

311 059



Memoria Descriptiva
sobre

"Procedimiento de separación de gases ácidos"

Solicitante: Allen G. Eickmeyer, de nacionalidad norteamericana, residente en 7204 Cherokee Drive, Prairie Village, Kansas, EE.UU. de A.

Esta invención se relaciona con perfeccionadas composiciones y métodos para separar gases ácidos, tales como CO_2 y H_2S , de mezclas gaseosas que los contienen, relacionándose mas particularmente con catalizadores para incrementar -

311059

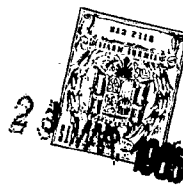


el ritmo de reacción de soluciones acuosas de sales potásicas en absorción y desorción de gases ácidos, y con métodos para asegurar una buena purificación con bajo consumo de vapor de agua.

5. Se conoce el tratamiento de mezclas gaseosas con soluciones acuosas de carbonato potásico para la separación de gases ácidos, CO_2 y H_2S , en la purificación de gas natural e hidrógeno² empleados para producir amoníaco. Se pone en contacto una solución que contenga del 15 al 40 % de carbonato potásico con el gas mezclado en una torre de absorción equipada con bandejas de burbujeo o empaquetadura donde son absorbidos los gases ácidos en solución. La solución penetra luego en una torre regeneradora, en la que los gases ácidos son separados de la solución mediante destilación con vapor de agua. La solución regeneradora es continuamente recirculada al absorbedor. Normalmente, en los presentes métodos convencionales, la absorción se realiza bajo presión empleando una solución caliente, con poco o ningún enfriamiento después de la regeneración.
- 10.
- 15.
- 20.

25. El procedimiento de carbonato potásico caliente anteriormente descrito no requiere cambiadores de calor de la solución y enfriadores empleados con los procedimientos familiares de depuración de aminas. Sin embargo, en la práctica comercial, se han encontrado objeciones a la depuración de carbonato caliente. El dióxido de carbono es absorbido y desorbido muy lentamente. Esto limita tanto la capacidad de la planta como la pureza del gas depura-
- 30.

311059



- do. En la depuración de gas natural que contenga CO_2 y H_2S , el grado de separación de H_2S es normalmente insatisfactorio para los requisitos de una conducción y se necesita un sistema de purificación subsiguiente. La regeneración de la solución es incompleta y se acumula sulfuro potásico en la solución en circulación. Es práctica común seguir un sistema de separación en masa de potasio caliente con depuración de amina para una mejor purificación.
- 5.
10. Algunos aditivos inorgánicos, tales como el anhídrido arsenioso (As_2O_3) y el ácido de selenio y telurio, propuestos como activadores de solución, no tienen aceptación y son inconvenientes debido a toxicidad y reacciones secundarias indeseables. Una serie de aditivos orgánicos propuestos, tales como prótidos y aminoácidos, han resultado ser inestables bajo las condiciones del procedimiento.
- 15.
- Los sistemas aminos convencionales experimentan frecuentemente corrosión al separar elevadas concentraciones de CO_2 a presión. Cuando se saturan con CO_2 a elevadas presiones parciales, las soluciones etanolaminas ordinarias al 10-30% experimentan degradantes reacciones secundarias con el CO_2 , perdiendo así capacidad de absorción de gases ácidos y teniendo por resultado unos productos corrosivos, que son solo separados del sistema en un recipiente de purificación en el que la etanolamina volátil es recuperada por destilación. El empleo de vanadato sódico, que ha sido propuesto como inhibidor de corrosión para los sistemas aminos, es ordinariamente im-
- 20.
- 25.
- 30.

311059



practicable debido a su falta de volatilidad, siendo también separado rápidamente del sistema durante la purificación.

5. Se ha observado ahora que el ritmo de absorción de CO_2 en soluciones acuosas de carbonato, borato, fosfato y arsenito potásicos o mezclas de ellos, es catalizado mediante aminas y compuestos de amina-boro.

10. Las aminas y sus boratos ensayados y que han resultado ser catalizadores, incluyen poliaminas y alcanolaminas etilénicas, tales como etanolaminas y productos de reacción de óxido etilénico y poliaminas etilénicas. Ejemplos de ellas son la etilenodiamina, dietilenotriamina, trietilenotetramina, tetraetilenopentamina, monoetanolamina, dietanolamina, trietanolamina, etilenodiamina dihidroxietilica, etilenodiamina trihidroxietilica, dietilenotriamina trihidroxietilica, etc. Cuando se desea una presión de vapor insignificante en un sistema de absorción caliente, son preferibles las polihidroxietilaminas, tales como las cinco últimas aminas mencionadas anteriormente. Las soluciones catalizadas por estas aminas pueden ser regeneradas por medio de destilación abierta con vapor de agua o gas en lugar de reebullición.

15. Se ha observado también que otras aminas alifáticas funcionan como catalizadores para soluciones de carbonato o borato potásicos, pero la selección de un catalizador adecuado está regida en cierto modo por sus propiedades corrosivas.

20. Se ha observado que el CO_2 se absorbe al

311059



mismo ritmo lento en el borato potásico que en el carbonato potásico. Por consiguiente, resultó sorprendente encontrar un efecto catalítico muy fuerte en las soluciones de carbonatos resultantes de las adiciones de uno o mas de los productos de reacción de una alcanolamina y ácido bórico o borato potásico. La estructura química del producto de reacción es insegura. El ácido bórico puede reaccionar con grupos hidroxilos para dar un ester, o con grupos aminos para dar un borato amino o bien pueden ocurrir ambas reacciones. Aquí, esos productos se denominan "boratos aminos".

