna, por ejemplo, de modo que no tenga sustancialmente libertad para moverse radialmente por la columna, pero pueda moverse en una dirección axial por la misma. Con este fin, su superficie externa puede tener una forma que sea la misma que la forma de la pared interna de la columna o la superficie externa del medio de peso gravitatorio se apoya contra la pared interna a través de parte de su superficie externa. El intersticio entre los medios de peso gravitatorio y la pared interior del recipiente debe ser lo suficientemente pequeña como para evitar que las partículas de material de adsorción entren en la misma (el tamaño de la rendija debe ser más pequeño que las partículas intactas más pequeñas), evitando así que los medios de peso gravitatorio se hundan en el lecho de adsorción, y lo suficientemente grande como para evitar que los medios de peso gravitatorio basculen dentro del recipiente. Al menos un recipiente puede ser una columna, por ejemplo, una columna cilíndrica. En este caso, el peso gravitatorio puede deslizarse hacia arriba y hacia abajo a lo largo del eje largo de la columna.

En una segunda realización preferida de esta primera variación, se puede usar un pistón en lugar de los medios de peso gravitatorio, en donde no se fuerza a este pistón a presionarse contra el lecho de adsorción debido a su propio peso sino por una fuerza externa tal como una fuerza elástica de tipo fuerza de resorte o una fuerza generada por un depósito de presión, un depósito de gas o líquido que esté presurizado, por ejemplo (provocando un empuje hidráulico o neumático), o una fuerza de lanzamiento, por ejemplo, generada por unos medios mecánicos que son accionados por un actuador, por ejemplo, un motor. El pistón puede, como los medios de peso gravitatorio de la primera realización preferida, tener un tamaño tal que se ajuste casi exactamente al recipiente de manera que haya un pequeño espacio entre el pistón y la pared del recipiente solo para permitir que el fluido pase a través del mismo. El recipiente también puede ser una columna. Dependiendo del cambio de volumen del material de adsorción, el pistón es móvil en el recipiente y puede moverse hacia arriba y hacia abajo.

En una tercera realización preferida de esta primera variación, los medios para bloquear el lecho de adsorción en posición pueden ser una parte superior del recipiente que se ajusta a una parte inferior del recipiente de manera que el volumen encajado en el mismo sea variable. El lecho de adsorción llena completamente el espacio interior del recipiente variable, de modo que, tras un cambio de volumen del mismo, el espacio interior cambia igualmente. Las dos partes del recipiente se pueden empujar preferiblemente la una contra la otra para forzarlas a juntarse. Una fuerza de empuje externa como un resorte, una fuerza hidráulica y/o neumática, empuja las dos partes juntas y actúa contra la fuerza ejercida por el lecho de adsorción a medida que aumenta su volumen. Por lo tanto, el espacio interior del recipiente siempre corresponde al volumen del lecho de adsorción. Como el tamaño del espacio interior del recipiente se adapta permanentemente al volumen del lecho de adsorción, no se generará ningún hueco vacío ni/o adyacente al lecho de adsorción. Preferiblemente, se proporciona una abertura de entrada de fluido en una de estas partes y se proporciona una abertura de salida de fluido en la otra de dichas partes. Las dos partes pueden estar conectadas

ventajosamente juntas asegurando la estanqueidad de fugas para que el fluido no pueda escapar del recipiente. Para sellar herméticamente el recipiente, se pueden proporcionar juntas de estanqueidad deslizantes entre las paredes de la columna. En un ejemplo preferido de esta realización, una columna telescópica que comprende una parte de columna inferior y una parte de columna superior forma un volumen de espacio interior variable para alojar el lecho de adsorción. Una de estas partes de la columna se desliza dentro de la otra.

La eficiencia de compactación y fijación de los medios de bloqueo descritos en la presente memoria pueden optimizarse aún más si se activa mecánicamente el recipiente continuamente, por ejemplo, desde el lado externo del mismo golpeando la pared del recipiente, por ejemplo, o ejerciendo una acción vibratoria sobre el recipiente. Esta activación mecánica inducirá con más facilidad una compactación y fijación del lecho de adsorción y, por tanto, contribuirá a la acción de los medios de bloqueo. Esta contribución es principalmente efectiva en el caso de los medios de peso gravitatorio.

Todas estas realizaciones preferidas evitan o al menos minimizan cualquier hueco vacío en y/o adyacente al lecho de adsorción en el recipiente de modo que se obtenga un flujo muy uniforme de fluido a través del lecho de adsorción. Los medios de peso gravitatorio o pistón o incluso otros medios de bloqueo móviles forman el límite superior del lecho de adsorción y de esta manera delimitan el espacio interior del recipiente. Por supuesto, los principios de los medios de peso gravitatorio, del pistón y de la columna telescópica o solo dos de los mismos pueden realizarse en la misma realización, por ejemplo, proporcionando un peso gravitatorio que sea empujado por una fuerza de presión externa.

Para obtener tan pocos huecos vacíos y/o tan pequeños como sea posible aparte de los medios de peso gravitatorio móviles o del pistón u otros medios de bloqueo, la abertura de fluido, que permite que el fluido (en particular, el fluido regenerante) salga del lecho de adsorción, puede situarse directamente en el medio de peso gravitatorio o pistón u otro medio superior que bloquee el lecho de adsorción en posición, preferiblemente, en su parte inferior o superior. Por consiguiente, la abertura de fluido se mueve junto con los medios de bloqueo a medida que el volumen del lecho de adsorción varía. Por ejemplo, los medios de bloqueo pueden comprender al menos un orificio central pasante que permita que el fluido pase a través de este y salga del recipiente, preferiblemente, a través de un tubo o manguera u otro medio de conducción. Este medio de conducción puede ser flexible para ajustarse a la posición instantánea del medio de bloqueo dependiendo del volumen del lecho de adsorción.

Como alternativa, se puede proporcionar un medio de conducción, como un tubo o una manguera, que esté fijamente sumergido en el lecho de adsorción de modo que el fluido que pasa a través del lecho de adsorción salga del mismo en una ubicación dada, que viene dada por la ubicación de la abertura que lleva a este medio de conducción.

Esta ubicación dada de esta abertura siempre está dentro del lecho de adsorción o justo encima del nivel más bajo del límite superior del lecho de adsorción, incluso cuando el lecho de adsorción está en su volumen mínimo. De este modo, siempre se permite que el fluido salga del lecho de adsorción después de haber pasado un volumen definido del mismo. El medio de conducción puede pasar, por ejemplo, a través del medio de bloqueo móvil en donde el medio de bloqueo se desliza a lo largo de este medio de conducción a medida que el volumen del lecho de adsorción varía.

En una alternativa adicional, se puede proporcionar una abertura de fluido que permita que el fluido salga del recipiente en una ubicación dada en y/o en el recipiente, preferiblemente, en la pared del recipiente, de manera que el fluido salga del lecho de adsorción después de haber pasado una distancia dada por dentro del lecho de adsorción. De nuevo, esta ubicación definida estará situada en una ubicación dada debajo del límite superior del lecho de adsorción cuando el lecho de adsorción haya alcanzado un volumen mínimo.

Estas dos alternativas anteriores dejan parte del lecho de adsorción sin usar si el volumen del lecho de adsorción no es mínimo, porque el fluido entra o sale de este sin entrar en contacto con la porción más alta del mismo, que está provisto entre el límite superior del mismo y la abertura de fluido. En lugar de material de adsorción puro, el lecho puede consistir en el material de adsorción y un lecho superior que consiste en material inerte. En este caso, puede seleccionarse la altura de llenado del material de adsorción para que termine con el límite superior del material adsorbente del lecho de adsorción justo por debajo de la parte del lecho inerte. Al hacerlo, se evitará este arrastre no deseado e incontrolado del material liberado del material de adsorción que no estará en contacto o solo en parte con el fluido de encima del conducto.

En una segunda variación preferida de compactación y fijación de dicho al menos un lecho de adsorción, al menos un medio de fijación comprende un elemento de apelmazado elástico que desplaza parte de dicho al menos un lecho de adsorción, compactando y fijando permanentemente, de ese modo, el lecho de adsorción. Los elementos de apelmazamiento de esta segunda variación son espacios sellados situados en el lecho de adsorción o directamente adyacentes al mismo. Los espacios sellados pueden ser bolas, burbujas u otras cavidades que están encapsuladas con una membrana elástica, como pelotas de goma u otros cuerpos de desplazamiento. El recipiente que contiene el lecho de adsorción y los elementos de apelmazamiento elásticos tiene un volumen fijo, el lecho de adsorción y los elementos de apelmazamiento llenan completamente el recipiente de manera que no quede ningún hueco vacío en el mismo. Los elementos de apelmazamiento elásticos se comprimen o expanden por la dilatación o contracción del volumen del lecho de adsorción, respectivamente. Los elementos de apelmazamiento elásticos evitan que se formen huecos vacíos en y/o adyacentes al lecho de adsorción, para que el lecho de adsorción quede permanentemente compactado y fijado en el recipiente.

En una primera realización preferida de esta segunda variación, los elementos de apelmazamiento elásticos están completamente sellados y se comprimen o expanden debido a un equilibrio de presión entre la presión ejercida por el lecho de adsorción sobre la dilatación o contracción del volumen del mismo, respectivamente, y la presión interna de los elementos de apelmazamiento elásticos: cuando el volumen del lecho de adsorción aumenta, el material de adsorción comprime los elementos de apelmazamiento elásticos contra su presión interna, y cuando el volumen del lecho de adsorción disminuye, el material de adsorción permite que los elementos de apelmazamiento se expandan debido a su presión interna. Los espacios sellados se pueden mezclar con el material de adsorción más o menos uniformemente o se pueden colocar en ubicaciones predeterminadas en el lecho de adsorción: si se proporciona una pluralidad de dichos espacios sellados, estos espacios sellados pueden situarse en ubicaciones definidas en el lecho de adsorción, por ejemplo, separados a distancias regulares entre sí para exprimir uniformemente todo el lecho de adsorción una vez que cambia su volumen. La posición de los elementos elásticos se puede fijar a lo largo de la altura y el diámetro del recipiente con el fin de lograr una distribución homogénea en el mismo y, por lo tanto, puede evitar que los elementos elásticos y el material de adsorción se separen.

En una segunda realización preferida de esta segunda variación, se proporciona al menos un elemento de apelmazamiento elástico en cada recipiente y se conecta a un depósito externo, por ejemplo, un depósito de gas o líquido a presión, que puede expandir el elemento o elementos de apelmazamiento elásticos o permitir que el material de adsorción comprima a los mismos dependiendo del cambio de volumen del mismo. Al controlar la presión en el depósito externo, el lecho de adsorción puede mantenerse permanentemente sujeto a una presión dada.

El material de los elementos de apelmazamiento elásticos puede seleccionarse preferiblemente para que sea adecuado para soportar la presión y cualquier acción química a la que esté sujeto. Puede estar hecho, por ejemplo, con un fluoropolímero, tal como, FPM (fluoroelastómero) o material de silicio, posiblemente reforzado con un material de refuerzo como una malla.

En una tercera variación preferida de compactación y fijación de dicho al menos un lecho de adsorción, al menos un medio de compactación y fijación comprende un material flexible que forma parte de al menos el recipiente, al menos una pared, como una pared lateral, de al menos un recipiente, por ejemplo, compactando y fijando permanentemente, de ese modo, el lecho de adsorción. El material flexible puede ser cualquier material que sea adecuado para soportar la presión y cualquier acción química a la que esté sujeto. Puede estar hecho, por ejemplo, con un fluoropolímero, tal como, FPM (fluoroelastómero) o material de silicio, posiblemente reforzado con un material de refuerzo como una malla. Se prefiere FPM porque presenta propiedades sobresalientes (excelente resistencia química, excelente elasticidad). El material flexible está sujeto a una fuerza de restauración externa, de modo que el lecho de adsorción que se forma en el espacio interior del recipiente siempre llena el mismo sin huecos vacíos. La fuerza de restauración externa puede ser la presión atmosférica externa, pero también puede ser una fuerza elástica externa, tal como una fuerza de resorte o una fuerza hidráulica o neumática. En una alternativa, el recipiente puede colocarse, por ejemplo, en un contenedor externo que contiene un fluido hidráulico que ejerce la fuerza de restauración sobre el recipiente de manera uniforme contra todos sus lados.

En una primera realización preferida de esta tercera variación de la invención, el recipiente comprende un fuelle que acomoda el lecho de adsorción y que es de longitud variable, de modo que su volumen de espacio interior es variable. Como el fuelle tiene un volumen interior variable, el lecho de adsorción provisto en el fuelle preferiblemente llena completamente el fuelle sin dejar ningún hueco vacío, independientemente de cualquier cambio de volumen del lecho de adsorción. A medida que el volumen del lecho de adsorción varía, el volumen interior del fuelle varía igualmente. La fuerza externa se ejerce preferiblemente sobre las caras frontales del fuelle. El fluido puede pasar desde cualquiera de las caras frontales del fuelle al lecho de adsorción y puede dejarlo en la cara frontal opuesta.

En una segunda realización preferida de esta tercera variación de la invención, al menos parte de las paredes del recipiente están hechas con un material flexible. Este material flexible puede deformarse por la fuerza interna del lecho de adsorción y/o por la fuerza externa mientras se expande para proporcionar un espacio interior de volumen variable en el recipiente. El material flexible puede ser, por ejemplo, una membrana flexible hecha de FPM o de silicona. Preferiblemente la membrana forma una de las paredes, preferiblemente las paredes laterales, del recipiente. Una fuerza externa actúa sobre esta membrana. Esta fuerza externa puede ejercerse por medio de una placa de presión, por ejemplo. En una alternativa a esta segunda realización preferida, el recipiente puede estar hecho completamente del material flexible de manera que se expanda cuando se dilata el lecho de adsorción y se comprima cuando el volumen del lecho de adsorción se contrae. El recipiente puede ser, por ejemplo, un tubo flexible, preferiblemente hecho de FPM o de silicona. En ambos casos, el fluido puede entrar en el recipiente a través de cualquiera de sus caras de extremo frontales y salir del mismo a través de la otra cara frontal.

