



SECCION TECNICA  
CLASIFICACION I. P. C.  
CLASE B.01  
SUBCLASE D

372407 PATENTE  
DE

I N V E N C I O N

por "UN PROCEDIMIENTO PARA ELIMINAR ANHIDRIDO CARBONICO Y/O OTROS GASES DE ACIDO", a favor de la firma italiana VETROCOKE COKAPUANIA S.p.A., residente en 46, Via delle Industrie, Venezia Porto Marghera (Italia), y Don Giuseppe GIAMMARCO, de nacionalidad italiana, residente en San Marco 3242, Piazzale Morolin, Venice (Italia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a procedimientos para eliminar de mezclas gaseosas, impurezas de ácido tal como  $CO_2$ ,  $H_2S$ ,  $HNC$  y similares, separada o acumulativamente, y constituidos por una fase de absorción en la que las mezclas gaseosas se lavan con soluciones absorbentes de una composición química y naturaleza apropiadas, y una fase de regeneración en la que las soluciones absorbentes se regeneran por medio de ebullición y dando lugar a la expulsión de las impurezas de ácido absorbidas.

- 5.
10. Es bien conocido que en la mayoría de casos, es apropiado y más a menudo no necesario que la temperatura durante



372407

- la fase de absorción sea menor que en la fase de regeneración en la que la solución se calienta a la temperatura de ebullición. Por consiguiente, en virtud de la diferencia de temperaturas arriba citadas, es fundamentalmente importante para
5. el calor consumido calentar la solución desde la temperatura de absorción a la temperatura de ebullición (en otras palabras el calor contenido en la solución regenerada por ebullición que surge de la fase de regulación) que sea utilizada apropiadamente para los propósitos del procedimiento en lugar
10. de ser eliminado inútilmente a través de un refrigerante que, entre otros representa un elemento de coste.

- Hasta ahora, el contenido de calor de la solución regenerada por ebullición se ha utilizado en diversas formas por los ciclos de varios empleados en la práctica industrial, de los cuales los más conocidos son el ciclo convencional, isotérmico y óptimo.
- 15.

- En el ciclo convencional, que es conocido, la temperatura de absorción es substancialmente menor que la temperatura de regeneración; asimismo es bien conocido que al utilizar solución de etanolamina (MEA, DEA, TEA) u otras soluciones de compuestos orgánicos, en los casos de absorción de ambos  $\text{CO}_2$  y  $\text{H}_2\text{S}$ , la temperatura de absorción está ajustada a la temperatura ambiente. En este ciclo, es bien conocido que el contenido de calor de la solución regenerada por ebullición se utiliza para calentar la solución agotada antes de que esta última se pase al regenerador. Para el propósito, se utilizan un intercambiador de calor y un refrigerante, interpuestos entre el absorbedor y el regenerador. Sin embargo, es un hecho conocido que el citado intercambiador de calor es muy caro y solo representa un
- 20.
- 25.
30. porcentaje considerable del costo de la instalación.

- 3 -  
372407



Por consiguiente, sería altamente deseable para el ciclo convencional su modificación y mejora como es uno de los objetos de la presente invención de forma que, cuando la fase de absorción envuelve temperaturas claramente ajustadas a temperatura ambiente, puede eliminarse el intercambiador de calor mencionado.

- 5.
- El ciclo isotérmico no utiliza el calor en las soluciones regeneradas por ebullición. Como es bien conocido, prescinde del intercambiador de calor en virtud del hecho de que la solución regenerada por ebullición es pasada directamente al absorbedor. Esta ventaja es cancelada sin embargo por el hecho de que las temperaturas de absorción son considerablemente altas y en general más altas que las temperaturas llamadas óptimas (como se define a continuación y que corresponden al volumen mínimo y a la altura mínima de la columna de absorción, y asimismo básicamente por el hecho de que el contenido de calor de las soluciones regeneradas por ebullición, después de ser pasadas desaventajosamente a lo largo del absorbedor, se elimina finalmente al exterior por medio del refrigerador que emplea  $\text{CO}_2$  (u otros gases de ácido) que debe construirse de acero capaz de resistir las propiedades conocidas de los citados gases de ácido, lo que entraña un incremento en el coste de la instalación.
- 10.
- 15.
- 20.