Las soluciones de aminas y boratos aminos son conocidos absorbentes alcalinos para el CO_2 . Sin embargo, los experimentos han demostrado que pequeñas cantidades de aminas y boratos aminos son mas eficaces como catalizadores en soluciones potásicas. Con un borato amino que proporcione solo del 10 al 15 % de la alcalinidad total de la solución catalizada de carbonato o borato potásico, el CO_2 es absorbido rápidamente, no solo al principio sino a lo largo de toda la gama de capacidad hasta que la solución resulta saturada con CO_2 . Asimismo, mediante regeneración, la desorción es rápida.

Aunque pueden emplearse otras sales potásicas de ácidos débiles, son preferibles el carbonato potásico, el borato potásico y sus mezclas como componente alcalino primario de mis soluciones catalizadas. Las soluciones catalizadas de sales sódicas no son equivalentes al potasio en el ritmo de

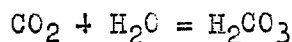
311059



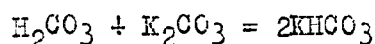
absorción de CO_2 ni en capacidad.

Es sabido que tras la absorción el CO_2 reacciona con agua y convierte el carbonato potásico en bicarbonato potásico de acuerdo con las siguientes reacciones:

5.



10.



15.

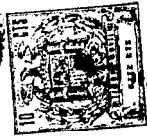
La operación limitadora del ritmo es la hidratación del CO_2 y el catalizador facilita esta reacción. Un borato amino empleado solo, tiene cierta capacidad de absorción de CO_2 . Sin embargo, los ensayos con solución potásica catalizada han demostrado que la absorción no es preferente; en cambio, la absorción es catalizada en toda la gama de conversión de carbonato potásico. Así, el mecanismo parece ser una catálisis de transferencia por parte - del CO_2 o del agua o de ambos.

20.

25.

La composición preferida de la solución catalizada depende de la composición del gas a tratar, la deseada pureza del gas y la temperatura y presión de absorción. La solubilidad del bicarbonato y/o borato potásicos presenta un límite práctico a la máxima concentración de la solución potásica. En general, debe haber por lo menos un 10 % en peso de carbonato, metaborato o hidróxido potásicos, -

30.




- (o mezcla), en solución acuosa, y preferiblemente entre el 15 y el 40 % del compuesto potásico. Debido a la variación de peso equivalente de aminas, es conveniente hablar en términos de relaciones atómicas de amino-nitrógeno, potasio y boro. Sobre esta base, es preferible emplear unas relaciones entre potasio y amina del orden de 100:1 y 2:1, aunque pueden emplearse relaciones superiores o inferiores tales como de 1:1, en cuyo caso un 50 % de la alcalinidad total es proporcionado por el potasio y un 50 % por la amina.
5. Cuando el CO_2 es el único gas ácido a absorber, es preferible emplear relaciones entre boro y amina de 1:1 a 2:1 aproximadamente, aunque pueden emplearse relaciones superiores o inferiores. Cuando ha de separarse H_2S , son preferibles una relación entre boro y potasio comprendida entre 0,4:1 y 1,4:1 y una relación entre boro y amina comprendida entre 1:1 y 3:1. Se obtiene una gran mejora en la eliminación de H_2S de la solución regenerada y del gas tratado.
10. A fin de determinar el efecto catalítico de las composiciones de la invención, se midieron las cinéticas de reacción de absorción de CO_2 con varias soluciones bajo condiciones idénticas de presión atmosférica y temperaturas de 56 y 80°C. de acuerdo con las tablas que mas adelante se ofrecen. Los boratos aminos contribuyen a la alcalinidad igual que el potasio, y la alcalinidad total se mantuvo constante aproximadamente a 2,5 normal en las pruebas de la tabla 1 y aproximadamente 4,5 normal en las pruebas de las tablas 2 y 3. En cada valor sobre alcalinidad
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



311059

total, se muestran los relativos ritmos de absor -
ción de CO respecto al carbonato potásico ordina -
rio. Como un 15 %² de CO K se absorbió a un rit -
mo mas rápido que un 25 %^{3 2} de CO K (cada uno de
5. ellos sin aditivos), los ritmos de absorción rela -
tivos de CO de la tabla 1 no son directamente com -
parables con los de las tablas 2 y 3. A fin de dis -
tinguir fácilmente entre pruebas de diferente alca -
linidad total, en las relaciones atómicas B:K:N, se
10. asignó arbitrariamente al potasio, (o sodio), un va -
lor de 6 para soluciones 2,5 normales y de 10 para
soluciones 4,5 normales.

Los datos de la tabla 1 muestran -
que las soluciones catalizadas de las preferidas -
15. composiciones absorben CO más rápidamente que la
solución de cualquier componente sola. Comparadas -
con soluciones diluidas, las soluciones de superior
concentración, que tienen menos agua, absorben CO
más lentamente. Por consiguiente, responden de -
20. una manera mas espectacular a los catalizadores, co -
mo se muestra mediante una comparación de la tabla
2 con la tabla 1.

31105928 

T A B L A 1.

Pruebas con alcalinidad total 2,5 normal.