En una alternativa de esta segunda realización preferida, el recipiente comprende segmentos que se forman a partir de un material de pared elástico, estos segmentos están separados entre sí por segmentos de pared rígidos que conectan los segmentos de pared elásticos entre sí. Los segmentos de pared rígidos y elásticos preferiblemente se alternan en una dirección axial del recipiente. Esta alternativa adicional permite una contracción uniforme del lecho de adsorción sin permitir que se forme ningún hueco vacío en el mismo.

En una alternativa adicional de esta realización preferida de esta tercera variación, al menos parte de las paredes del recipiente están hechas a partir del material flexible, pero no se permite que estas paredes se expandan, sino que

5 simplemente se comben. Por consiguiente, debido a la acción compresiva del lecho de adsorción, el recipiente flexible se comprime. Esto permite que el material flexible esté sujeto a un menor desgaste y, por lo tanto, resistirá períodos de uso más prolongados. Se alcanza un volumen interior máximo del recipiente cuando la pared o paredes flexibles están combadas al mínimo. Se puede tener solo una pared (lateral) o unas pocas paredes (laterales) o todas las paredes (laterales) del recipiente flexibles.

10 En una cuarta variación preferida de compactación y fijación de dicho al menos un lecho de adsorción, al menos un medio de fijación comprende al menos un actuador giratorio que provoca la rotación de al menos un recipiente y del lecho de adsorción comprendido en el mismo, compactando y fijando permanentemente, de ese modo, el lecho de adsorción. Debido a la rotación, se genera un hueco vacío en el centro de dicho al menos un recipiente. Este hueco vacío compensa el cambio de volumen del lecho de adsorción. Una abertura de entrada de fluido está situada axialmente en el recipiente que suministra el fluido al centro del recipiente. El fluido luego se traslada radialmente a través del lecho de adsorción y llega a la periferia del recipiente. Se proporciona una abertura de salida de fluido en la pared exterior del recipiente para permitir que el fluido salga del recipiente por allí. El recipiente puede ser preferiblemente una columna o un tambor rotativo sólido que tenga paredes perforadas. La columna o tambor aloja el material de adsorción. Al girar la columna o el tambor, una capa cilíndrica de material de adsorción forma el lecho de adsorción por acción de una fuerza centrípeta. Esta fuerza proporciona la compactación y fijación del lecho de adsorción en el recipiente. Un conducto forzado puede disponerse axialmente en el centro de la columna o tambor y puede suministrar el fluido al lecho de adsorción. La rotación de la columna o del tambor y del lecho de adsorción también provocará la rotación del fluido, de modo que se presionará radialmente hacia afuera. Como se puede ejercer en el fluido una fuerza correspondiente dirigida radialmente hacia fuera que puede ser considerablemente mayor que la fuerza de gravedad, el paso del fluido a través del lecho de adsorción puede acelerarse considerablemente en comparación con las otras variaciones descritas anteriormente en este documento. Asimismo, a medida que el lecho de adsorción se compacta en la dirección radial hacia afuera, no se forman huecos vacíos perjudiciales en esta región, asegurando así la mejor eficiencia del método de recuperación.

25 Además de compactar y fijar al menos un lecho de adsorción en al menos un recipiente, el volumen de los conductos y otros receptáculos utilizados para transportar y/o recibir el fluido puede minimizarse para optimizar aún más la eficiencia del dispositivo y el método de recuperación del material de recuperación. Para este fin, cualquier tubo se dimensiona preferiblemente para que sea lo más pequeño posible, teniendo en cuenta que la pérdida de presión se mantiene, no obstante, baja.

30 En una realización preferida adicional de la presente invención, el caudal másico de hacer pasar el fluido regenerante a través del lecho de adsorción se selecciona para que sea pequeño. De manera más particular, si se hace pasar el fluido de recuperación a través de dicho al menos un lecho de adsorción en la etapa de carga a un caudal másico de carga y si se hace pasar el fluido regenerante a través de dicho al menos un lecho de adsorción en la etapa de regeneración a un caudal másico de regeneración, el caudal másico de carga es mayor que el caudal másico de regeneración. Se ha descubierto que dicha selección además ofrece la ventaja de que se puede aumentar la concentración del material de recuperación en el fluido regenerante, optimizando así la eficiencia del método de la invención. Además, se minimiza la pérdida de presión en el lecho de adsorción.

40 Para minimizar la pérdida de presión a través de los lechos de adsorción, se puede conectar en paralelo una pluralidad de dichos recipientes que contienen cada uno un lecho de adsorción. Para compensar las posibles diferencias de resistencia hidráulica de los lechos de adsorción individuales conectados en paralelo, se proporciona un lecho de adsorción adicional que tiene una resistencia hidráulica adicional que es, por ejemplo, de 5 a 10 veces mayor en comparación con la resistencia hidráulica individual de cada resistencia hidráulica individual de los lechos de adsorción. La resistencia adicional preferiblemente estará conectada en serie con los contenedores conectados en paralelo. Esta resistencia adicional se puede realizar para que esté activa solo en una dirección de flujo, de modo que en ambos lados de los al menos dos recipientes se pueda instalar una resistencia hidráulica activa unidireccional. La resistencia adicional puede ser una sola que esté conectada a un colector común de todos los contenedores o cada recipiente individual estará conectado a una resistencia hidráulica adicional individual. Las diferencias de las resistencias fluidas individuales de los lechos de adsorción conectados en paralelo se compensarán en gran medida.

50 Asimismo, para lograr la relación de aspecto deseada según la presente invención, se puede conectar en serie una pluralidad de recipientes que contienen cada uno un lecho de adsorción, calculándose la relación de aspecto sumando los lechos de adsorción de todos los recipientes conectados en serie y tomando la suma obtenida para determinar la relación de aspecto. Tal distribución de un lecho de adsorción a una pluralidad de recipientes conectados en serie puede ser ventajosa si se utilizan los medios para bloquear el lecho de adsorción en posición, en particular, los pesos por gravedad, para compactar y fijar los lechos de adsorción. Se cree que dicha ventaja se debe al hecho de que los pesos gravitacionales realmente solo actúan sobre una altura limitada del lecho de adsorción, dependiendo del tipo de material de adsorción, de la relación de aspecto y de un par de factores adicionales que influyen en el efecto de compactación y fijación. Si se usan lechos de adsorción relativamente cortos, la eficiencia de compactación y fijación en tal caso es mejor.

60 Si se va a usar un recipiente con un lecho de adsorción con una alta relación de aspecto, se puede usar una pluralidad de medios de bloqueo para fijar y compactar el lecho de adsorción en este lecho de adsorción, estando los medios de bloqueo de más arriba situados en el límite superior del lecho de adsorción y todos los medios de bloqueo adicionales

colocados separados dentro del lecho de adsorción uno sobre el otro. De este modo, cada uno de los medios de bloqueo puede compactar y fijar una porción del lecho de adsorción que se proporciona en una región justo por debajo de este medio de bloqueo. Tal disposición en serie se puede lograr también mediante una serie de compartimentos alternos que contienen material de adsorción y material de bloqueo en una columna.

- 5 Asimismo, según la presente invención, si se hace pasar el fluido de recuperación a través de dicho al menos un lecho de adsorción en la etapa de carga en una dirección de carga y si se hace pasar el fluido regenerante a través de dicho al menos un lecho de adsorción en la etapa de regeneración en una dirección de regeneración, las direcciones de carga y de regeneración son opuestas entre sí, *es decir*, con un flujo de contracorriente. De nuevo, esta selección asegura una concentración aún mayor del material de recuperación en el fluido regenerante.
- 10 Asimismo, según la presente invención, la dirección de regeneración se selecciona para que sea paralela a la dirección de la gravedad y la dirección de carga se selecciona para que sea antiparalela a la dirección de la gravedad. Como la dirección de regeneración es paralela a la dirección de la gravedad, *es decir*, descendente, la eficiencia de recuperación del material recuperado se optimiza aún más. Este efecto puede deberse al hecho de que la regeneración usando un material de intercambio catiónico de ácido débil conlleva la contracción del material de adsorción y que al
- 15 pasar el fluido regenerante hacia abajo, el material de adsorción situado en la capa superior del lecho de adsorción, por consiguiente, se contrae primero y luego la contracción continúa sucesivamente hacia abajo paralela al flujo de fluido regenerante. Esta secuencia de contracción del material de adsorción en el lecho de adsorción permite una compactación y fijación más precisa del lecho, más particularmente si los medios de fijación comprenden un medio para bloquear el lecho de adsorción en posición en el recipiente, más especialmente, un medio de peso gravitatorio.
- 20 Si la dirección del flujo regenerante fuera corriente arriba, la contracción se produciría primero en el fondo del lecho y, por lo tanto, requeriría la compactación del lecho en esta región. Este requisito no es fácil de cumplir.

Se prefiere que la dirección de regeneración sea hacia abajo, aunque en menor medida puede experimentar bolsas de aire en el lecho de adsorción, si el lecho de adsorción se ha vaciado de líquido antes de la regeneración, o bolsas de agua en el lecho de adsorción, si el lecho de adsorción se ha lavado con agua antes de la regeneración. Como

25 consecuencia de esto, se evita, en cierta medida, que el fluido regenerante pase de manera uniforme a través del lecho de adsorción. Pero, se ha descubierto que este efecto desventajoso es insignificante. Los beneficios anteriores compensan abrumadoramente este efecto menos pronunciado, por lo que la eficiencia ha demostrado ser excelente.

Las siguientes figuras y ejemplos explican la invención con más detalle. Estas figuras y ejemplos sirven exclusivamente para su comprensión y no limitan el alcance de la invención tal y como se reivindica.

- 30 Fig. 1 muestra un par de realizaciones de los medios de compactación y fijación según la primera variación de la invención;
- Fig. 2 muestra un par de realizaciones de los medios de compactación y fijación según la segunda variación de la invención;
- 35 Fig. 3 muestra un par de realizaciones de los medios de compactación y fijación según la tercera variación de la invención;
- Fig. 4 muestra una realización de los medios de compactación y fijación según la cuarta variación de la invención;
- Fig. 5 muestra unos perfiles de regeneración en dos gráficos que comparan dos resinas diferentes en una columna;
- Fig. 6 muestra unos perfiles de regeneración en dos gráficos que se obtienen con dos columnas que tienen diferentes relaciones de aspecto;
- 40 Fig. 7 muestra la recuperación de níquel en dos gráficos que comparan un flujo regenerante aguas arriba y aguas abajo; sin ningún bloqueo;
- Fig. 8 muestra unos perfiles de regeneración en dos gráficos que se obtienen con una columna que tiene un lecho de adsorción que está fijado por un peso gravitatorio colocado sobre el lecho de adsorción y con una columna que no tiene dicho peso gravitatorio mientras se regenera el flujo ascendente;
- 45 Fig. 9 muestra un perfil de regeneración en un gráfico con una concentración de ácido sulfúrico de 3 moles / l y sin desplazamiento de aire;
- Fig. 10 muestra un perfil de regeneración en un gráfico producido con un lecho de resina alojado en una columna flexible;
- Fig. 11 muestra un perfil de regeneración en un gráfico producido con 1 mol / l de ácido sulfúrico en una columna;
- 50 Fig. 12 muestra unos perfiles de regeneración en dos gráficos que se obtienen con soluciones regenerantes que pasan a través de los lechos de adsorción con diferentes caudales.

Los elementos que desempeñan la misma función se designan con los mismos signos de referencia en las figuras.

Los dispositivos de la invención mostrados y explicados en la presente memoria pueden ser parte de una disposición de recuperación, esta disposición comprende, además del dispositivo de la invención, otros dispositivos, como un aparato de electrodialisis como se describe en el documento de patente europea EP 1 532 295 B1. Este aparato de electrodialisis puede estar conectado, por ejemplo, a un dispositivo de depósito metálico no electrolítico, por ejemplo, un dispositivo de niquelado no electrolítico. La disposición de recuperación además puede comprender contenedores adicionales y medios de conducción que conectan los dispositivos y contenedores de una manera apropiada.

La figura 1 muestra una pluralidad de realizaciones de la invención que comprende una primera variación de un medio ML para fijar dicho al menos un lecho de adsorción SB para compensar un cambio de volumen VC del mismo.

Los recipientes mostrados en las figuras 1(a), (b), (c), (d) son columnas C que se llenan con un material de adsorción, siendo la columna preferiblemente una columna no elástica en estas realizaciones. La columna C puede estar conectada a un primer contenedor que comprende un electrolito que contiene especies de iones metálicos, concretamente, especies de iones de níquel, que se eliminarán del fluido, siendo este fluido un fluido de carga, y a un segundo contenedor que comprende un fluido que contiene un ácido para eliminar las especies de iones metálicos cargadas en el material de adsorción que forma el lecho de adsorción SB en la columna, siendo este fluido un fluido regenerante (no mostrado). Para hacer pasar el fluido de carga o el fluido regenerante a través de la columna C, se proporcionan unas aberturas de fluido, una primera abertura de fluido FP situada en la cara superior de la columna C y una segunda abertura de fluido SP en la cara inferior de la columna C, en donde se usa una abertura de fluido para alimentar la columna C con el fluido y la otra se usa para retirar el fluido de la columna C una vez que ha pasado a través de la misma. Para conmutar entre los fluidos, se pueden proporcionar válvulas entre los contenedores y la columna C. El primer y segundo contenedor pueden conectarse además a otras instalaciones, el primer contenedor a una disposición de electrodialisis, por ejemplo, para eliminar contaminantes de un fluido de depósito y el segundo contenedor, por ejemplo, a un depósito que contiene fluido regenerante.