- 25.
- Por consiguiente es deseable que se modifique y perfeccione el ciclo isotérmico, como es el objeto de la presente invención.

- El ciclo óptimo se caracteriza por el hecho de que la solución regenerada por ebullición se enfría ligeramente (generalmente de 85 a 90°C en el caso de soluciones mi-
- 30.

372107

- nerales, tal como soluciones de carbonado ordinario o activado) de forma que la solución, descendiendo a lo largo del absorbedor e iniciando el calentado por el calor de la reacción y el calor aportado por el gas que debe purificarse,
5. alcanza una temperatura de por lo menos 98 a 105°C, suficientemente para ser pasada directamente al regenerador sin precisar un intercambiador de calor. Esto produce la ventaja de eliminar el intercambiador de calor del ciclo convencional; otra ventaja es que el calor proporcionado
10. por la solución del ciclo no se elimina enteramente mediante el refrigerador de CO<sub>2</sub>, como en el ciclo isotérmico y construido en acero inoxidable, pero es en parte eliminado por medio de refrigerador de solución regenerada que por otra parte se construye más económicamente en acero al carbón y además es menos caro en virtud de una diferencia en
15. temperatura más favorable.

- Asimismo es bien conocido que una de las características de este ciclo es el hecho de que la temperatura de absorción está ajustada a las temperaturas llamadas óptimas (de aquí el nombre "de ciclo óptimo"). Es de recordar el hecho de que un incremento en temperatura mejora el coeficiente K<sub>ga</sub> de las soluciones de carbonato alcalino, mientras que por otra parte se elevan las tensiones de vapor de CO<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>S. Los dos efectos antes citados, opuestos y
20. contrastantes, de la elevación en temperatura, determinan la llamada temperatura óptima a la que -como está definido por Sherwood- corresponde a las mejores condiciones de absorción, en otras palabras el volumen mínimo y la altura mínima de la columna de absorción. El ciclo óptimo puede utilizar el calor en la solución regenerada por ebullición ya
25. que el refrigerador de la solución está reemplazado para
- 30.

372407



propósitos prácticos por un intercambiador-recuperador de calor, en el que se calienta el agua alimentada al ebullidor.

5. Sería deseable para que se modificara y perfeccionara el ciclo óptimo, que determine las características antes citadas, como es el objeto de la presente invención, de modo que el calor contenido en las soluciones regeneradas por ebullición se utilice mejor para los propósitos útiles del mismo proceso de purificación.
10. El objeto de la presente invención es utilizar el contenido de calor de las soluciones regeneradas por ebullición con objeto de mejorar el grado de regeneración de las mismas soluciones. Otro objeto de la invención es disminuir el suministro de calor necesario para la operación del ciclo.
15. El otro objeto de la invención es eliminar parcial o completamente el intercambiador de calor entre solución regenerada caliente y solución agotada fría en casos donde la absorción se realiza en una temperatura más baja que la temperatura de regeneración. Otro objeto de la presente invención es reducir considerablemente el coste de la instalación.
20. La presente invención se basa en el hecho de que el calor contenido en la solución regenerada, calentada o hirviente, se extrae en la forma de un chorro de vapor que se utiliza básicamente con objeto de extraer de la solución regenerada, parte del  $\text{CO}_2$  y/o otros gases ácidos contenidos en ella, mejorando así el grado de regeneración.
25. La extracción del flujo de vapor se realiza por varios métodos, como se sugiere en la descripción de la presente invención, y consisten básicamente en someter la so-
- 30.

372407<sup>6</sup> -



lución a una caída en presión o a un tratamiento con gases inertes.

5. Como se ha indicado anteriormente, la extracción del flujo de vapor se facilita al pasarlo dentro de una zona enfriadora donde el citado vapor se condensa y preferentemente al llevarlo en contacto íntimo y directo con la solución agotada más fría que se origina en la columna de absorción, para el propósito de calentar ésta. De esta forma, el calor contenido en la solución caliente, regenerada pasa a la solución agotada fría más sencilla y económicamente que por medio del intercambiador de calor caro utilizado para ello en las disposiciones de arte previo y que por consiguiente puede eliminarse total o completamente. Además, existe mayor diferencia en el uso del calor

10. en que, como se especificará a continuación bajo e), la solución puede estimarse que elimina la cantidad de CO<sub>2</sub> mayor que la eliminada al utilizar el intercambiador de calor.