Relación B:K:N.	Amina reaccionada	Ritmo de absorción relativa de CO ₂
0:6:0 (15% K ₂ CO ₃)	Ninguna	1.0
6:6:0 (KBO ₂)	Ninguna	1.2
0:6:0 (K ₃ PO ₄)	Ninguna	0.9
6:0:6 (DEA Meta borato)	DEA	2.8
0.5:6:0.25	DEA	2.4
1:6:0.5	DEA	3.2
2:6:1	DEA	4.1
1:6:1	DEA	3.8
3:6:3	DEA	4.0
6:6:3	DEA	3.3
3:6:1	DEA	3.5
2:6:1	MEA	3.5
2:6:1	TEA	1.9
1:6:1	EDA	2.8
2:6:1	TETA-EO	4.4
2:6:1 (Empezando con K ₃ PO ₄)	DEA	1.8
<u>Relación B:Na:N</u>		
1:6:1 (Empezando con Na ₂ CO ₃)	DEA	2.2

Nota: DEA es dietanolamina, MEA es monoetanolamina, TEA es trietanolamina, EDA es etilendiamina y TETA-EO es el producto de reacción de trietilnotetramina y óxido etilénico.

311059

26 MAR 1954



T A B L A 2.

Pruebas con alcalinidad total, 4,5 normal.

<u>Relación B:K:N</u>	<u>Amina reaccionada</u>	<u>Ritmo de absorción relativa de CO₂</u>
0:10:0 (25% K CO ₂) 2 3	Ninguna	1.0
1:10:1	DEA	4.3
2:10:2	DEA	6.9

T A B L A 3.

Pruebas empezando con solución 4,5 normal de una planta que opera con carbonato caliente. (La solución era turbia y contenía material extraño disuelto y suspendido):

<u>Relación B:K:N</u>	<u>Amina reaccionada</u>	<u>Ritmo de absorción relativa de CO₂</u> (comparado con 25% CO K en tabla 2). 3 2
0:10:0 (25% K CO ₂ solución) 2 3	Ninguna	0.7
1:10:1	DEA	3.1
2:10:2	DEA	4.9
4:10:2	DEA	4.5

Los catalizadores de la presente invención permiten el uso de soluciones de superior concentración y capacidad de gas ácido respecto a las soluciones ahora comúnmente empleadas en los siste-
5. mas de carbonatos calientes. Esta mas completa rege

3 1 1 0 5 9



- neración tiene por resultado una sustancial reducción en el ritmo de circulación de la solución, una incrementada capacidad de una existente planta o mejor equipo para una nueva planta, reducción de calor para regeneración y perfeccionada purificación de gases. En muchos casos, la perfeccionada purificación elimina la necesidad de un segundo sistema de depuración, tal como la familiar depuración con monoetanolamina seguida de depuración con carbonato caliente.
- 5.
- 10.

- Las soluciones catalizadas se caracterizan por el bajo calor de absorción de una solución de carbonato potásico y la elevada actividad de una solución amina sin las familiares desventajas de las soluciones aminas concentradas, que tienen el inconveniente de las reacciones laterales y la corrosión y requieren una continua purificación por destilación. Mediante exhaustivo ensayo experimental, se ha observado que la corrosión del acero carbónico por las soluciones catalizadas pueden inhibirse mediante 1000 a 2000 ppm o mas o menos (como equivalente $V O_2$), de un vanadato, vanadito o arsenito metálico alcalino, con insignificantes pérdidas de inhibidor. Las preferidas soluciones catalizadas incluyen una pequeña cantidad de vanadito o vanadato potásico excepto cuando el gas que es depurado contiene suficiente H_2S , con relación al CO_2 , para inhibir la corrosión del acero carbónico. Es posible disolver del 1,0 al 2,0 % del inhibidor de vanadio, expresado como equivalente $V O_2$, en una solución
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

311059



- ción concentrada de borato amino (50-80%), que puede añadirse convenientemente a una solución de sal potásica para activar la solución y simultáneamente proteger el equipo contra la corrosión. El dicromato potásico, que se emplea comúnmente en los sistemas de carbonato potásico calientes, no es compatible con el catalizador debido a una reacción de reducción y oxidación que destruye tanto al inhibidor como al compuesto amino.
- 5.
10. Además, los catalizadores pueden emplearse para mejorar o sustituir a otros catalizadores de soluciones potásicas, tales como trióxido de arsénico, que es elevadamente tóxico. Cuando se añadieron 140 gramos de trióxido de arsénico por litro de solución de CO_3K_2 4,5 normal, se convirtió en orto-arsenito potásico. El ritmo de absorción relativa de CO_2 a 80°C . resultó ser 3,6 veces más rápido que la solución original de carbonato potásico. Una comparación con la tabla 2 muestra que las soluciones catalizadas son más activas que aquellas. -
15. Después de añadir el catalizador de borato dietanolamino a la solución de arsenito para obtener una relación B:K:N de 1,2:10:1,2, se observó que el ritmo de absorción relativa de CO_2 había aumentado a 5,2, que representaba una mejora del 45%. Como resultado de estos ensayos, se preve el empleo de catalizadores de boratos aminos para mejorar la purificación de los gases con soluciones de arsenitos y eventualmente la sustitución de trióxido de arsénico como aditivo a las soluciones depuradora de -
- 20.
- 25.
- 30.

311059

26 MAR 1955



sales potásicas.