El lecho de adsorción SB llena completamente y sin huecos vacíos la columna C, pero está sujeto a un cambio de volumen VC que se produce debido a las acciones de carga y descarga realizadas en este material. Para permitir la carga de iones metálicos en el material de adsorción, el material de adsorción es un material de intercambio catiónico de ácido débil. Si el material de adsorción es un material de intercambio catiónico de ácido débil que carga este material con especies de iones metálicos, entonces el material de intercambio iónico se expande para llenar casi por completo la columna C hasta su cara superior. Debido a una acción de descarga que se produce cuando se hace pasar un fluido regenerante a través del lecho de intercambio catiónico SB (en la etapa de regeneración), el material de intercambio catiónico se contrae y llena la columna C hasta aproximadamente solo la mitad del mismo hasta el nivel indicado en LV. El lecho de intercambio iónico SB tiene en el estado cargado un volumen de aproximadamente 180 % del que tiene en el estado descargado, dependiendo de la naturaleza de la resina seleccionada.

El fluido de carga es un líquido que contiene especies de iones metálicos, por ejemplo, que pueden ser el resultado de un proceso químico en donde el fluido es un fluido residual. La especie de iones metálicos debe cargarse en el material de intercambio iónico contenido en la columna C. Una vez que el lecho de intercambio iónico SB ha sido cargado con las especies de iones metálicos, estas especies pueden ser retirarse (descargadas) del material de intercambio iónico para ser transferidas a un fluido regenerante. Para este fin, el fluido regenerante, por ejemplo, un fluido ácido para retirar especies de iones metálicos del material de intercambio catiónico de ácido débil se hace pasar a través de la columna C y se carga en el fluido regenerante. El fluido de carga se hace pasar a través de la columna C en una dirección de carga ascendente LD y el fluido regenerante se hace pasar a través de la columna C en una dirección de regeneración descendente RD que es antiparalela a la dirección de carga LD.

Los medios ML para fijar dicho al menos un lecho de adsorción SB para compensar un cambio de volumen VC pueden realizarse con una variedad de alternativas:

una primera realización de esta primera variación de los medios ML para fijar dicho al menos un lecho de adsorción SB para compensar un cambio de volumen VC del mismo, que se muestra en la figura 1(a), es un peso gravitatorio que encaja exactamente en la columna C. Este peso gravitatorio ML se asienta sobre el lecho de adsorción SB y simplemente está separado por un lecho inerte apelmazado que a su vez está colocado encima del lecho de adsorción SB. Una fuerza FC, la fuerza de la gravedad en este caso, está dirigida por el peso gravitatorio ML hacia abajo contra el lecho de adsorción SB. Como el peso gravitatorio ML encaja exactamente en la columna C y puede deslizarse por dentro de la misma, las partículas del lecho de adsorción no pueden entrar por el intersticio entre el peso gravitatorio ML y la pared de la columna C. El fluido que entra o sale en el peso gravitatorio ML a través de la primera abertura de fluido FP puede pasar, por ejemplo, a través de uno o más agujeros pasantes provistos en el peso gravitatorio ML.

Cuando el fluido de carga que contiene iones metálicos se hace pasar hacia arriba a través de la segunda abertura de fluido SP por dentro de la columna C, luego, a través del lecho de adsorción SB y finalmente fuera de este a través de la primera abertura de fluido FP, el lecho de adsorción SB se expande para alcanzar el volumen indicado en la figura 1(a), incluyendo el cambio de volumen VC, de modo que el peso gravitatorio ML se mueve a la posición superior como se indica en la figura 1(a). Después de que el material de adsorción se haya cargado con las especies de iones metálicos, se enjuaga y, a continuación, las especies de iones metálicos se descargan del material de adsorción haciendo pasar un fluido regenerante hacia abajo a través de la primera abertura de fluido FP al interior de la columna C, luego, haciendo pasar el mismo a través del lecho de adsorción SB y finalmente fuera del mismo a través de la

segunda abertura de fluido SP. Con este fin, se proporcionan válvulas para conmutar entre el paso del fluido de carga hacia arriba a través de la columna C y el paso del fluido regenerante hacia abajo a través de la columna C. Por lo tanto, los dos fluidos pasan a través de la columna C en un flujo contracorriente. Debido a la acción del fluido regenerante que descarga las especies de iones metálicos del material de adsorción, el material de adsorción se contrae por el cambio de volumen VC, de modo que el lecho de adsorción SB alcanzará un nivel superior indicado en LV. Por lo tanto, el peso gravitatorio ML se mueve desde su posición superior hasta una posición inferior que estará justo por encima de este nivel superior indicado en LV debido a la fuerza de gravedad FC. La primera abertura de fluido FP se mueve hacia abajo junto con el peso gravitatorio ML. Como consecuencia, el volumen interior disponible para el lecho de adsorción SB siempre estará confinado en un espacio definido entre el peso gravitatorio ML y una placa inferior de fondo. Por consiguiente, no se formará un hueco vacío perjudicial (margen libre) encima del lecho de adsorción SB, de modo que no se produzcan efectos de dilución que interfieran con la eficacia del método de recuperación.

Las figuras 1 (b) y 1 (c) muestran como realizaciones alternativas del dispositivo de la invención otro medio ML para fijar dicho al menos un lecho de adsorción SB para compensar un cambio de volumen VC del mismo. Este otro medio de fijación es un pistón ML que se puede mover axialmente en la columna C. La posición del pistón ML que se muestra en las figuras 1 (b) y 1 (c) es la posición superior que alcanza cuando el lecho de adsorción SB está en su estado completamente expandido. El pistón ML estaría en una posición más baja (aproximadamente al nivel indicado en LV) si el lecho de adsorción SB estuviera en su estado más contraído.

En las realizaciones mostradas en las figuras 1 (b) y 1 (c) el pistón ML se somete a una fuerza de acción axial y descendente FC, de modo que puede seguir fielmente el cambio de volumen VC del lecho de adsorción SB y, por lo tanto, puede colocarse permanentemente directamente sobre la superficie del lecho de adsorción SB para evitar la formación de cualquier hueco vacío por encima del lecho de adsorción SB.

En la realización mostrada en la figura 1(b), la primera abertura de fluido FP está formada por el extremo inferior de un tubo TU montado en la columna C desde la cara superior de la misma. Este tubo TU se proporciona para permitir que el fluido entre desde arriba o para permitir que el fluido salga del lecho de adsorción SB en una dirección ascendente. Este tubo TU atraviesa el pistón ML y se sumerge en el lecho de adsorción SB hasta un nivel inferior al indicado en LV, de modo que su abertura inferior (primera abertura de fluido FP) siempre se sumerge en el lecho de adsorción SB, independientemente del cambio de volumen VC del lecho de adsorción SB. El tubo TU está montado inmóvil en la columna C y penetra en el pistón ML a través de un orificio pasante provisto en el mismo, para que el pistón ML pueda deslizarse a lo largo de este a medida que el pistón ML se mueve hacia arriba y hacia abajo.

El fluido de carga pasa a través del lecho de adsorción SB haciendo pasar el fluido de carga a través de la segunda abertura de fluido SP en una dirección de carga ascendente LD por dentro de la columna C, a través de este y a través de una abertura de fluido superior ARRIBA de la columna C. El fluido regenerante pasa en un flujo de contracorriente con relación al fluido de carga a través del lecho de adsorción SB en una dirección de regeneración descendente RD. Entra en la columna C a través del tubo TU y entra en el lecho de adsorción SB a través de la primera abertura de fluido FP. Luego atraviesa el lecho de adsorción SB y sale del mismo a través de la segunda abertura de fluido SP.

El pistón ML compacta de permanentemente el lecho de adsorción SB, de modo que no puede producirse ningún movimiento en el mismo debido, por ejemplo, al paso del fluido a través de este. Debido a la colocación de la primera abertura de fluido FP dentro del lecho de adsorción SB por debajo del nivel indicado en LV, el fluido pasa a través del lecho de adsorción SB a través de una longitud de trayectoria dada definida por la distancia entre la primera abertura de fluido FP y la segunda abertura de fluido SP.

Diferente al dispositivo que se muestra en la figura 1(b), el dispositivo que se muestra en la figura 1(c) tiene una primera abertura de fluido FP montada en una pared lateral de la columna C a un nivel inferior al indicado en LV. Por lo tanto, la primera abertura de fluido FP siempre está situada en una región cubierta por el lecho de adsorción SB.

Como en el dispositivo que se muestra en la figura 1(b), el fluido de carga se hace pasar al dispositivo de la figura 1(c) a través de la columna C en una dirección ascendente introduciéndolo a través de la segunda abertura de fluido SP dentro de la columna C, luego se le hace pasar a través del lecho de adsorción SB y se le deja salir de la columna C a través de un tubo TU que está montado en una de las paredes laterales de la columna C en su extremo superior. El fluido regenerante se introduce en el lecho de adsorción SB a través de la primera abertura de fluido FP dentro de la columna C, luego pasa a través del lecho de adsorción SB y sale de la columna C a través de la segunda abertura de fluido SP.

La figura 1(d) muestra otro medio ML para fijar dicho al menos un lecho de adsorción SB para compensar un cambio de volumen VC como otra realización alternativa del dispositivo de la invención. Este medio de fijación ML comprende una parte superior de un par de cilindro y pistón, en donde la parte superior en este caso es el cilindro ML que abraza la columna C, formando este último un pistón en este cilindro ML. Las dos partes ML, C se acoplan entre sí ajustándose exactamente, con un sello de junta deslizante entre las superficies deslizantes (no mostradas) que está provisto para evitar que el fluido pase al exterior. A medida que las dos partes ML, C se deslizan en una dirección axial entre sí, el volumen interno incluido en su interior es variable. El lecho de adsorción SB llena completamente el volumen interno del recipiente C. Debido a un cambio de volumen VC del lecho de adsorción SB, el pistón ML se mueve hacia arriba

o hacia abajo dependiendo del estado actual del lecho de adsorción SB. Una fuerza descendente FC actúa sobre el pistón ML para garantizar la compactación y fijación del lecho de adsorción SB y para garantizar que no se forme ningún hueco vacío en la columna C.

Se hace pasar un fluido de carga a través del lecho de adsorción SB en una dirección de carga ascendente LD entrando en la columna C a través de la segunda abertura de fluido SP y saliendo de la columna C a través de la primera abertura de fluido FP. El fluido regenerante se hace pasar a través del lecho de adsorción SB en una dirección de regeneración descendente RD entrando en la columna a través de la primera abertura de fluido FP y saliendo de la columna C a través de la segunda abertura de fluido FP.

La figura 2 muestra realizaciones de la invención que comprenden una segunda variación de un medio EP para fijar dicho al menos un lecho de adsorción SB para compensar un cambio de volumen VC del mismo con una variedad de alternativas:

Los recipientes mostrados en las figuras 2(a), 2(b) y 2(c) son columnas C que se llenan con un material de adsorción, las columnas preferiblemente son nuevamente columnas no elásticas C en estas realizaciones. Además del material de adsorción, se han provisto elementos de apelmazamiento elásticos EP en las columnas C. Estos elementos de apelmazamiento elásticos pueden ser, por ejemplo, bolas de goma EP (figura 2(a)) que son compresibles o, por ejemplo, una manguera EP hecha de un material elástico (figura 2(b)). El espacio interno de la manguera EP está conectado a un medio de medición de presión externo para controlar la presión interna de la misma. Asimismo, se puede proporcionar un depósito de gas para conectarlo al volumen interno de la manguera EP. En el caso de la figura 2(c), el material elástico se forma en segmentos de la columna que están axialmente separados entre sí y que llenan, cada uno, la sección transversal de la columna C. Dado que el volumen interno de la columna C está definido para ser constante, los elementos de apelmazamiento elásticos EP se ven obligados a cambiar de tamaño si cambia el volumen del material del lecho de adsorción SB: si el material de adsorción se expande, los elementos de apelmazamiento elásticos EP se comprimen (ilustraciones del lado derecho de las figuras 2 (a), (b)), y si el material de adsorción se contrae, los elementos de apelmazamiento elásticos EP se expanden debido a una sobrepresión interna que actúa contra la presión ejercida por el material de adsorción sobre los mismos (ilustraciones del lado izquierdo de las figuras 2 (a), (b)). Por lo tanto, los elementos de apelmazamiento elásticos EP proporcionan unos medios de fijación en el sentido de la presente invención, garantizando así permanentemente que el lecho de adsorción SB esté constantemente fijado en la columna C y compactado en la misma. Los elementos de apelmazamiento elásticos EP pueden estar asimismo fijados en la columna C para evitar cualquier movimiento de los mismos, tal como en la realización mostrada en la figura 2 (c): En este caso, los elementos de apelmazamiento elásticos EP se fijan en la columna para estar situados entre partes del lecho de adsorción SB. En este caso, cada elemento de apelmazamiento elástico EP compacta parte del lecho de adsorción SB que está cerca del elemento de apelmazamiento elástico EP respectivo. Esto compensa una eventual contracción no homogénea del lecho de adsorción SB, formando así huecos vacíos en la columna. Por lo tanto, el fluido que pasa a través de la columna no está sujeto a ninguna perturbación que pueda ser causada por los huecos vacíos como el margen libre provisto normalmente. Por lo tanto, esta variación de los medios para fijar dicho al menos un lecho de adsorción SB es perfectamente adecuada para compensar el cambio de volumen VC del lecho de adsorción SB y, por consiguiente, mejora considerablemente la eficiencia del método de recuperación.

La primera y segunda aberturas de fluido FP, SP están provistas en estas realizaciones como en las columnas C de la figura 1. Asimismo, se selecciona una dirección de carga LD y una dirección de regeneración RD para el fluido de carga o regenerante, respectivamente.

La figura 3 muestra realizaciones de la invención que comprenden una tercera variación de un medio FM para fijar dicho al menos un lecho de adsorción SB para compensar un cambio de volumen VC del mismo con una variedad de alternativas:

en esta variación, la columna C tiene un tamaño variable y, por lo tanto, un volumen variable. El volumen de la columna C varía a medida que cambia el volumen del lecho de adsorción SB. Para permitir que el tamaño y el volumen de la columna C varíen, al menos parte de la columna C está hecha de un material flexible.