15. Una ventaja ulterior reside en el hecho de que el paso de vapor desde una solución a la otra se verifica espontáneamente y sin consumo de energía, esto hasta el momento en que las dos soluciones han alcanzado igualdad de temperatura y más precisamente igualdad de las respectivas tensiones de vapor de agua.

20. Ahora se proyecta exponer la información concerniente a la extracción del flujo de vapor desde la solución regenerada y su uso para eliminar parte del CO<sub>2</sub> y/o otros gases de ácido contenidos en la propia solución.

25. Quizás esta ventaja es la más importante en la presente invención, en virtud del hecho de que el mejor grado

30.

de regeneración que así se alcanza, requería, de acuerdo con el estado conocido del arte hasta el presente, el suministro de carga del doble de la cantidad de calor a la columna de regeneración.

5. El perfeccionamiento regenerativo arriba mencionado en soluciones regeneradas al utilizar el calor contenido en las mismas soluciones es un nuevo hecho y uno que no se registrado en el arte previo, y además es sorprendente en sí mismo y asimismo en virtud del hecho de que el calor extraído de la solución y consumido por el perfeccionamiento antes citado puede en ciertos casos incluso ser menor que el que debe suministrarse normalmente a una columna de regeneración convencional con objeto de alcanzar el mismo efecto.
10. Realmente, como se reivindica en la presente invención, el perfeccionamiento arriba citado en el grado de regeneración requiere que las soluciones de carbonato alcalino contengan particularmente activadores efectivos (preferentemente activadores de una naturaleza ácida tal como  $As_2O_3$ , glicina (amino ácidos) y similares); además requiere la extracción del vapor de la solución regenerada caliente o hirviente para que se hidrálise con el aparato especial que se sugerirá y describirá a continuación o el otro aparato que es el objeto de la solicitud de patente italiana número 51.679 A/69 de 2 de mayo de 1969 que es una patente ligada con la presente.
15. 1) - Uno de los métodos más sencillos y fácilmente aplicados de extraer el flujo de vapor de la solución regenerada caliente o hirviente es el de expandir la propia solución desde una presión sobreatmosférica a una presión cerca de la atmosférica.
- 20.
- 25.
- 30.

.. 6 -  
372407



Este es el caso que surge en la práctica industrial, cuando la columna de regeneración está funcionando a presión sobreatmosférica con objeto de producir suministro  $\text{CO}_2$  sobrecomprimido, como es ideal si el  $\text{CO}_2$  se propone para la producción de urea. Generalmente, es seleccionada una presión de aproximadamente de 2 a 2,5 atmósferas. En tal caso, una solución de carbonato alcalino simple o activada hierve a una temperatura de aproximadamente 125 a 130°C y lleva a la columna de regeneración a la temperatura arriba mencionada.

Se presenta un caso similar, incluso si la columna de regeneración es una columna con placas que, como es bien conocido, da elevación en un incremento en presión en la parte inferior de la columna de regeneración y una elevación consiguiente en la temperatura de ebullición de la solución. En estos casos, el flujo de vapor se extrae fácilmente de la solución regenerada al ocasionar que la misma solución se expanda a presión atmosférica sin necesidad de aparatos mecánicos o similares que se requieren sin embargo en los otros casos antes descritos.

El efecto regenerativo que se obtiene al extraer el flujo de vapor de la solución ha sido el objeto de experimentos conducidos apropiadamente en los que se han utilizado las soluciones absorbentes más conocidas y más importantes, tal como las soluciones de arsenito potásico, soluciones de carbonato alcalino activado por la adición de glicina o por la adición de DEA, soluciones de carbonato potásico simple, soluciones de monoetanolamina y de otras etanolaminas.

Las soluciones antes citadas se han utilizado en experimentos a temperaturas en todos los casos reguladas

372407



inicialmente a 126°C, sometiéndose las soluciones a una reducción gradual y lenta en presión hasta que se alcanza la presión atmosférica.