- Aunque las soluciones catalizadas mejoran el grado de purificación del gas depurado en sistemas que tengan una sola etapa de absorción y regeneración, en los casos en que se requiere una mejor purificación, tal como del 0,03 al 0,5% de CO_2 ó de 0-4 ppm de H_2S en volumen, se emplea una solución simple en un sistema de 2 etapas.
- 5.

- La figura 1. es un diagrama de operaciones de una versión preferida de un método para purificar gases disponibles en caliente, tales como gases fabricados por síntesis de hidrógeno o amoníaco y gases similares que contengan del 15 al 35 % de CO_2 .
- 10.

- La figura 2. es un gráfico que muestra el efecto sobre el porcentaje de CO_2 en un gas depurado mediante incrementadas cantidades de catalizador en una solución de carbonato potásico cuando se emplea un método de acuerdo con la figura 1.
- 15.

- Con referencia a los dibujos, el sistema depurador mostrado en la figura 1. incluye un absorbedor 1. y un regenerador 2. En el absorbedor 1. hay dos zonas de absorción 3 y 4, equipadas con bandejas de empaquetado o burbujeado; y 2 zonas de regeneración 5 y 6, también equipadas con bandejas de empaquetadura o burbujeado en el regenerador 2.
- 20.
- 25.

- A través del conducto 7, se carga gas convertido que contiene CO_2 ordinariamente obtenible de un convertidor de cambio de una planta de amoníaco a temperatura y presión elevadas y mezclado
- 30.

311059



- con vapor de agua, en el rehervidor 8, en el que se recupera calor residual del procedimiento condensando la mayor parte del vapor de agua e hirviendo la solución objeto de regeneración. Como variante, el
5. rehervidor 8. puede calentarse mediante vapor de agua a baja presión. Desde el rehervidor, la mezcla de gas-vapor de agua-condensado pasa a través del conducto 9. al separador 10, del que se descarga condensado a través de la tubería 11 y la mezcla gas-vapor de agua a través del conducto 12. Ordinariamente, la mezcla gas-vapor de agua es descargada a temperaturas comprendidas entre 240 y 280°F, pero estas temperaturas varían de acuerdo con las condiciones existentes. La corriente 12. penetra en el
10. absorbedor directamente como se muestra o, si se desea recuperar mas calor residual, puede enfriarse mas mediante cambio de calor, no mostrado, antes de penetrar en el absorbedor.
- 15.

- El gas convertido pasa ascendentemente a través del absorbedor primero en contacto, en la zona 3, con una cantidad relativamente grande de solución de sal potásica catalizada semi-consumida, anteriormente mencionada, que penetra en el absorbedor por un punto intermedio a través del conducto
20. 13, sustancialmente a la temperatura de regeneración. En la zona 3, la mayor parte del CO_2 es absorbida por la solución, de manera que el gas que sale de la zona 3 bajo operaciones normales contiene entre el 0,3 y el 2 % de CO_2 . En la zona 4, el
25. gas establece contacto con una cantidad relativamen
- 30.

311059



te pequeña de solución de sal potásica catalizada - consumida, que penetra por la parte superior del ab sorbedor a través de la tubería 14, que retira el restante CO al nivel deseado, ordinariamente entre 0,03 y el 0,3 % de CO². El gas purificado sale del absorbedor a través de la tubería 15.

La solución consumida, que ha absorbido algún CO en la zona 4, se mezcla con la solución semi-consumida introducida a través de la tubería 13, que pasa descendentemente a través de la zona 3 y absorbe mas CO para convertirse en una solución rica, que es retirada del absorbedor 1 a través del conducto 16. regulada por la válvula de control de nivel 17. La solución rica es dirigida a través del conducto 16 al regenerador 2, donde pasa descendentemente a través de la zona de regeneración 6, a contracorriente de una ascendente de vapor de agua que causa la desorción de gran parte del CO, con el resultado de una solución semi-consumida que se acumula sobre la bandeja de chimenea 18. situada en un punto intermedio del regenerador. Una porción de esta solución es retirada a través del conducto 19 para su recirculación por la bomba 20. y la tubería 13. a un punto intermedio del absorbedor 1. Una pequeña parte de la solución semi-consumida rebosa a través de unos orificios situados en la bandeja de chimenea para fluir descendentemente a través de la zona de regeneración 5. En la zona 5. la solución se pone en contacto con una cantidad relativamente grande de vapor de agua que

311059



- pasa ascendentemente por la zona y que regenera íntimamente la solución a una condición consumida. La solución consumida que se acumula en el fondo del regenerador circula a través del rehervidor y es retirada a través de la tubería 21. para su recirculación mediante la bomba 22. a través del conducto 14 a la parte superior del absorbedor 1. Dependiendo del grado de purificación y de la temperatura deseada para el gas purificado, la solución consumida puede enfriarse interponiendo el cambiador de calor 23. en el conducto 14. o bien puede devolverse al absorbedor a la temperatura de regeneración. Si el gas purificado ha de enfriarse a temperatura ambiente, entonces es preferible dividir la solución consumida que sale de la bomba 22. en dos corrientes, enfriándose una de éstas a la temperatura ambiente y enviándose a la parte superior del absorbedor, como se muestra, y una corriente no enfriada, no mostrada, que se envía a un punto intermedio de la zona de absorción 4. De esta manera, la parte inferior de la zona 4. se mantiene mas caliente, incrementándose considerablemente el ritmo de absorción en la zona.
5. 10. 15. 20.