En una primera realización de esta variación, la columna C está formada por un fuelle FM que es compresible en una dirección axial (figura 3 (a)). Si el material de adsorción se expande, el fuelle FM se alarga (lado izquierdo de la figura 3 (a)) y si el material de adsorción se contrae, el fuelle FM se acorta (lado derecho de la figura 3 (a)). Consecuentemente, el volumen interno del fuelle FM cambia a medida que el volumen del lecho de adsorción SB cambia, de modo que no se permite que se genere ningún hueco vacío en el mismo. Una fuerza FC que comprende una fuerza elástica, tal como una fuerza de resorte o fuerza hidráulica o neumática, o bien que comprende cualquier otra fuerza generada por cualquier medio mecánico, como un actuador (servomotor), sirve para seguir el desplazamiento de la longitud del fuelle en función del cambio de volumen VC del lecho de adsorción SB.

En una segunda realización de esta variación, la columna C está formada por paredes, siendo una de ellas una membrana flexible FM, hecha, por ejemplo, de FPM o de silicona. La figura 3 (b) muestra esta columna C en una ilustración esquemática con una membrana flexible FM. Esta membrana flexible FM está en una forma expandida, como se muestra en la figura 3 (b), ya que el lecho de adsorción SB contenido en su interior está expandido al máximo.

Si el volumen del lecho de adsorción SB se contrae, esta membrana flexible FM se desplaza para formar una pared lateral menos hinchada. La fuerza FC aplicada a la membrana flexible FM puede generarse al menos parcialmente por la tensión elástica formada en esta membrana flexible FM y además puede generarse al menos parcialmente por una fuerza externa adicional FC, como la presión atmosférica y/o por medios mecánicos que actúan unidireccionalmente contra la membrana flexible FM, por ejemplo, por una placa de prensado. Por consiguiente, de nuevo, no se forma ningún hueco vacío en la columna C, independientemente de que el volumen del lecho de adsorción SB se expanda o disminuya.

En una tercera realización de esta variación, la columna C está formada por paredes FM que son todas flexibles o en donde al menos dos de ellas son flexibles, Figura 3 (c). La columna C puede ser, por ejemplo, una manguera que está hecha preferiblemente de FPM o de silicona. Debido a una expansión del lecho de adsorción SB contenido en la columna C, el volumen interno de la columna C aumenta, de modo que las paredes FM se expanden en dirección hacia el exterior. Debido a una contracción del lecho de adsorción SB, las paredes se contraen en dirección hacia dentro. Una fuerza uniforme FC actúa sobre las paredes, concretamente, las paredes flexibles FM, de la columna C. Esta fuerza FC puede ser generada por el medioambiente que rodea la columna C que tiene presión atmosférica, de modo que siempre habrá un estado estable con respecto a la presión interna generada por el lecho de adsorción SB y la presión externa generada por esta fuerza uniforme. Parte de la fuerza FC dirigida hacia dentro también puede generarse por la tensión del material de las paredes laterales flexibles a medida que se expanden. Como alternativa, esta fuerza uniforme puede ser generada por un depósito de presión distinta a la presión atmosférica ambiente. Este depósito de presión alternativo puede realizarse con un recipiente en donde la columna C está sumergida y que contiene un fluido (líquido o gas) que está sujeto a una presión definida. Este fluido también actúa uniformemente sobre las paredes, concretamente, las paredes flexibles FM, de la columna C. Por consiguiente, de nuevo, no se forma ningún hueco vacío en la columna C, independientemente de que el volumen del lecho de adsorción SB se expanda o disminuya.

Además, en una cuarta realización de esta variación, la columna C está formada a partir de un material que es flexible, es decir, las paredes FM son flexibles, Figura 3 (d). En este caso, la presión externa se genera anisotrópicamente ejerciendo una fuerza FC desde dos lados laterales opuestos sobre las paredes laterales de la columna C. Estas paredes laterales FM son, de nuevo, flexibles. Si el material de adsorción se contrae, el volumen de la columna C puede disminuir (lado izquierdo de la figura 3 (d)) y si el material de adsorción se expande, el volumen de la columna C puede aumentar (lado derecho de la figura 3 (d)). Por encima de las vistas en alzado frontales de la columna C, una sección transversal respectiva de la misma ilustra la contracción de la columna hasta producir una columna deformada C, que puede ser un elipsoide (lado izquierdo de la figura 3 (d)). Esta forma puede lograrse aplicando la fuerza FC perpendicular a las paredes laterales FM unidireccionalmente solo desde dos lados opuestos, para que esta deformación pueda producirse.

En otra realización de esta variación (figura 3 (e)) una columna C tiene paredes FM que son completamente elásticas en porciones axialmente segmentadas, estando estas porciones FM separadas por segmentos rígidos SG. A medida que el material de adsorción que forma el lecho de adsorción SB se expande en la columna C, las porciones de paredes elásticas FM se expanden mientras que los segmentos SG no cambian de forma. Debido a esta construcción, es posible que no se produzca la expansión desigual del lecho de adsorción SB porque la fuerza se ejerce uniformemente sobre el lecho de adsorción SB.

La primera y segunda aberturas de fluido FP, SP están provistas en estas realizaciones como en las columnas C de las figuras 1, 2. Asimismo, se selecciona una dirección de carga LD y una dirección de regeneración RD para el fluido de carga o regenerante, respectivamente.

La figura 4 muestra una realización adicional de la invención que comprende una cuarta variación de un medio MO para fijar dicho al menos un lecho de adsorción SB para compensar un cambio de volumen VC del mismo:

en esta realización, el recipiente C es giratorio y está girado por un motor MO u otro medio para generar la rotación RO del recipiente C. Este recipiente C es preferiblemente simétrico a la rotación para permitir que el material de adsorción se sedimente uniformemente en la superficie interna de la pared lateral SW del mismo formando así un lecho de adsorción SB en forma de capa cilíndrica. El dispositivo de la invención está configurado en este caso simplemente como una centrífuga. Para permitir que el fluido pase a través de las paredes laterales SW, estas están perforadas, teniendo en cuenta que las perforaciones provistas en las paredes laterales SW son lo suficientemente pequeñas como para evitar, de manera fiable, que las partículas de material de adsorción queden retenidas. Un conducto forzado PS que está situado en el centro del recipiente C y dispuesto axialmente en su interior sirve para suministrar el fluido al recipiente C de manera que se extienda uniformemente a lo largo de su longitud axial H sobre el lecho de adsorción sedimentado SB. El conducto forzado PS tiene una pluralidad de aberturas de fluido FP que están dispuestas en posiciones distribuidas en una región de 360° alrededor de la longitud axial H en el conducto forzado PS para suministrar uniformemente el fluido a todas las porciones del lecho de adsorción SB. Como el recipiente C está sujeto a la rotación RO y el lecho de adsorción SB está formado por una fuerza centrípeta como una capa cilíndrica en la superficie interna de la pared lateral SW del mismo, el fluido es forzado por la acción de la rotación RO a pasar a través del lecho de adsorción SB y por último llega a la superficie interna de la pared lateral SW donde penetra ésta a través de las perforaciones (aberturas de fluido SP, no mostradas) de la misma para alcanzar los receptáculos RC que rodean las paredes laterales SW. A partir de ahí, el fluido puede salir del dispositivo a través de

un conducto TB.

Como el volumen del material de adsorción cambia dependiendo del estado de carga/descarga del mismo (cambio de volumen VC), por consiguiente, la superficie cilíndrica interna del mismo se desplaza de modo que habrá un hueco vacío central si el lecho de adsorción SB se contrae y casi no habrá hueco vacío si el lecho de adsorción SB se expande. Para que el fluido se suministre al recipiente C en una dirección para que fluya desde el conducto forzado PS a través del lecho de adsorción SB hasta la pared lateral SW y el receptáculo RC, este vacío no es problemático ya que no contribuye sustancialmente a la dilución. Como, además, no se forma ningún hueco vacío en la región entre el lecho de adsorción SB y la pared lateral SW, no habrá ningún efecto perjudicial en la dilución del material de recuperación contenido en el fluido si se hace pasar a través del recipiente C en la dirección indicada como RD.

- 5
- 10 En un modo de operación alternativo, se pueden alimentar los receptáculos RC de fluido en una dirección LD a través del conducto TB, presionado en una dirección opuesta a través del lecho de adsorción SB y salir el recipiente C axialmente. En este caso, se genera un hueco vacío en el lado de salida del recipiente C. Sin embargo, si el fluido de carga se transporta a través del recipiente C, en ese caso, no se experimenta pérdida de eficiencia. Por lo tanto, para lograr la máxima eficiencia, el fluido de carga que contiene el material de recuperación se hace pasar a través del
- 15 recipiente C en la dirección indicada LD, mientras que el fluido regenerante se hace pasar en un flujo de contracorriente al fluido de carga a través del recipiente C en la dirección indicada RD no experimentando de ese modo ningún hueco vacío en el lado de salida.

- 20 Con el fin de definir la relación de aspecto entre la anchura del lecho de adsorción y la altura del lecho de adsorción como se ha definido en la presente memoria anteriormente, a medida que el fluido pasa a través del lecho de adsorción SB en una dirección radial, la altura del lecho de adsorción viene dada por el grosor T de la capa cilíndrica del lecho de adsorción SB y la anchura del lecho de adsorción viene dada por la longitud L si el recipiente es un cilindro.

La primera y segunda aberturas de fluido FP, SP están provistas, en estas realizaciones, como en las columnas C de las figuras 1, 2, 3. Asimismo, se selecciona una dirección de carga LD y una dirección de regeneración RD para el fluido de carga o regenerante, respectivamente.

- 25 Para mostrar la eficiencia superior alcanzada con el dispositivo y el método de la invención, se realizaron los siguientes experimentos:

- 30 una solución que contiene sulfato de níquel obtenida a partir de un baño de níquelado no electrolítico agotado que contiene hipofosfito como agente reductor se usó como fluido que contiene los iones de níquel como material de recuperación. El objetivo de los ensayos era evaluar la eficiencia de transferir los iones de níquel desde un material de intercambio iónico contenido en una columna cilíndrica del intercambiador a una solución regeneradora de ácido, de manera que la concentración de iones de níquel de la misma sea lo más alta posible y que la concentración de ácido en esta solución regenerante sea lo más baja posible (pH lo más alto posible).

Condiciones experimentales:

Se realizaron varios ensayos en condiciones casi idénticas:

Resina:	Lewatit S8227 (Lewatit es una marca comercial de Lanxess Deutschland GmbH) / resina de intercambio catiónico de ácido débil Diaion CR11 (Diaion es una marca comercial de Mitsubishi Chemical Corp.) / resina de intercambio catiónico de ácido débil
Fluido de carga:	50...66 g Ni/l Solución de Ni pH 4...4,6
Flujo de carga de fluido:	9 BV con 10 BV/h para carga (exceso para carga máxima) (BV: Volumen del lecho: volumen de material de resina después de haber llenado el recipiente con este, <i>es decir</i> , después de la regeneración; BV/h: caudal en términos de volumen del lecho)
Fluido de regeneración:	1 - 3 moles/l de ácido sulfúrico
Temperatura:	temperatura ambiente

- 35 Las columnas estaban hechas con una manguera o tubo de PVC transparente o una manguera de silicona. Las columnas se alimentaron con una bomba dosificadora de membrana en la que se podían ajustar su frecuencia y carrera. Se obtuvieron diferentes relaciones de aspecto con diferentes diámetros de las columnas con el mismo volumen de resina. La relación de aspecto AR del lecho de adsorción entre la anchura del lecho de adsorción y la altura del lecho de adsorción fue de 1:130 a 1:1, dependiendo del ensayo. La relación de aspecto se determinó siempre
- 40 después del llenado respectivo en la forma regenerada (forma H) después del enjuague. En este estado, la resina se contrae y tiene el volumen más pequeño.

Se utilizaron las columnas indicadas en la Tabla 1. Un ensayo se realizó con dos columnas que tienen una AR = 22 en serie.

Tabla 1: Columnas usadas

Diámetro interno/mm	Material	Resina Vol/ml	AR	Observaciones
10 (12)	Silicona	130	137 (114)	El tubo de silicona se formó con forma de hélice. Diámetro interno expandido de 10 a 12 mm
19	Manguera de PVC	480	94	
25	Manguera de PVC	480	40	
34	Tubo de PVC	750	22	PVC transparente con peso gravitatorio
98	Tubo de PVC	480	1	PVC transparente con peso gravitatorio

El peso gravitatorio era un cilindro de acero inoxidable con un peso de 330 g que se deslizó en la columna y se asentó en la superficie del lecho de adsorción.

5 La resina se trató con el siguiente procedimiento estándar:

- | | |
|---------------------------------------|------------------------|
| 1) Ácido tratado: | 2 BV a 3 BV/h |
| 2) Enjuague: | 20 BV a 10 BV/h |
| 3) Acondicionamiento con 5 % de NaOH: | 6 BV a 10 BV/h |
| 4) Enjuague: | 10 BV a 10 BV/h |
| 5) Carga: | 10 BV a 10 BV/h |
| 6) Enjuague: | 10 BV a 10 BV/h |
| 7) Regeneración: | 2,4 a 5,2 BV a 1 BV/h |
| 8) Enjuague | de 6 a 11 BV a 10 BV/h |

Se modificó un par de parámetros para determinados ensayos.

Resultados del ensayo y exposición

1) Tipo de resina

10 Dependiendo del tipo de resina, hay una gran diferencia en la capacidad de almacenamiento y la concentración que se puede alcanzar en el fluido regenerado. La resina Lewatit S8227 tiene una capacidad mucho mayor en comparación con la resina Mitsubishi Diaion CR11.