- El método mejor y más sencillo utilizado en los experimentos fué el de pasar la solución regenerada a la temperatura inicial de 126°C al fondo de un recipiente preferentemente provisto con material de relleno y lleno de líquido a una altura de 8 a 10 metros. La solución, que se eleva a lo largo del recipiente antes citado, reduce su presión al mantenerla con la caída en la altura de líquido y progresivamente y gradualmente desarrolla un flujo de vapor. El período de estancia de la solución en el recipiente de expansión se ha regulado de forma que el vapor desarrolla y actúa en la solución en la misma manera y al propio tiempo a como lo realizaría en el intercambiador de calor de una columna de regeneración convencional. Se han utilizado otros métodos para el mismo propósito, como se describe en la solicitud de patente italiana núm. 51.679 A/69. Se obtuvieron los mejores resultados experimentales al descargar el CO<sub>2</sub> hacia el exterior como el vapor extraído de la solución (ver figura 7),. Otros experimentos comparativos se condujeron para cada solución y para cada caso, sin embargo ocasionándose la expansión simple e instantánea de la solución.
- Los resultados de los experimentos se indican en los diagramas 1, 2, 3, 4, 5, relativo cada uno a la solución de
- K<sub>2</sub>O = 200 g/l y As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 140 g/l ;  
K<sub>2</sub>O = 250 g/l y glicina = 50 g/l y 100 g/l ;  
K<sub>2</sub>O = 250 g/l y DEA = 30 g/l; portada simple

30. K<sub>2</sub>O = 250 g/l ; solución MEA = 25 mol/l, respectivamente.

372407



Las abscisas indican los grados iniciales de carbonación de la solución, y las ordenadas los grados finales de carbonación.

5. Como se indicó anteriormente, la temperatura inicial se reguló a  $126^{\circ}\text{C}$  y la temperatura final, en otras palabras, cuando la solución alcanza la presión atmosférica en la parte superior de la vasija de expansión, se muestra en los varios puntos en la propia gráfica.

10. En cada diagrama, la gráfica superior (línea de tramos) representa los resultados obtenidos al ocasionar en la solución la expansión simple e instantáneamente (destello normal); la gráfica inferior (línea continua) representa los resultados cuando la solución se expande como se ha indicado anteriormente (destello controlado).

15. Así, por ejemplo (ver diagrama 1), una solución de arsenito potásico, 200 gramos/litro de  $\text{K}_2\text{O}$  y 140 gramos/litro de  $\text{As}_2\text{O}_3$ , con una temperatura inicial de  $126^{\circ}\text{C}$  y 20% de carbonación (punto a), que se expande a solución atmosférica sencilla e instantáneamente, mejora su grado de carbonación a 18,5% (punto b), enfriado a  $100,5^{\circ}\text{C}$ , de forma que el efecto regenerativo es virtualmente despreciable. Por otra parte, cuando la solución se expande por el método antes especificado, la solución mejora su grado de regeneración a 3,5% y se enfría a  $104^{\circ}\text{C}$ .

25. Este resultado es extremadamente interesante y es de mayor importancia práctica a causa de que el 3,5% de grado de carbonación así obtenido hace posible alcanzar con un ciclo de etapa única un grado de pureza que en general es solamente obtenido al utilizar un ciclo de tres etapas a causa de que es suficiente en una instalación in-

30.

- 11 -  
372407



dustrial regenerar la solución a un 20% de grado de carbonación el suministro externo de calor y luego mejorarlo a 3,5% al ocasionar que la solución se expanda gradualmente a presión atmosférica y por el uso del calor contenido en la propia solución. Esto hace posible reducir la cantidad de calor externo suministrado al intercambiador de calor de la columna de regeneración por aproximadamente la mitad.

5. El ahorro en calor obtenido como se ha indicado anteriormente en la presente invención se revela en el diagrama 6 que se refiere al uso de soluciones de arsenito potásico, que industrialmente se utilizan ampliamente.

10. En el diagrama, las abscisas representan el porcentaje de ahorro en el suministro de calor, las ordenadas representan el grado de carbonación de la solución antes de la expansión, mientras que el grado final de carbonación después de la expansión se marca sobre los varios puntos de la gráfica.