- La carga inicial de solución de sal - potásica catalizada y el repuesto que sea necesario en el sistema para compensar las pérdidas, se introducen a través del conducto 24.
- 25.

- A través del conducto 25. sale una mezcla de vapor de agua y CO₂ de la parte superior del regenerador 2, a través de cuyo conducto 25. se
- 30.

317059



dirige al condensador 26, donde el vapor de agua -
se condensa y se recoge el condensado en el sumidero
27. Este condensado se devuelve a través de la tu-
bería 28. y la bomba 29. al rehervidor 8. u otro -
5. punto adecuado del sistema. El exceso de condensa-
do se retira a través del conducto 30. El CO₂ recu-
perado se retira del condensador 26. a través del
conducto 31 y puede comprimirse para su elaboración
en urea o hielo seco, en cuyo caso es preferible -
10. mantener una contrapresión de 5 a 10 libras por -
pulgada cuadrada en el regenerador para reducir la
energía requerida para la compresión.

El método ilustrado por el esquema de
operaciones de la figura 1 se denomina comúnmente
15. sistema de dos etapas, haciendo referencia a las -
dos zonas de absorción y a las dos zonas de regene-
ración. Tales sistemas de dos etapas han sido em-
pleados con solución ordinaria de carbonato potási-
co sin catalizador. Se ha descubierto que cuando -
20. se emplean soluciones catalizadas el contenido en
CO₂ del gas que sale de la zona 3. es muy reducido
y la solución consumida que se introduce en la par-
te superior de la zona 4. puede ser muy inferior al
20 % del total, preferiblemente dentro del orden -
25. del 4 al 20 %, y la solución semi-consumida dentro
del orden del 80 al 96 %. de la solución total cir-
culada. Se ha observado también que la recircula-
ción de una corriente relativamente pequeña de so-
lución a la zona de regeneración 5. tiene por resul-
30. tado una solución consumida mucho mas íntimamente

311059



regenerada, capaz de una mejor purificación del gas en la zona 4. del absorbedor. La variación de las proporciones de soluciones consumida y semi-consumida para conseguir nuevas proporciones dirigidas a las zonas del absorbedor y el regenerador de un sistema de 2 etapas, independientemente de las soluciones activadas o catalizadas empleadas, constituye un importante concepto de la presente invención.

En el caso en que el gas entrante a purificar en el conducto 7 ó 12 esté a temperatura ambiente, como en el caso del gas natural agrio, el rehervidor 8 puede calentarse mediante vapor de agua o fuego directo. Tal gas frío puede precalentarse antes de entrar en el absorbedor mediante cambio de calor (no mostrado) con solución consumida caliente, devuelto a través de los conductos 21 y 14, enfriándose así parcialmente la solución consumida y reduciéndose la carga de refrigerante en el refrigerador 23. Asimismo, el gas frío entrante puede dividirse en dos corrientes, siendo térmicamente cambiada una corriente de gas con la solución consumida caliente devuelta a través de los conductos 21 y 14, como queda descrito, y la otra corriente de gas con la solución semi-consumida, recirculada a través del conducto 13. Como resultado de estas modificaciones, la solución rica que sale del absorbedor es mas caliente y requiere menos calor para su regeneración.

El método de depuración no se limita respecto a temperaturas y presiones de absorción y

311059



regeneración excepto por consideraciones prácticas - de materiales disponibles de construcción y sus propiedades de resistencia a la corrosión.

EJEMPLOS.

5. La figura 2. muestra el resultado de -
añadir cantidades crecientes de un catalizador de bo-
rato amino a una solución acuosa de carbonato potási-
co empleada en un sistema de depuración de una plan-
ta de amoníaco, tal como se muestra en la figura 1,
10. con la excepción de que el rehervidor fué calentado
mediante vapor de agua y el gas estaba a temperatura
ambiente al entrar en el absorbedor. El gas de ali-
mentación con un 17 % de CO² entró a una presión de
21 kg por cm². Durante los ensayos en la planta, la
15. alcalinidad total de la solución semi-consumida era
de 3 a 4 normal (equivalentes en gramos por litro).
El ritmo de circulación de la solución consumida era
del 6 al 8 % y el de la solución semi-consumida era
del 92 al 94 % de la circulación total de solución.
20. El catalizador era una solución concentrada de bora-
to dietanolamino que tenía una alcalinidad de 5 nor-
mal, de manera que después de la adición final, al
12 % en volumen, el catalizador representaba sólamen-
te el 15 % de la alcalinidad total de la solución. -
25. Antes de añadir el catalizador, mientras se emplea-
ban 6700 kg por hora de vapor de agua, se elevó el
ritmo del gas a 9600 m³ por hora y el contenido en
CO del gas depurado ascendió al 1,3 %, que sobrecar-
gó² el sistema de depuración de licor de cobre que si-
30. guió. Cuando en el laboratorio sonó una alarma de -

311059



excesiva acumulación de gas, se añadió la primera porción de catalizador y el contenido en CO_2 descendió rápidamente a la mitad. Luego se redujo el vapor de agua a 6100 kg por hora y se ajustó el

5. ritmo gaseoso a 10.000 m^3 . por hora para ulteriores adiciones de catalizador. Como se muestra en la figura 2, con un 9,5 % de catalizador, el contenido en CO_2 del gas purificado descendió al 0,06%. Después de la adición final de catalizador, se obtuvo un 0,06% de CO_2 incluso con un ritmo gaseoso de 11.000 m^3 por hora y cuando se incrementó el vapor de agua a 7200 kg por hora, el contenido en CO_2 descendió a un valor tan bajo como del 0,02%.
- 10.