El gráfico que se muestra en la figura 5 muestra una comparación de la recuperación de níquel con Diaion CR11 (izquierda) y Lewatit S8227 (derecha). La AR era de 40, el fluido regenerante era de 3 moles / l de ácido sulfúrico.

15 La figura 5 muestra las concentraciones momentáneas (pH) de iones de níquel y ácido durante la etapa de regeneración, *es decir*, en función del volumen de solución de ácido sulfúrico que se hace pasar a través de la columna. Como se define que se logra una buena eficiencia en la etapa de regeneración si se eluye (descarga) una alta cantidad de níquel del lecho de adsorción mientras se usa un bajo volumen acumulado de ácido sulfúrico, la regeneración utilizando la resina Lewatit S8227 demostró ser superior a la de la resina Diaion CR11 porque la concentración absoluta de iones de níquel resultó ser mayor con la resina Lewatit S8227 que con la resina Diaion CR11 y porque la cantidad total de iones de níquel (integral/área bajo curva) resultó ser mayor con la resina Lewatit S8227 que con la resina Diaion CR11. En estos casos, la regeneración se realizó haciendo pasar el fluido regenerante en una dirección ascendente a través de la columna. No se utilizó un medio de fijación. El lecho de resina no estaba perfectamente fijado en la columna.

25 La diferencia en los resultados puede explicarse solo por una capacidad 5 veces mayor de la resina Lewatit S8227 (2 moles/l de resina). La mayoría de los experimentos posteriores se realizaron con la resina Lewatit debido a su rendimiento claramente mejor.

30 Se notó que la resina Lewatit S8227 experimentó un enorme cambio de volumen dependiendo de su estado. Esta es la mayor desventaja porque no es fácil fijar la resina y mantener el margen libre constantemente pequeño durante la operación. Después de la regeneración, la resina adopta el volumen más pequeño. La resina se midió para expandirse

hasta un 178 % (véase la Tabla 2).

Tabla 2: Expansión de la resina Lewatit S8227

Flujo de regeneración	Concentración de ácido [mol/l]	Relación de aspecto AR	Altura baja	Altura alta	Factor de expansión
↓	3	1	9,5	16,5	1,74
↑	2,5	22	69,0	123,0	1,78
↑	3	22	77,0	122,0	1,58
↑w	3	22	72,5	109,0	1,50
↓	3	40	77,0	119,0	1,55

En la Tabla 3 se muestra un ciclo típico de la resina.

Tabla 3: Ciclo de proceso de resina

	Pretratamiento	Enjuague	Acondicionamiento	Enjuague	Carga	Enjuague	Regeneración	Enjuague
Electrolito	H ₂ SO ₄	Agua DI	Solución de NaOH	Agua DI	Níquel no electrolítico	Agua DI	H ₂ SO ₄	Agua DI
Concentración			5 %		50,48 g/l		3 g/l	
pH inicial					4,17			
Volumen total [ml]	960	9800	3000	4900	4300	4900	2480	4900
Caudal [BV/h]	3	10	10	10	4	10	1	10
Dirección del flujo	ascendente	ascendente	ascendente	ascendente	ascendente	ascendente	descendente	ascendente
Altura de la resina después de la etapa [cm]	87	97	106	119	108	108	77	79

2) Efecto de la relación de aspecto entre la anchura del lecho de adsorción y la altura del lecho de adsorción

El ensayo se realizó con 3 moles/l de ácido sulfúrico.

La figura 6 muestra los resultados de dos experimentos diferentes para el perfil de regeneración de pH y concentración de Ni obtenidos mientras el fluido regenerante pasa a través del lecho de adsorción. Se realizó un primer experimento usando una primera columna que tenía una AR=40 (gráfico del lado izquierdo) y una segunda columna que tenía una AR=1 (gráfico del lado derecho).

Es evidente que para una AR=1 la utilización (eficiencia) del ácido fue mucho menor y que el fluido regenerado resultante contenía níquel con una concentración considerablemente menor. Asimismo, el fluido regenerante contenía más ácido en el caso de una AR=1 que en el caso de una AR=40. Una consecuencia adicional es un consumo específico de ácido requerido mucho mayor en el caso de una AR=1 en la etapa de regeneración.

3) Fijación del lecho

Se ha descubierto que la fijación del lecho de adsorción tiene una gran influencia en la eficiencia del método de regeneración. La figura 7 muestra el mismo ensayo en dos direcciones de flujo diferentes para el fluido regenerante. La relación de aspecto de la columna fue de 40. Se usó 3 moles / l de ácido sulfúrico como fluido regenerante. Se recogieron todas las fracciones de níquel regenerado que salían del lecho de adsorción que tenían un pH > 1. La concentración de níquel en el fluido regenerante obtenido después de la dirección del flujo ascendente o descendente, respectivamente, se midió después. La figura 7 muestra la parte del níquel que se puede separar a un pH > 1 (gráfico del lado derecho) y la concentración media (gráfico del lado izquierdo). El pH del regenerado acumulado será mayor (aproximadamente 2), pero no se midió.

Estos resultados muestran que la regeneración aguas abajo ofrece siempre mejores resultados que la regeneración aguas arriba. La explicación de esto es que, mientras que la dirección de flujo ascendente tiende a mover el lecho de adsorción para que el fluido se mezcle en la columna de modo que se deteriora la eficiencia de la regeneración. Esto se debe al hecho de que no se puede obtener un límite claro en el lecho de adsorción porque un límite claro requiere un lecho fijo.

Por lo tanto, una buena manera de lograr que el lecho se fije es regenerar la columna en una dirección de flujo descendente. Una desventaja menor de este enfoque es que es difícil expulsar las bolsas de aire que se forman en el lecho de adsorción debido al desplazamiento del agua de enjuague con el aire antes de la etapa de regeneración. Hay algunas cuestiones adicionales, como una influencia negativa de las diferencias de densidad de diferentes zonas durante la regeneración, que pueden originar el denominado efecto de "digitación". Como resultado, se producirá una distribución deficiente del líquido en ambos casos, lo que disminuye la capacidad y la nitidez del límite de concentración en la columna. Otra desventaja es que las partículas son más fáciles de arrastrar con una operación de flujo ascendente.

No obstante, la diferencia entre la regeneración de flujo ascendente y la regeneración de flujo descendente es impresionante. La figura 7 muestra el efecto en una columna que tiene una AR=40 en las mismas condiciones.

Además, de acuerdo con la invención, se creó un diseño de columna y lecho de adsorción que comprende un peso gravitatorio en la parte superior del lecho de adsorción (véase también la figura 1 (a)). El peso gravitatorio sigue el ciclo de expansión y contracción del lecho cuando el material de adsorción se acondiciona, se carga con níquel y se regenera con ácido sulfúrico.

La figura 8 muestra gráficos de los perfiles de concentración de iones de níquel contenidos en el fluido regenerante que sale del lecho de adsorción después de haber sido cargado con los iones de níquel del lecho de adsorción utilizando ácido sulfúrico en función del volumen de ácido cargado en el lecho de adsorción y del gradiente de pH durante la elución (perfil de regeneración). La figura 8 muestra una comparación de los perfiles de regeneración obtenidos con un peso gravitatorio colocado en el lecho de adsorción (gráfico del lado izquierdo) y sin dicho peso gravitatorio (gráfico del lado derecho). En estos experimentos se usó una columna que tenía una AR=22. La concentración de ácido sulfúrico fue de 2,5 moles/l. La dirección del flujo de regeneración fue ascendente.

El peso tuvo efectivamente un efecto muy positivo (véase la figura 8): La concentración de níquel que se puede alcanzar fue mucho mayor cuando el lecho de adsorción se fijó utilizando el peso gravitatorio (gráfico del lado izquierdo) que cuando el lecho de adsorción no se fijó con dicho peso gravitatorio (gráfico del lado derecho). Aparte de esto, con el lecho de adsorción fijado, la concentración de ácido del fluido regenerante que salía de la columna fue, de media, mucho menos ácido que con el lecho de adsorción no fijado.

Los resultados del níquel recuperado con un pH > 1 fueron en estos experimentos con o sin peso gravitatorio, respectivamente, como sigue:

Fijación con peso gravitatorio: 68,5 % de níquel recuperado con una concentración media de 75,3 g Ni/l;

Sin fijación con peso gravitatorio: 48,4 % de níquel recuperado con una concentración media de 24,0 g Ni/l.

La fijación del lecho de adsorción usando el peso gravitatorio colocado sobre el mismo dio como resultado un margen libre minimizado (espacio vacío en la parte superior de la resina). Una manguera de pequeño diámetro conectada aguas abajo a la columna para permitir que el fluido regenerante saliera del dispositivo mejoró aún más la eficiencia porque se minimizó cualquier mezcla del regenerante que salía de la columna y se producía en dichos medios de conducción.

En otro ensayo (fijación del lecho de adsorción con un peso gravitatorio, regeneración aguas abajo, columna con una AR=22), se usó la misma columna que en el experimento de la figura 8 y se proporcionó un peso gravitatorio colocado sobre el lecho de adsorción. Se usó un regenerante de ácido sulfúrico que tenía una concentración de 3 moles de ácido / l. Sin desplazamiento de aire (desplazamiento del fluido previamente contenido en la columna con el regenerante; desplazamiento de aire: expulsar el fluido de la columna con aire desde arriba y dejar que el fluido salga de la columna por la parte inferior de la misma) se logró un resultado aún mejor que antes (figura 9):

En este caso, se recuperó el 89,6 % de níquel con una concentración media de 69,3 g de Ni/l. Si se omiten las dos primeras muestras con baja concentración de níquel, la calidad del fluido regenerante obtenido fue incluso mucho mejor: en este caso se recuperó el 88,7% de níquel con una concentración media de 96,2 g de Ni/l.

Se recogieron las fracciones del fluido regenerante que tenían un pH > 4 y se midió la concentración de níquel en las mismas. El rendimiento de níquel que se recuperó fue del 61,0 %, níquel que tiene una concentración media de 95,8 g de Ni/l.

Se realizó otro experimento usando una columna que tenía una pared flexible. Los resultados se muestran en la figura 10. La columna era del tipo que se muestra en la figura 3 (c). La columna se formó a partir de una manguera de silicona con aberturas de fluido en los extremos frontales. Se llenó la manguera con la resina Lewatit S8227 después de la regeneración para que no quedara ningún hueco vacío en la manguera. Luego se formaron las aberturas de fluido. El lecho de resina de la manguera tenía una relación de aspecto entre anchura y altura de 29,3 moles / l de ácido sulfúrico que se usaron para descargar los iones de níquel del lecho de resina. El perfil de regeneración es muy bueno ya que se observó una concentración extremadamente alta de níquel y una gran retención de ácido.

Se realizaron más experimentos para analizar los parámetros individuales:

4) Influencia de la concentración de ácido

Los ensayos se realizaron con 1, 2,5 y 3 moles/l de ácido sulfúrico. Una alta concentración de ácido como fluido regenerante conlleva una alta concentración de iones metálicos, porque cada mol de ácido sulfúrico libera 1 mol de iones de níquel, por lo tanto, una concentración de ácido sulfúrico más alta libera níquel a una concentración más alta que una solución de ácido sulfúrico que tenga una concentración menor. Esto es porque 1 mol H₂SO₄ es capaz de descargar 1 mol de iones de níquel como máximo del lecho de adsorción, de modo que, teóricamente, no se pueden obtener más de 58,7 g de Ni/l en el fluido regenerante. Por otro lado, es necesario un diseño favorable de la columna con el lecho de adsorción contenido en la misma que comprende la fijación del lecho de adsorción para lograr una alta utilización del ácido. Se trata de un requisito de bajo exceso de ácido y, por lo tanto, de un regenerado relativamente puro. En la práctica, incluso un ácido completamente cargado/regenerado será ligeramente ácido y, por lo tanto, la concentración máxima antes mencionada será ligeramente menor, a menos que se produzcan efectos retardantes dentro del lecho de adsorción, mientras que la regeneración provoca picos de concentración locales. Siempre se formará un equilibrio entre la concentración de metal y el ácido en el regenerante y la resina, estando este equilibrio determinado por una constante de equilibrio. Por lo tanto, no se puede evitar un acceso de ácido. Con una columna que tiene una AR=94, se logró la concentración máxima posible de iones de níquel, véase la figura 11. La figura 11 muestra un gráfico del perfil de regeneración del fluido regenerante que sale del lecho de adsorción usando 1 mol/l de ácido sulfúrico.

Se descubrió que la concentración máxima de iones de níquel en el fluido regenerante era de aproximadamente 60 g/l. La retención de ácido (el pH se mantuvo a aproximadamente en 4,5) fue hasta que más del 50 % de los iones de níquel se descargaron del material de adsorción.

Para aumentar la concentración de níquel en el fluido regenerante que sale del lecho de adsorción, aproximadamente de 90 a 100 g de Ni/l, por ejemplo, en cualquier caso, se requerirá una solución aproximadamente 2 molar de ácido sulfúrico.

Con una solución 3 molar de ácido sulfúrico, se podría alcanzar una concentración de 140 g de Ni/l como máximo utilizando una columna con una AR=40.

5) Caudal de regeneración (BV/h)

Se realizaron dos ensayos casi en las mismas condiciones (usando 2,5 moles/l de ácido sulfúrico a 1 BV/h o usando 3 moles / l de ácido sulfúrico a 5 BV / h; AR=22). La calidad del ensayo con un caudal más bajo y una menor concentración de ácido demostró ser mejor, aunque se logró prácticamente la misma concentración máxima:

67,6 % de níquel recuperado con una concentración media de 96,2 g Ni/l;

48,4 % de níquel recuperado con una concentración media de 92,6 g Ni/l.