15. Así por ejemplo, una solución con un grado inicial de carbonación del 15 % y con una temperatura inicial de 126°C, que se obtiene a partir de una columna de regeneración a la cual se ha suministrado 21,500 kg-cal/m<sup>3</sup> de solución, se expande a presión atmosférica, obteniendo así un 2% de grado de carbonación (punto a en el diagrama).

20. Este grado de carbonación requeriría el suministro de 40,500 kg-cal/m<sup>3</sup> de solución de calor a la columna de regeneración. Por consiguiente, el suministro de calor se reduce de 40,500 a 21,500 kg-cal/m<sup>3</sup> de solución, en otras palabras por el 48% (punto b del diagrama siguiendo las líneas de tramos).

25. Los diagramas 2, 3, 4 y 5 se refieren al uso de otros

372407



tipos de soluciones absorbentes, mostrándose éstas en los diagramas respectivos, en otras palabras soluciones de carbonato potásico que incorporan varios activadores o soluciones de monoetanolamina.

5. Al comparar los resultados mostrados en los diagramas arriba citados, se revela que el efecto regenerativo es una propiedad que adquieren las soluciones de carbonato alcalino cuando se adicionan activadores. El efecto regenerativo es en su máximo para soluciones de carbonato alcalino activados mediante la adición de  $As_2O_3$ ; por tanto se reduce en forma casi desdeñable para soluciones activadas por 100 gramos/litro de glicina, luego se vierte a gotas de nuevo para soluciones activadas con 30 gramos/litro de glicina; el goteo continua para soluciones activadas mediante DEA y soluciones de carbonato ordinarias. Las soluciones de etanolamina tienen asimismo un efecto regenerativo.

Finalmente, es de observar que la expansión simple e instantánea no produce un efecto regenerativo notable y en efecto las líneas de tramos que se refieren a la expansión simple no están substancialmente alejadas de las líneas de puntos que sobre tal diagrama indican que la solución no sufre efecto regenerativo durante la expansión.

- 2) - Otro método de extracción del flujo de vapor a partir de la solución regenerada en caliente o hirviente es el expansionado de la solución a una presión por debajo de la atmosférica. Este es el caso con una solución regenerada en una columna de regeneración que funciona a una presión virtualmente igual a la presión atmosférica. La solución que en tal caso se coloca a temperaturas de 105 a 115°C, se extrae de la columna de regeneración y se expende en

372407



una zona o cámara de expansión o vaporización en la que se aplica una presión negativa por medio de una bomba de vacío u otros medios mecánicos apropiados y oportunos, preferentemente que tienen un eyector, en el que se introduce la solución agotada que sale de la columna de absorción bajo presión, utilizándose la energía que contiene como se describe en la solicitud de patente española núm. 372.606 que está ligada con la presente patente.

5. Otro método de producir un vacío y sugerido en la presente invención es el de utilizar en un eyector, los gases de purga de la síntesis de  $\text{NH}_3$  o metanol, siendo aprovechable estos gases a una presión de 100 a 300 atmósferas.

10. Como se especificará más adelante, la aplicación de vacío a la solución y la extracción de un flujo de vapor de la solución no requiere consumo de energía si, como se reivindica en la presente patente, el propio vapor es pasado dentro de una zona de temperatura más fría y posiblemente una zona en la que la solución agotada más fría está presente, que condensa consecuentemente el vapor y se convierte en recalentado. Información más detallada, particularmente con respecto al  $\text{CO}_2$  y/o otros gases ácidos que acompañan al vapor, se da en la sección siguiente.

15. En este caso, asimismo, como en el presente caso 1, se realizaron experimentos demostrativos y comparativos, utilizando las soluciones absorbentes más conocidas y más importantes descritas en la solicitud de patente italiana nº 51.679 A/69, que repetimos, está ligada con la presente patente.

20. Por razones de conveniencia operativa, la temperatura



372407

inicial de la solución se fijó en 102°C y la temperatura final, que actúa apropiadamente sobre el grado de vacío, se fijó a unos 80-85°C, que es la temperatura considerada más apropiada para soluciones de carbonato alcalino simple o activado a ser pasadas por la parte superior del absorbedor.

5.