- Una planta de 2 etapas empleando una
15. solución caliente de carbonato potásico para depurar gas natural agrio que contenía aproximadamente un 2 % de H_2S y un 7 % de CO_2 , produjo un gas depurado que contenía mas de 3 gramos de H_2S por 100 piés cúbicos (48 ppm), que rebasaba la especificación sobre gases de venta comercial. La solución consumida o empobrecida contenía 750 gramos de H_2S por galón, una cantidad excesiva. Cuando se añadió borato dietanolamino que tenía una relación 2:1 entre boro y nitrógeno a la solución para obtener
20. una relación 1:1 entre boro y potasio, los granos de H_2S por galón de solución consumida o empobrecida descendieron a menos de 200 y el gas depurado se tornó dulce, teniendo 0,25 gramo de H_2S por 100 piés cúbicos. Después de conectarse un cambiador de
25. calor para precalentar el gas de alimentación agrio
- 30.

311059



antes de penetrar en el absorbedor, mediante cambio de calor con la solución empobrecida caliente que salía del regenerador, se obtuvo todavía gas dulce empleándose un 12 % de menos calor para regenerar la solución.

5. La estabilidad química y térmica del catalizador de borato amino se probó mediante ensayos de larga duración en un sistema depurador de otra planta de amoníaco. Durante la primera semana después de la adición del catalizador, se efectuaron ensayos bajo condiciones prescritas. Durante los 4 meses siguientes solo se produjeron pérdidas nominales del catalizador, cuyas pérdidas resultaron guardar proporción con las pérdidas de carbonato potásico. Después de 7 meses de operación bajo diferentes condiciones, resultó conveniente controlar el rendimiento del sistema bajo las originales condiciones prescritas. Una duplicación de los resultados originales probó que no hubo ningún cambio nocivo apreciable en las propiedades de la solución y que el catalizador había permanecido activo. Mientras tanto, no fué necesario purificar la solución en modo alguno.

10. El catalizador del convertidor de cambio de esta planta de amoníaco fué sustituido, después de lo cual apareció algún H_2S en el gas que penetraba en el absorbedor. El gas purificado que salía del absorbedor contenía solo 0,1 parte por millón de H_2S , proporcionando así los resultados previstos mediante los ensayos de laboratorio.

311059

N O T A



- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en EE.UU. de A. acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años, en España "Procedimiento de separación de gases ácidos", caracterizándose por lo siguiente:
5. nes anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en EE.UU. de A. acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años, en España "Procedimiento de separación de gases ácidos", caracterizándose por lo siguiente:
10. to, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años, en España "Procedimiento de separación de gases ácidos", caracterizándose por lo siguiente:
15. racterizándose por lo siguiente:

- 1ª.- "Procedimiento de separación de gases ácidos", tales como CO_2 y H_2S , de una mezcla gaseosa que contiene a dichos gases, caracterizado por el contacto de la citada mezcla gaseosa con una solución absorbente acuosa que contenga una proporción mayor de una sal potásica alcalina débil seleccionada del grupo consistente en carbonatos, boratos, fosfatos y arsenitos, y una proporción menor de un compuesto catalizador amino seleccionado del grupo consistente en poliaminas etilénicas, alcanolaminas y boratos de alcanolaminas, y la separación del gas purificado de la solución absorbente, la regeneración de la solución absorbente en una operación de regeneración con vapor de agua, y la recirculación de la solución regenerada a la operación -
20. solución absorbente acuosa que contenga una proporción mayor de una sal potásica alcalina débil seleccionada del grupo consistente en carbonatos, boratos, fosfatos y arsenitos, y una proporción menor de un compuesto catalizador amino seleccionado del grupo consistente en poliaminas etilénicas, alcanolaminas y boratos de alcanolaminas, y la separación del gas purificado de la solución absorbente, la regeneración de la solución absorbente en una operación de regeneración con vapor de agua, y la recirculación de la solución regenerada a la operación -
25. grupo consistente en poliaminas etilénicas, alcanolaminas y boratos de alcanolaminas, y la separación del gas purificado de la solución absorbente, la regeneración de la solución absorbente en una operación de regeneración con vapor de agua, y la recirculación de la solución regenerada a la operación -
30. culación de la solución regenerada a la operación -

311059



de contacto primeramente mencionada.

- 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado, por las operaciones de poner en contacto, en una operación de absorción de
5. dos etapas, la mezcla gaseosa con la solución absorbente acuosa, separar el gas purificado de la solución absorbente, regenerar la solución absorbente -
10. separada en una operación de regeneración de dos etapas, recuperar una solución absorbente parcialmente regenerada de la primera etapa de la operación de regeneración, y una solución absorbente mas regenerada de la segunda etapa de la operación de -
15. regeneración, recircular la solución absorbente recuperada de la primera etapa de regeneración a dicha primera etapa de absorción y la solución absorbente recuperada de la segunda etapa de regeneración a la segunda etapa de absorción, y devolver para su regeneración la solución absorbente después -
20. de su paso a través de la primera etapa de absorción a la primera etapa de la operación de regeneración.