5 Los perfiles de regeneración se muestran en la figura 12: El experimento se realizó con un caudal 1 BV/h (gráfico izquierdo) o 5 BV/h (gráfico derecho), respectivamente. En ambos casos, el lecho de resina se fijó colocando un peso gravitatorio sobre el mismo. El flujo regenerante iba en dirección ascendente. En esta operación, se descargaron 2,2 moles de Ni/I de resina en ambos casos. Por consiguiente, la integral (área bajo la curva de níquel) fue la misma. En el experimento en el que se usaron 5 BV/h (gráfico derecho), el pH disminuyó a una tasa de volumen acumulado menor que en el experimento en el que se usó 1 BV/h (gráfico derecho). Esto explica una menor eficiencia de separación del lecho de resina. Esta diferencia puede deberse a la cinética de la operación de descarga y a un perfil de flujo desfavorable formado en el lecho de resina cuando se usa una caudal más alto (5 BV/h).

Por lo tanto, parece que la velocidad de regeneración tiene una influencia negativa en la calidad.

REIVINDICACIONES

1. Un método de recuperación de iones de níquel de un baño de electrodeposición de níquel o un baño de niquelado no electrolítico o un agua de enjuague de níquel que contiene los iones de níquel, comprendiendo el método:

- 5 a) cargar los iones de níquel, en una etapa de carga, en al menos un material de intercambio catiónico que forma al menos un lecho de adsorción (SB) que tiene un volumen de lecho de adsorción que está comprendido en al menos un recipiente (C) poniendo el baño de electrodeposición de níquel o el baño de niquelado no electrolítico o el agua de enjuague de níquel que contiene los iones de níquel en contacto con dicho al menos un material de intercambio catiónico, en donde dicho lecho de adsorción (SB) tiene una altura de lecho de adsorción y una anchura de lecho de adsorción, en donde una relación de aspecto entre dicha anchura del lecho de adsorción y dicha altura del lecho de adsorción es como máximo 1:10; y
- 10 b) descargar los iones de níquel, en una etapa de regeneración, de dicho al menos un material de intercambio catiónico, para producir fracciones de regeneración de níquel que salen del lecho de adsorción (SB) y tienen un pH > 1, poniendo un ácido como fluido regenerante en contacto con dicho al menos un material de intercambio catiónico que se carga con los iones de níquel y cargando los iones de níquel en el ácido, en donde el ácido se hace pasar a través de dicho al menos un lecho de adsorción (SB) en la etapa de regeneración en una dirección de regeneración (RD), en donde la dirección de regeneración (RD) es una dirección descendente;
- 15 en donde el baño de electrodeposición de níquel o baño de niquelado no electrolítico o agua de enjuague de níquel se hace pasar a través de dicho al menos un lecho de adsorción (SB) en la etapa de carga en una dirección de carga (LD) y las direcciones de carga y de regeneración son opuestas entre sí; y en donde el baño de electrodeposición de níquel o el baño de niquelado no electrolítico o el agua de enjuague de níquel se hace pasar a través de dicho al menos un lecho de adsorción (SB) en la etapa de carga a un caudal másico de carga, en donde además se hace pasar el ácido a través de dicho al menos un lecho de adsorción (SB) en la etapa de regeneración a un caudal másico de regeneración y en donde el caudal másico de carga es mayor que el caudal másico de regeneración, y
- 20 en donde el caudal másico de carga es igual o inferior a 10 volúmenes de lecho de adsorción por hora.

2. El método según la reivindicación 1, caracterizado por que el método comprende la etapa adicional del método de fijar y compactar dicho al menos un lecho de adsorción (SB) para compensar un cambio de volumen (VC) del mismo.

3. El método según la reivindicación 2, caracterizado por que dicho al menos un recipiente (C) es una columna y tiene un medio de bloqueo que puede moverse libremente por la columna en una dirección axial.

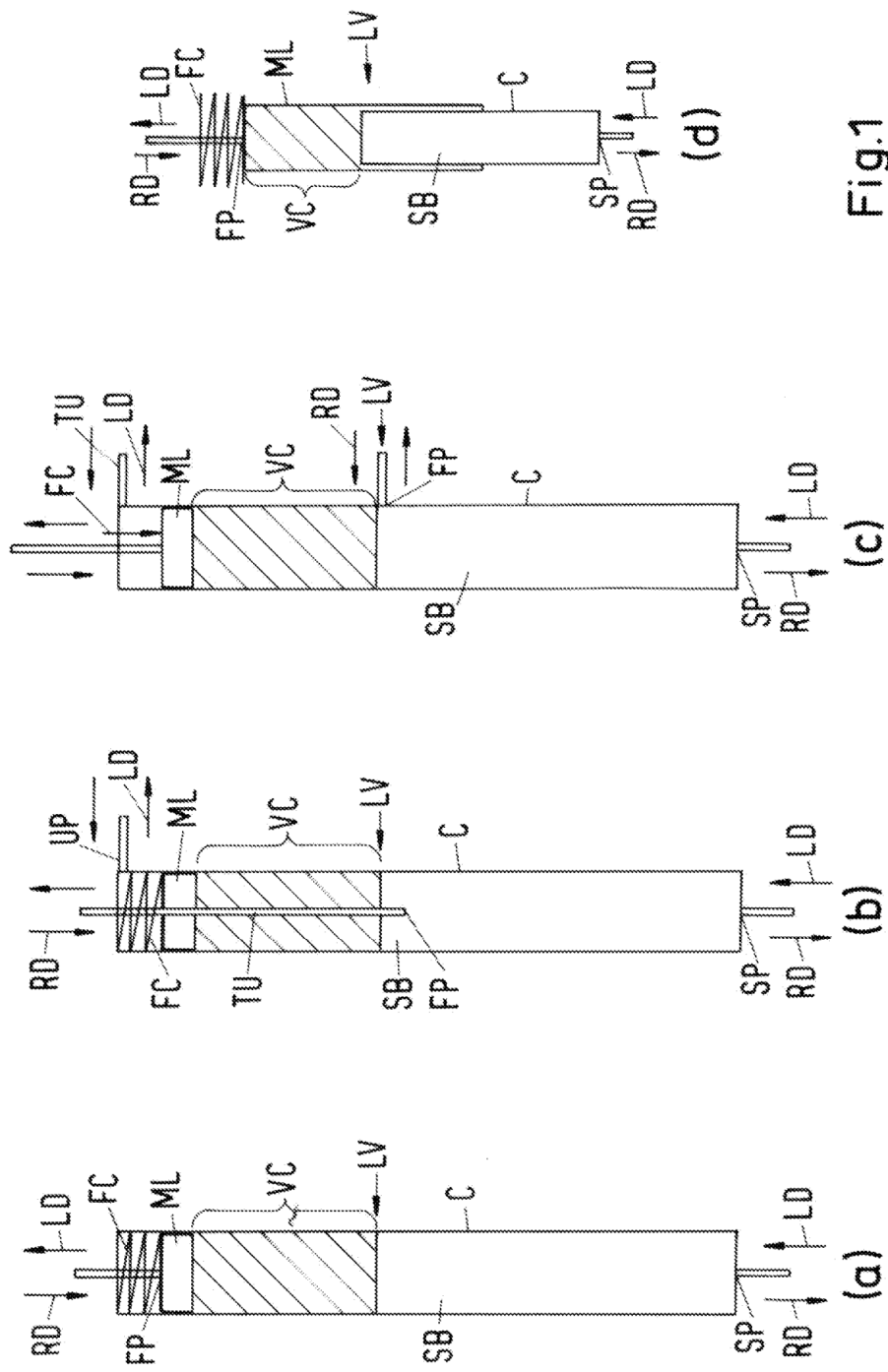


Fig.1

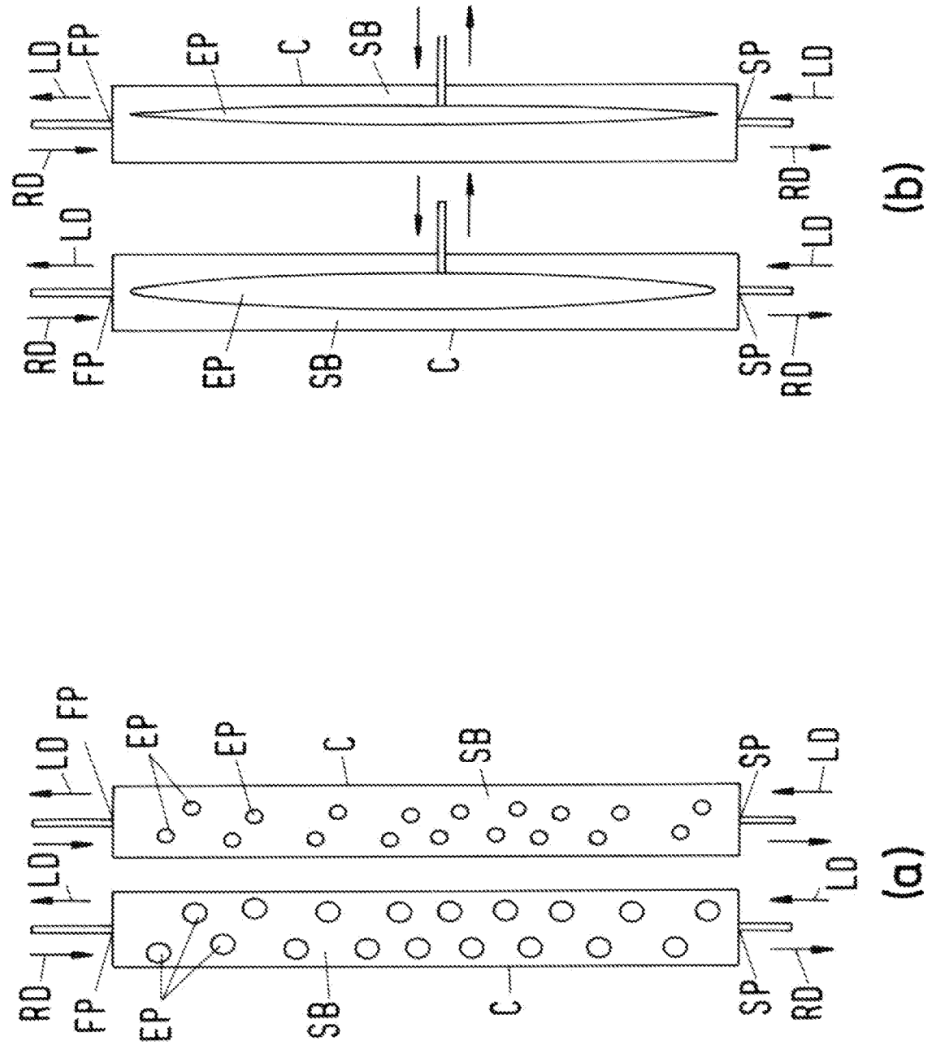


Fig.2

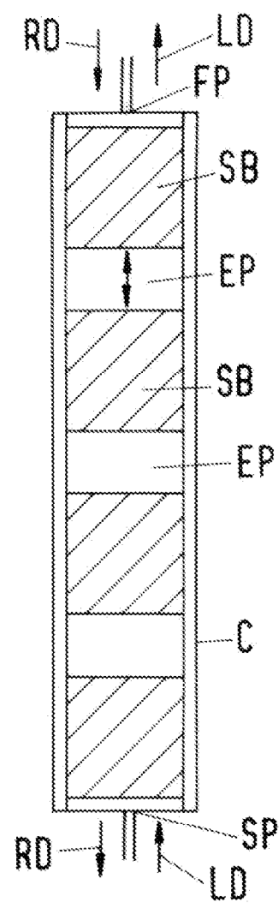


Fig.2(c)