Los resultados obtenidos por los experimentos son completamente análogos a aquellos en el caso primero excepto por el hecho de que el efecto regenerativo se ha probado que es ligeramente menor, lo que debe atribuirse al hecho de que en este caso la temperatura en los experimentos fue inferior lo que reduce el coeficiente de transferencia Kga.

10.

Por vía de ilustración de las exposiciones precedentes, el diagrama 13 muestra los resultados relativos a una solución de arsenito potásico; estos resultados son en muchos aspectos similares pero ligeramente inferiores a los del diagrama I.

15.

Asimismo en este caso, como en el caso previo primero, el efecto regenerativo está en su máximo para las soluciones de arsenito potásico, decreciendo luego para los otros tipos de soluciones menos activadas; desciende aún ulteriormente para las soluciones de carbonato simples. Por otra parte las soluciones de etanolamina tienen en este caso un menor efecto regenerativo que en el caso primero precedente y este debe atribuirse a la temperatura más inferior en la que se elabora la solución.

25.

3) - Otro método de extraer el flujo de vapor de la solución regenerada en caliente o hirviendo es la de tratar la propia solución con gases desorbentes, dándose naturalmente preferencia al uso de gases que son compatibles químicamente con la solución de forma que no ocasionen alteraciones o descom-

30.

372407



posición química de la propia solución. Particularmente indicado para el propósito son los gases de purga de la síntesis de  $\text{NH}_3$  o metanol, residuos de gas de aparatos de fraccionado, y gases combustibles cuando están exentos de oxígeno y  $\text{H}_2\text{S}$ .

5. Para este caso, asimismo, se realizaron experimentos demostrativos y comparativos, utilizándose los varios tipos de soluciones absorbentes conocidos hasta hoy en la práctica industrial.

10. En los experimentos, la solución tenía una temperatura inicial de  $102^\circ\text{C}$ . Esta temperatura se eligió por conveniencia operativa, en otras palabras a causa de que se alejaba del punto de ebullición de la propia solución. Sin embargo, en la práctica industrial, las soluciones regeneradas son en general a una temperatura entre  $105$  y  $115^\circ\text{C}$  y por consiguiente, sobre esta base, los resultados obtenidos serán mejores que los obtenidos en los experimentos aquí descritos.

15. La solución se introdujo en la parte superior de una columna provista de un material de relleno, en la parte inferior de la cual se introdujo un flujo de gas inerte (nitrógeno) en un principio de contracorriente, variándose la cantidad de gases inertes sobre 5 a 10 veces la cantidad de solución.

20. Sin embargo se estableció que la mejor proporción de solución a gases inertes era 1 : 5, particularmente cuando el vapor extraído de la corriente de gas se utilizaba para calentar la solución agotada.

25. El gas inerte se suministra a temperatura ambiente y el procedimiento experimental se reguló de forma que el gas inerte enfriada la solución a una temperatura de  $80$  a  $84^\circ\text{C}$ .
30. Para este propósito, el flujo de solución se reguló apropia-

372407



damente con respecto al volumen y altura de la columna.

Los experimentos se realizaron por cada tipo de solución y se muestran en diagramas 7, 8, 9, 10 y 11.

En los citados diagramas, las abcisas representan los grados iniciales de carbonación de la solución, mientras que las ordenadas representan los grados de carbonación obtenidos al final del experimento.

Asimismo, indicado en las gráficas en los varios diagramas están las temperaturas de las soluciones al dejar la columna y asimismo indicado, entre corchetes, están las temperaturas del gas inerte cargado con  $H_2O$  y  $CO_2$  que sale de la parte superior de la columna (en otras palabras la temperatura del punto de rocío).

Los resultados expuestos en los diagramas susodichos son análogos o similares a los obtenidos experimentalmente en el caso I, después de controlado, excepto para una ligera caída debido al hecho de que el coeficiente de transporte de la solución disminuye ligeramente en virtud de la temperatura más baja de estos experimentos en comparación con aquellos del caso primero.

En este caso, debo asimismo observarse que el efecto regenerativo alcanzado con la corriente de gases inertes es máxima para las soluciones de arsenito potásico y luego disminuye gradualmente para las otras soluciones. Incluso las soluciones LEA tienen un efecto regenerativo substancial.