- 3ª.- Procedimiento, según reivindicación 2ª, caracterizado, por la recirculación de la solución absorbente recuperada de la primera etapa de regeneración a la primera etapa de absorción en
25. una proporción comprendida entre el 80 y el 96 % y por la recirculación de la solución absorbente recuperada de la segunda etapa de regeneración a la segunda etapa de absorción, en una proporción comprendida entre el 4 y el 20 % de la solución absorbente
- 30.



total recirculada a las dos etapas de absorción.

4^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 2^a ó 3^a, caracterizado, porque la segunda etapa de absorción es a una temperatura inferior a la de la primera etapa.

5^a.- Procedimiento, según las reivindicaciones 2^a ó 3^a, caracterizado, porque la solución regeneradora recuperada de la segunda etapa de la operación de regeneración es enfriada antes de su recirculación a la segunda etapa de la operación de absorción.

6^a.- Procedimiento, según la reivindicación 5^a, caracterizado, porque la solución regenerada recuperada de la segunda etapa de la operación de regeneración es enfriada mediante cambio de calor con la mezcla gaseosa que contiene gases ácidos y precalentamiento de la misma.

7^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado, porque la parte mayor de la solución regenerada recirculada constituye entre el 80 y el 96 % de la solución regenerada total y la parte menor constituye entre el 4 y el 20 % de la solución regenerada.

8^a.- Procedimiento, según la reivindicación 1^a, caracterizado, porque la solución acuosa absorbente es de compuestos potásicos seleccionados del grupo consistente en carbonatos, boratos, fosfatos y arsenitos, y compuestos aminos seleccionados del grupo que comprende a poliaminas etilénicas, alcanolaminas y boratos de alcanolaminas.

011059

26



5. 9ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª y 8ª, caracterizado, porque la solución tiene una relación entre potasio y amina del orden de 100:1 a 1:1 y una relación entre borato y amina del orden de 1:1 a 3:1.
- 10ª.- Procedimiento, según reivindicaciones 1ª y 8ª y 9ª, caracterizado, porque la solución acuosa es reaccionada con ácido bórico.
10. 11ª.- Procedimiento, según reivindicaciones 1ª y 8ª - 10ª, caracterizado, porque en la solución se incluye además una pequeña cantidad de pentóxido de vanadio (V_2O_5) como inhibidor de corrosión.
15. 12ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado, porque el catalizador para mejorar propiedades de absorción y desorción de gases ácidos de una solución de una sal potásica alcalina débil seleccionada del grupo consistente en carbonatos, boratos, fosfatos y arsenitos, que comprende una solución acuosa concentrada que contiene entre el 50 y el 80 % de un compuesto borato alcalino.
20. 13ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª - 3ª, caracterizado, porque el catalizador contiene entre el 1 y el 2 % de pentóxido de vanadio (V_2O_5) como inhibidor de corrosión.
25. 14ª.- "Procedimiento de separación de gases ácidos"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.
- 30.

311059



Esta memoria consta de ventiseis hojas es
critas a máquina por una sola cara.

Madrid,

26 MAR 1938

Allen G. Eickmeyer,

J. GOMEZ ACEBO Y FIGUEROA
C. P.

311059

16

ESCALA VARIABLE

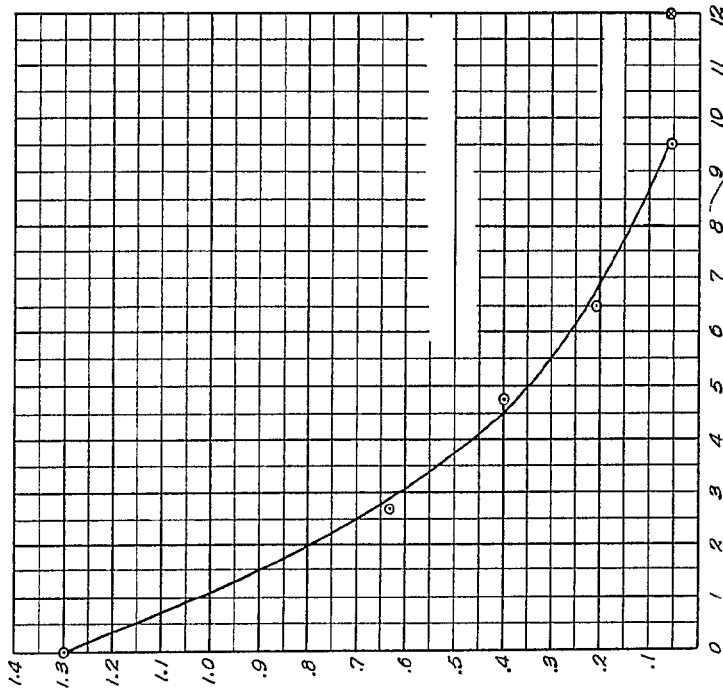


Fig. 2.