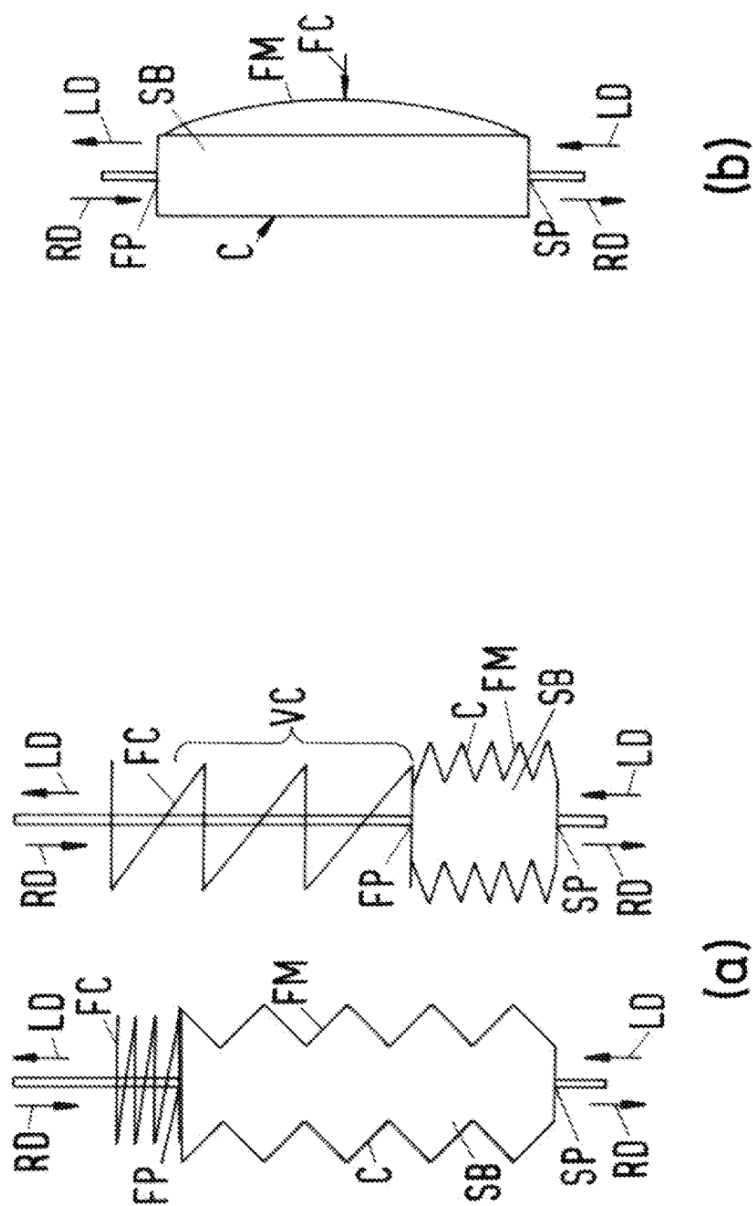


Fig.3

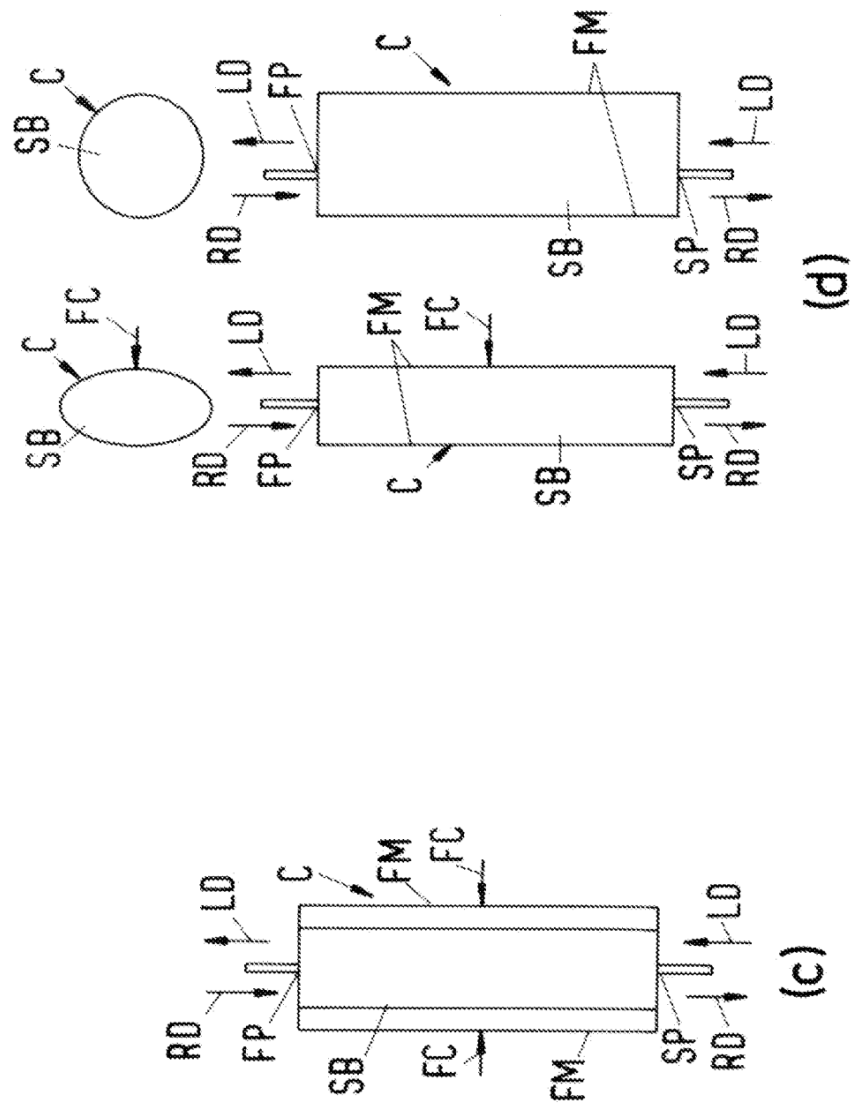


Fig.3

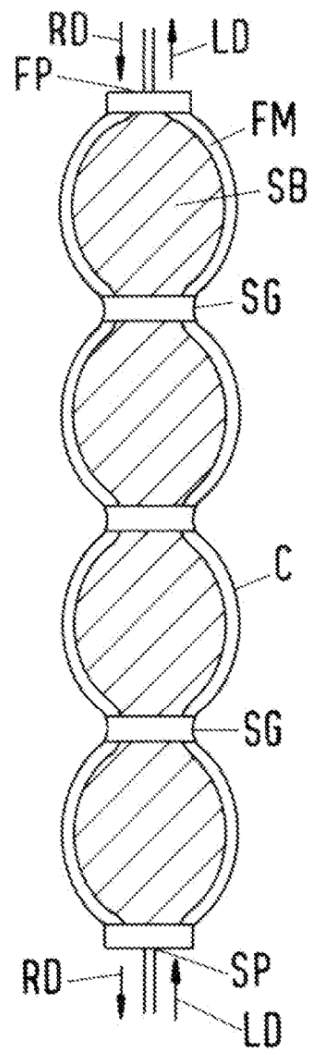


Fig.3(e)