Además se realizaron experimentos complementarios para averiguar la forma en que el grado de carbonación de la solución varía cuando el calor se extrae de la solución, la temperatura inicial de la cual es  $102^{\circ}C$ , en otras pala-



bras como se enfría la solución. Estos resultados se indican en el diagrama 14 y se refieren al uso de una solución de arsenito potásico preseleccionada por los experimentos en virtud de su amplio uso industrial.

5. Ahora se proponen en el presente e ilustran los varios métodos, el objeto de la presente invención, por lo que el vapor, después de haber sido extraído de la solución regenerada en caliente o hirviendo, junto con el  $\text{CO}_2$  y/u otros gases ácidos contenidos en la propia solución, se utiliza para calentar la solución agotada.

Es de subrayar y significativo dos características, d) y e), que son características específicas de los dos métodos arriba citados :

15. d) - El paso de vapor de una solución a la otra es espontáneo y no requiere consumo de energía (aunque teóricamente esto debe presentarse) hasta el momento en que la solución regenerada está a una temperatura o mejor una tensión de vapor en  $\text{H}_2\text{O}$  mayor que la de la solución agotada que recibe el propio vapor. Esto es conocido en la industria y un
20. entendido en el arte comprende que el método arriba citado es completamente diferente del de extracción de vapor de la solución regenerada por medio de un termocompresor y comprimirlo con este aparato hasta una presión suficiente y temperatura suficiente para la utilización, por ejemplo en la
25. parte inferior de la columna de regeneración. En tal caso, en efecto, existe un consumo de energía que no se presenta en esta invención.

30. Sin embargo, debe observarse que el vapor extraído de la solución regenerada contiene, como se indicó previamente, una cierta cantidad de  $\text{CO}_2$  y/u otros gases ácidos

- 18 -  
372407



que modifican el fenómeno y requiere un consumo de energía por paso de una solución a la otra. Sin embargo, la cantidad de energía envuelta es totalmente pequeña como se indicará al final de la sección g) más adelante.

5. e) - Durante el curso de estudios y experimentos conducidos apropiadamente, se ha encontrado que el calor dado por la solución regenerada a la solución agotada a través del paso del chorro de vapor, como se indicó anteriormente, se utiliza en su mayor parte y más convenientemente que el previsto por el intercambiador de calor hasta hoy empleado en la industria. Esto es debido al hecho de que para paridad de temperaturas alcanzadas en calentar, la solución agotada elimina una mayor cantidad de  $\text{CO}_2$  y/u otros gases ácidos y por consiguiente se alimenta dentro de la columna de regeneración bajo condiciones más favorables para su equilibrio térmico.

20. En efecto, en el estado hasta hoy conocido del arte, el intercambiador de calor calienta la solución agotada cuando está aún bajo la presión a la cual sale del absorbedor; subsiguientemente, la solución se expande a la presión del generador y, como es bien conocido, el calor consumido en esta expansión se consume principalmente con objeto de desarrollar vapor de agua, siendo éste un fenómeno físico muy rápido, y en una menor cantidad para el desarrollo de  $\text{CO}_2$
25. que se regula mediante reacciones químicas que son conocidas como lentas. Finalmente, la relación de vapor de  $\text{H}_2\text{O}/\text{CO}_2$  está en exceso considerable de equilibrio.

30. Sin embargo, al emplear el método de calentamiento de acuerdo con la presente invención, el vapor de agua extraído de la solución regenerada se condensa sobre la solución ago-

372407



tada, calentándola, y el  $\text{CO}_2$  se expulsa gradualmente cuando se verifica el calentamiento y finalmente la relación de vapor  $\text{H}_2\text{O}/\text{CO}_2$  desgasificado está muy ajustada a la de equilibrio. Esto revela una mejor utilización del calor, como se ha establecido y comprobado mediante experimentos apropiados.

5.

Los citados experimentos consisten en reproducir las condiciones de operación del método que es el objeto de la presente invención, al pasar efectivamente un flujo calefactor de  $\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{CO}_2$  en varias proporciones, en contraste directo con una solución agotada, en otras palabras una solución con un elevado grado de carbonación. Por razones de conveniencia operativa, el experimento se realizó a presión atmosférica.