26 MAR 1965

Mailed

U.S. PATENT OFFICE

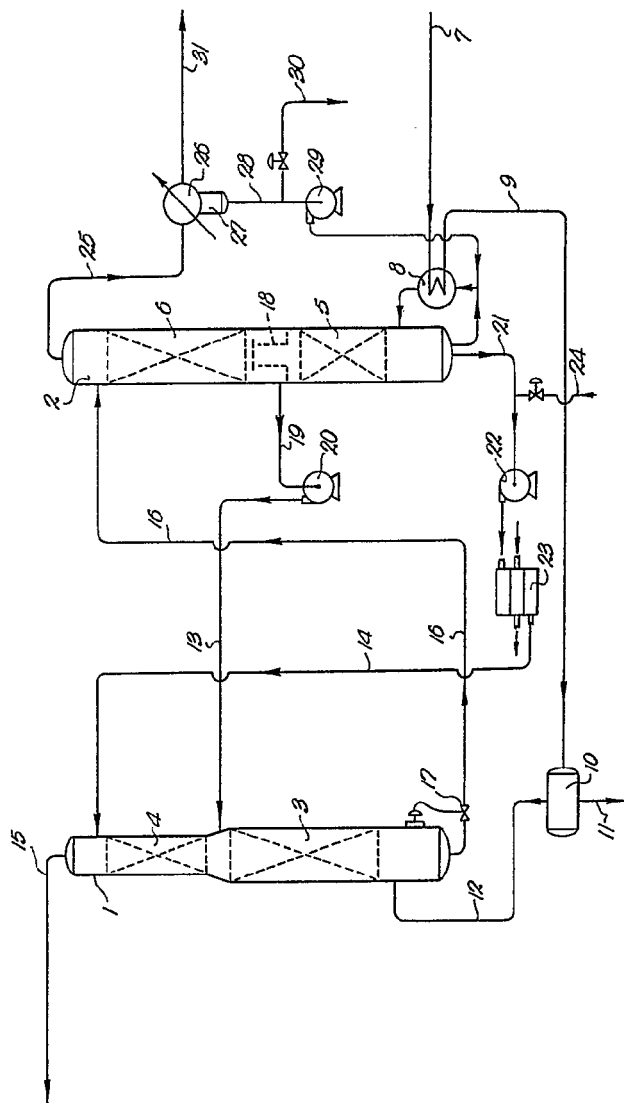


Fig. 1.

ESCALA VARIABLE

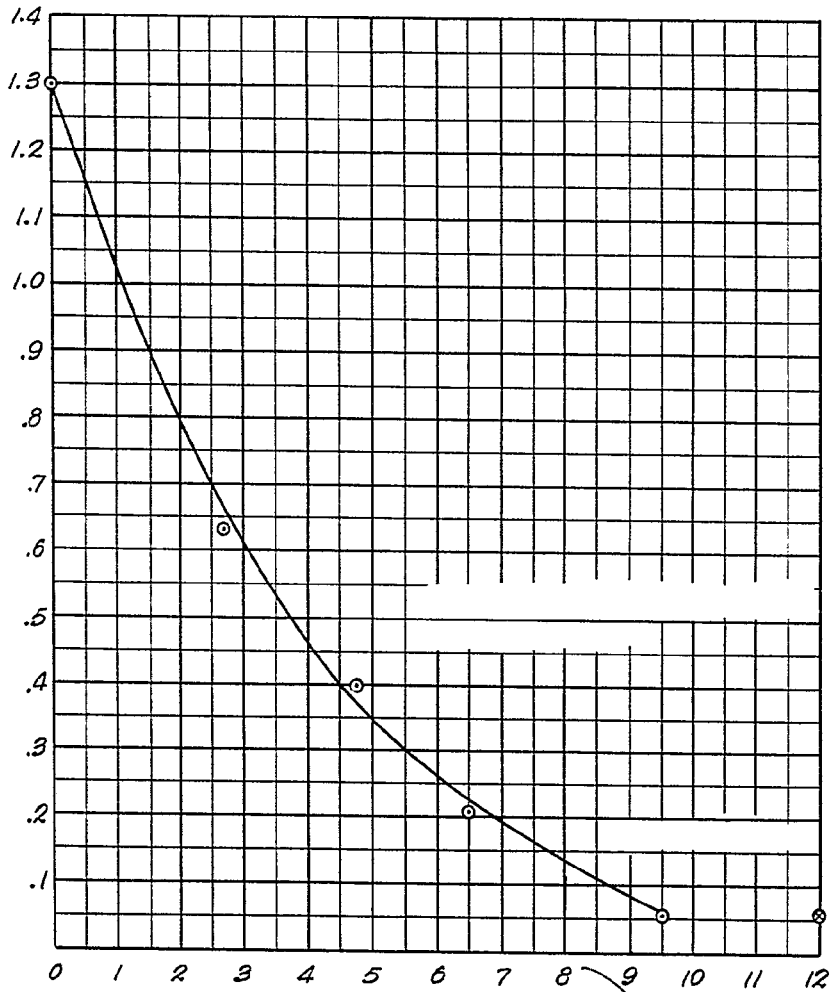
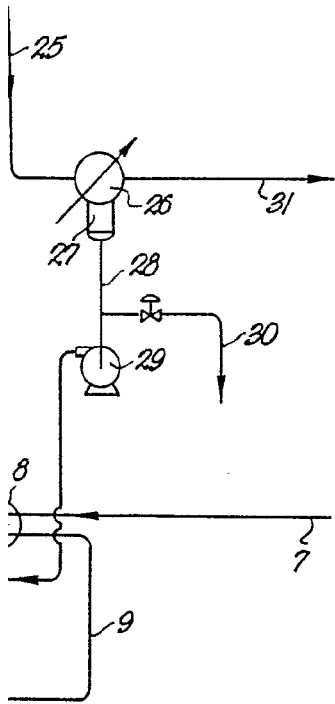


Fig. 2.

26 MAR 1965

Materia

GOMEZ ACEBO Y CIA