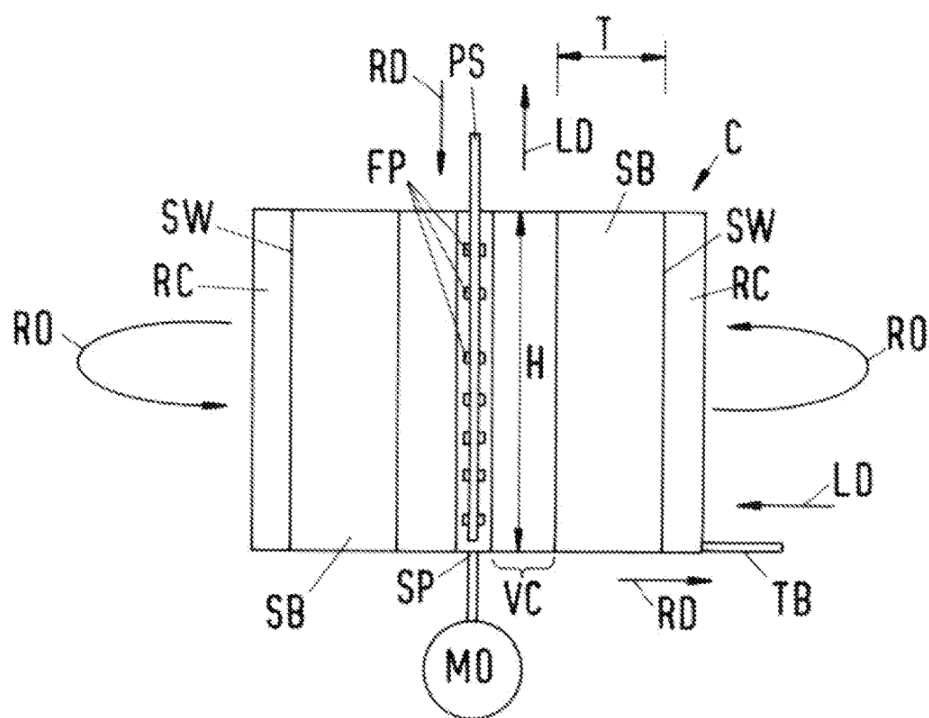


Fig.4

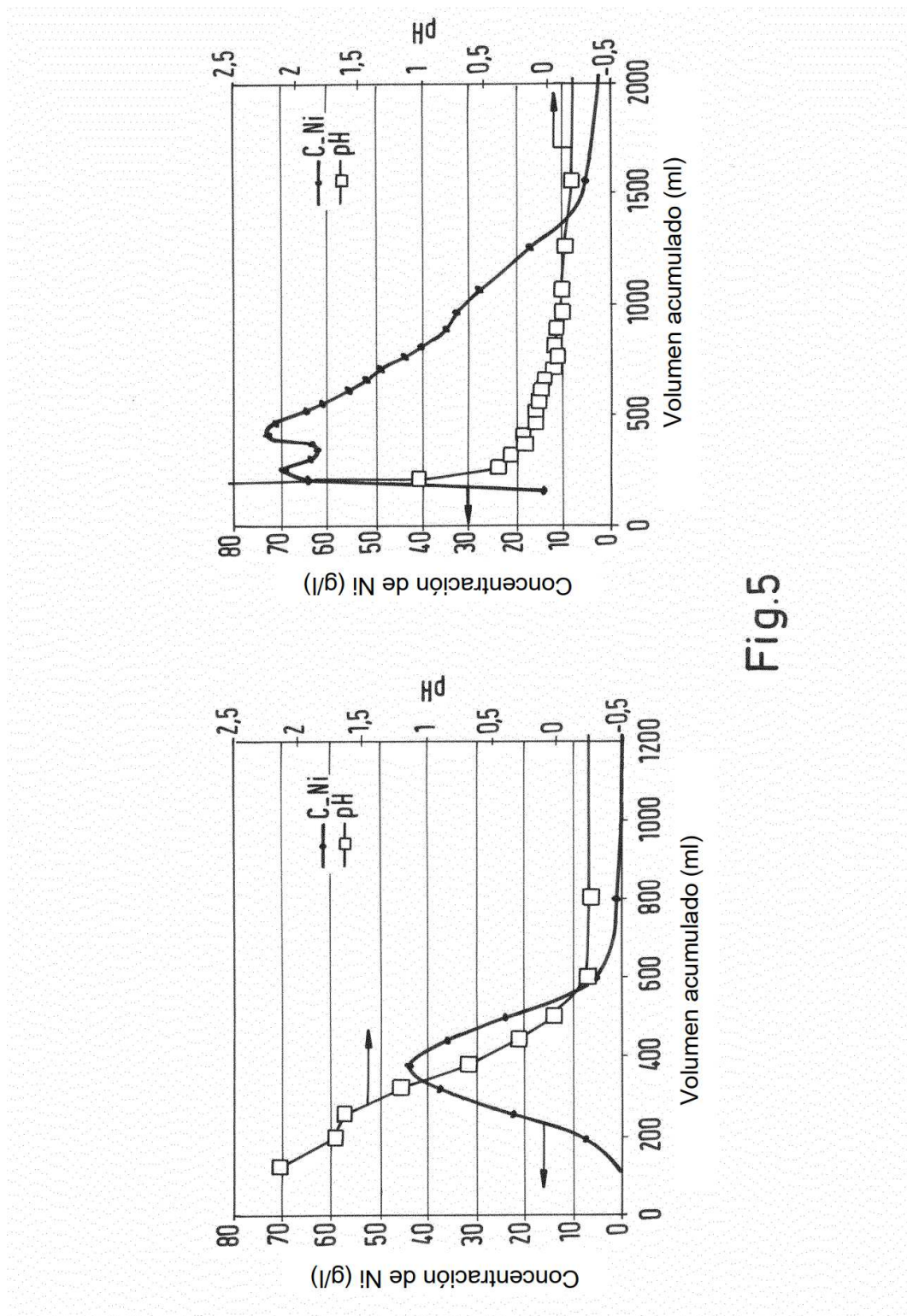


Fig.5

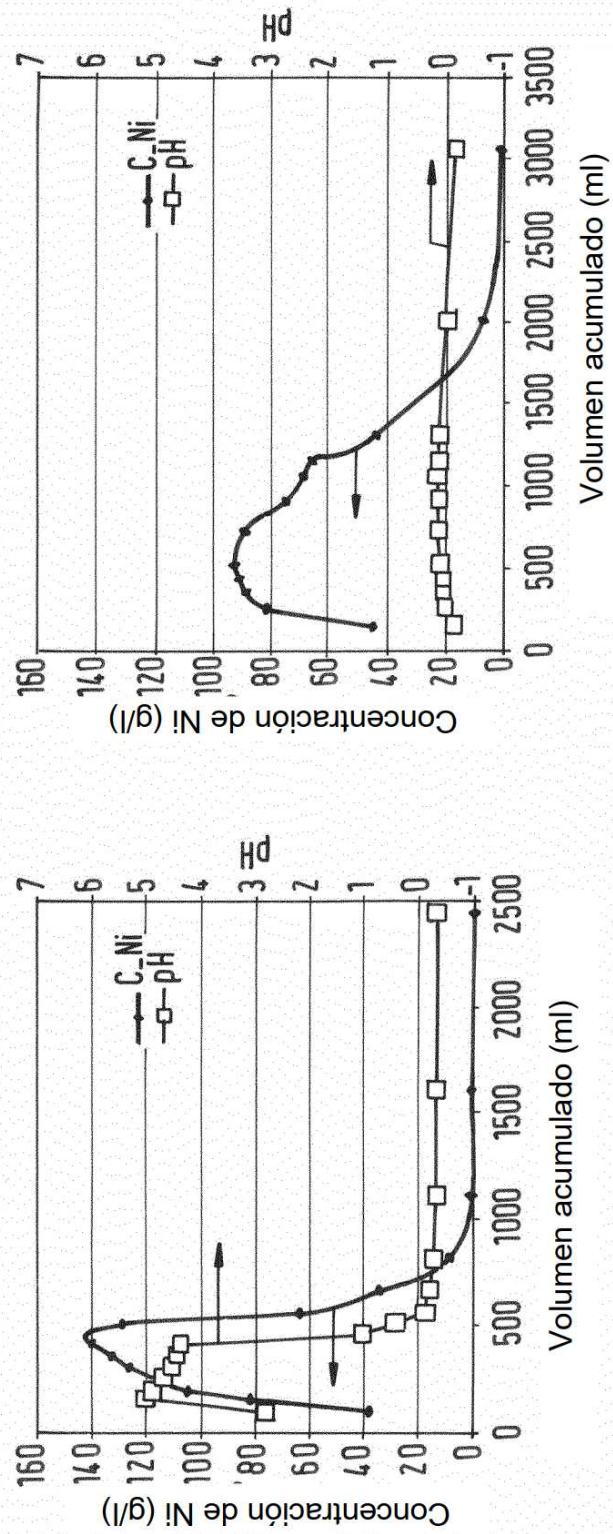


Fig.6

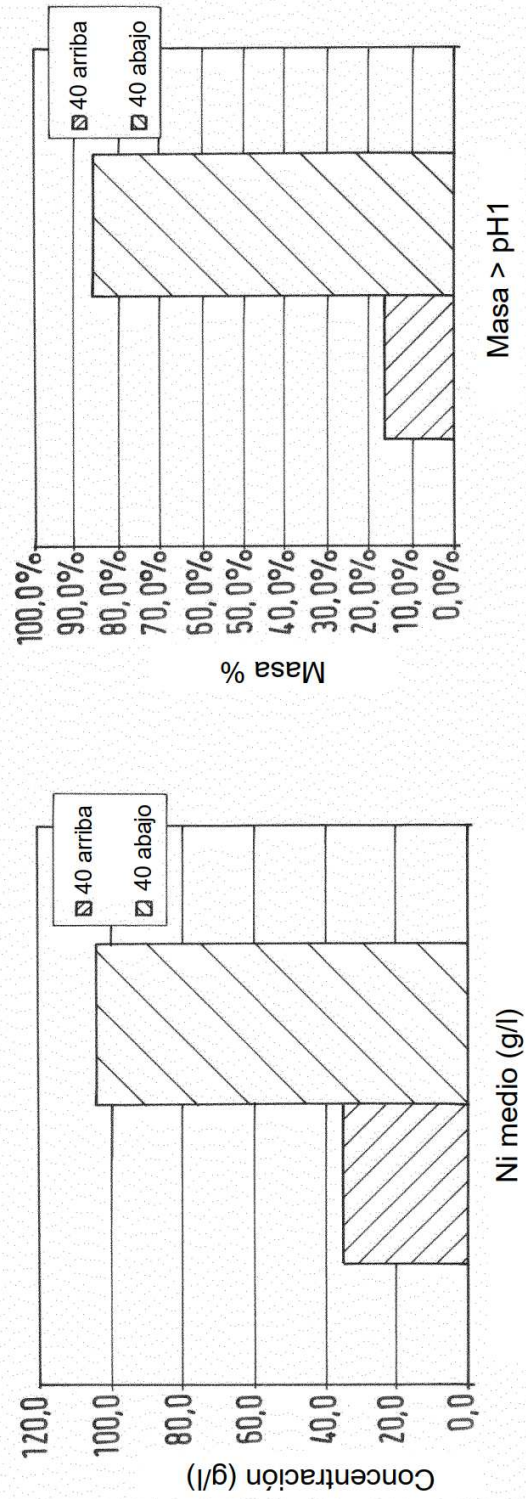


Fig.7

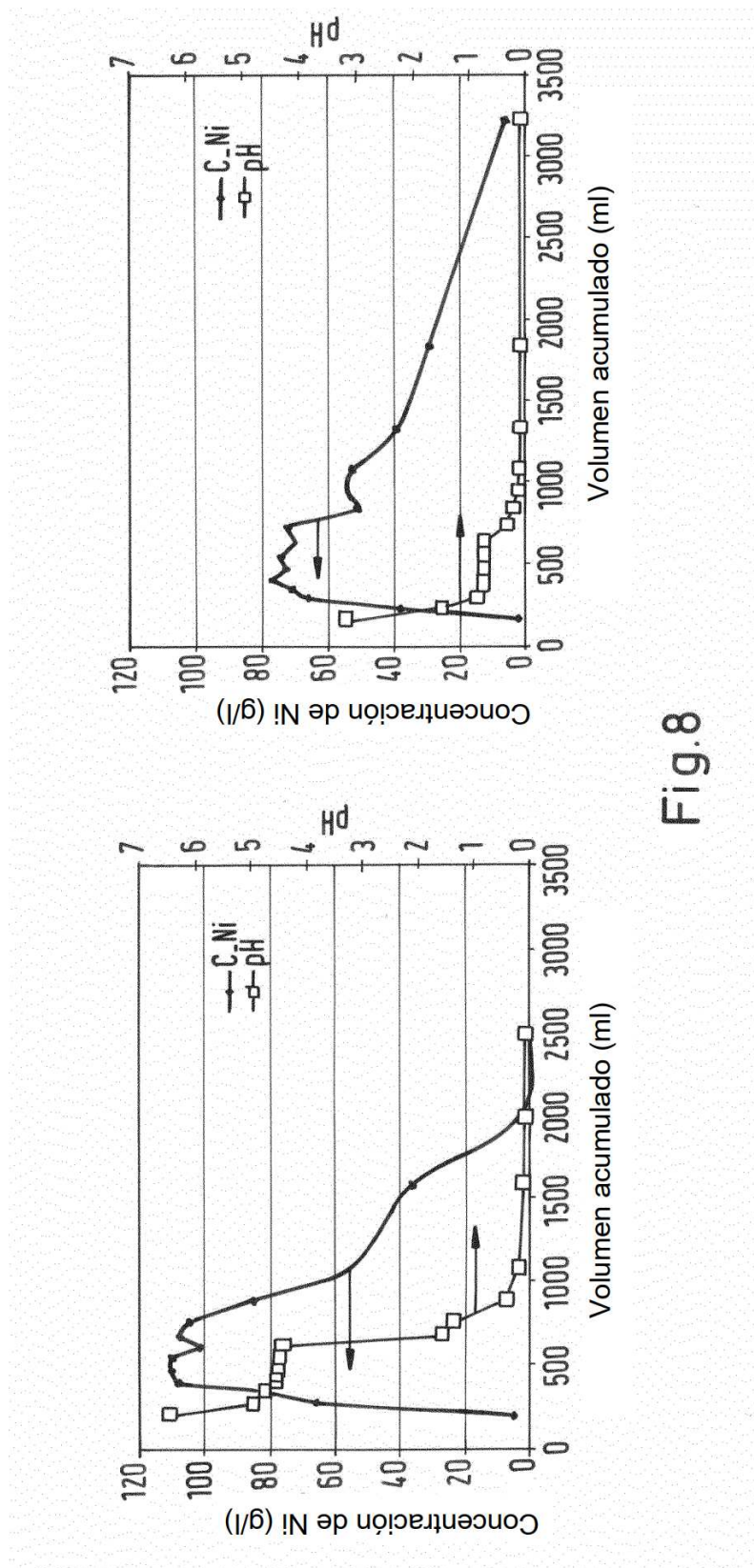


Fig.8

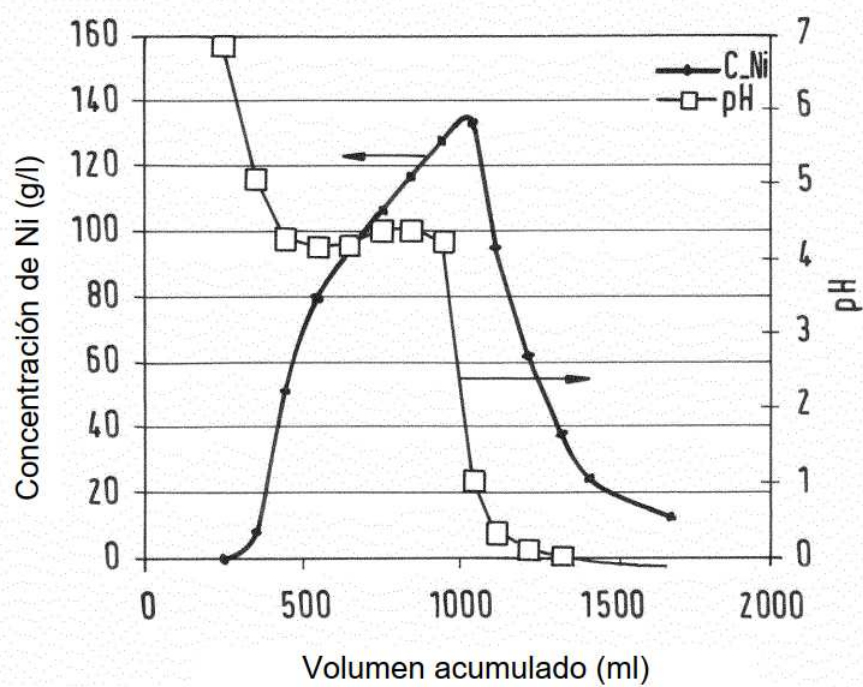


Fig.9

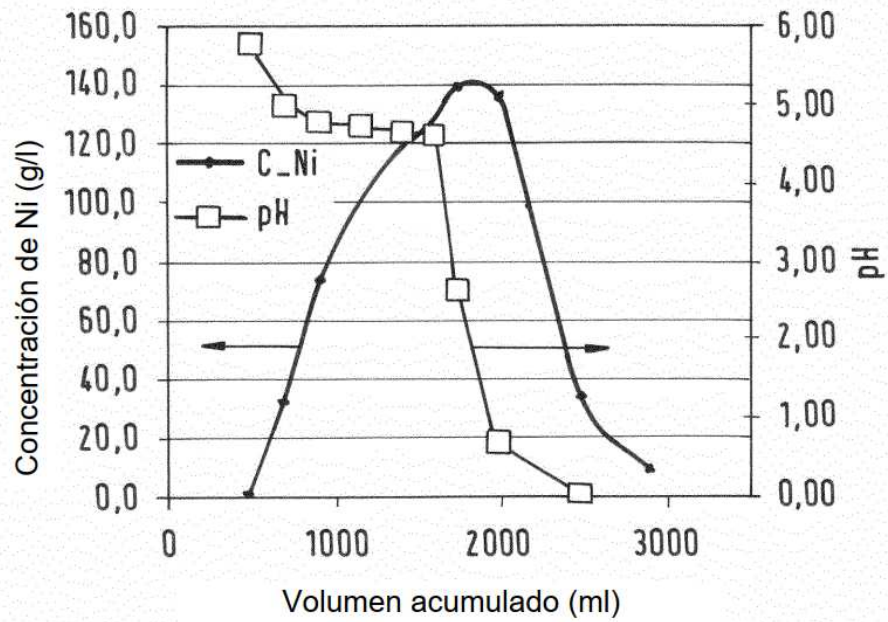


Fig.10

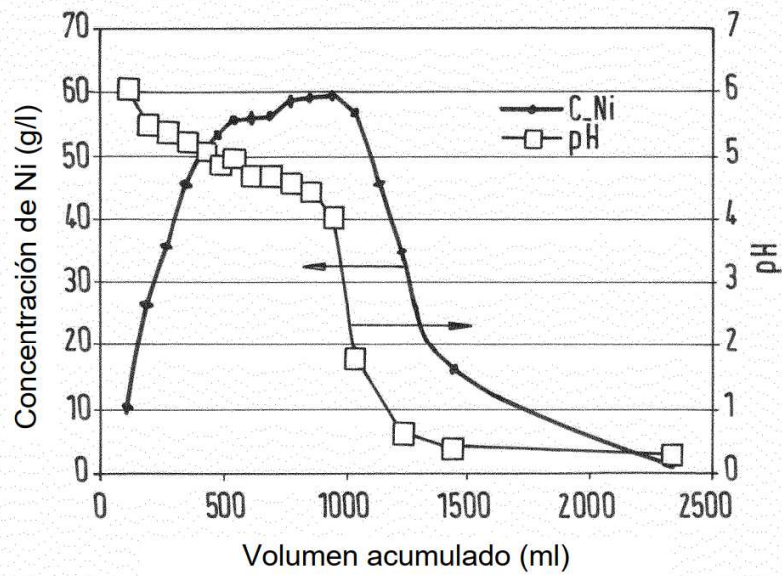


Fig.11

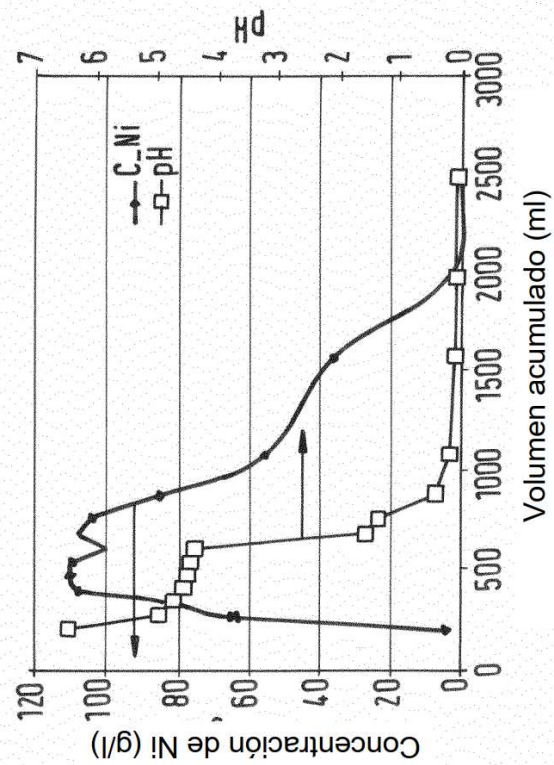
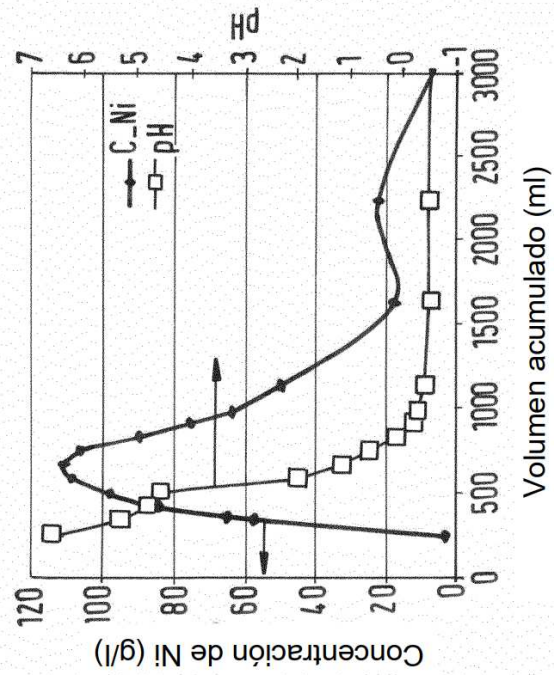


Fig.12