10.

Los resultados se indican en el diagrama 12, en el que las ordenadas representan las temperaturas de la corriente calefactoria y las abcisas representan el grado de carbonación al cual llega la solución después de un cierto tiempo. Las gráficas en el propio diagrama se prefieren respectivamente a las soluciones de arsenito potásico, 200 gramos/litro de  $\text{K}_2\text{O}$  y 140 gramos/litro de  $\text{As}_2\text{O}_3$ , soluciones de carbonato potásico, 250 gramos/litro de  $\text{K}_2\text{O}$  y una solución activada como glicina en la relación de 50 gramos/litro y a una solución de 2,5 moles/litro de MEA. Como es bien conocido, la temperatura de la corriente calefactora depende de y determina la relación de  $\text{H}_2\text{O}/\text{CO}_2$  que en el punto de rocío. Así por ejemplo, haciendo referencia a la solución de arsenito potásico, una corriente calefactora a una temperatura de  $90^\circ\text{C}$ , en otras palabras con una relación de  $\text{H}_2\text{O}/\text{CO}_2$  igual a 2,3 (punto a en el diagrama), regenera la solución a un 29% de grado de carbonación (punto c en el diagrama).

15.

20.

25.

30.

372407



- Por experimentos, se conoce asimismo que la solución adquiere correspondientemente una temperatura de  $94^{\circ}\text{C}$  aproximadamente (punto b del diagrama); y aquí es importante observar que de observaciones experimentales repetidas realizadas para este propósito, se revela que el flujo de vapor +  $\text{CO}_2$  caliente la solución a una temperatura más elevada que la suya particular. Esto es un hecho que probablemente no se conoce ampliamente por los entendidos en el arte. Para mayor claridad, se realizó un experimento que implicaba
5. una solución salina, que hierve a  $105^{\circ}\text{C}$ , como un ejemplo, que emite vapor a una temperatura de  $100^{\circ}\text{C}$ , que es la temperatura de ebullición del disolvente puro; un flujo de vapor puro, saturado a  $100^{\circ}\text{C}$ , tiende a calentar una solución salina hacia  $105^{\circ}\text{C}$  y así a una temperatura en exceso de  $100^{\circ}\text{C}$ .
- 10.
15. Haciendo ahora referencia al ejemplo dado anteriormente que concierne a una solución de arsenito potásico, se ha observado efectivamente que en la práctica industrial, una solución de arsenito regenerada y calentada a  $110^{\circ}\text{C}$ , calienta la solución agotada hasta de 100 a  $102^{\circ}\text{C}$ . Esta
20. última, expandiéndose subsiguientemente antes de entrar en la columna de regeneración o en su parte superior, se enfría a aproximadamente  $95^{\circ}\text{C}$ , para se regenera solamente hasta de 44 a 48% en lugar de 29% como en el ejemplo antes descrito de aplicación del presente método.
25. f) - Las consideraciones promovidas en las dos secciones previas d) y e) hacen posible establecer cierto criterio como la forma apropiada de aplicación de los varios métodos de la presente invención.
30. Como se indicó en el inicio de la descripción, la corriente de vapor extraída de la solución regenerada, además de eliminar una parte del  $\text{CO}_2$  y/u otros gases ácidos

372407



contenidos en la propia solución (siendo este el objeto básico) puede utilizarse asimismo para calentar la solución agotada con la cual se lleva a contacto directo, eximiendo así la necesidad del intercambiador de calor hasta ahora utilizado en las técnicas conocidas.

5.

Los dos objetos pueden alcanzarse separada o conjuntamente de acuerdo con el tipo de soluciones utilizadas y el ciclo operativo en el que se utilizan.

10.

En muchos casos, la extracción de vapor de la solución regenerada tiene un efecto regenerativo substancial, eliminando cantidades substanciales de  $\text{CO}_2$  y/u otros gases ácidos contenidos en la propia solución (siendo este el objeto básico) puede utilizarse asimismo para calentar la solución agotada con la cual se lleva a contacto, directo, eximiendo así de la necesidad del intercambiador de calor hasta ahora utilizado en las técnicas conocidas.

15.

Los dos objetos pueden alcanzarse separada o conjuntamente de acuerdo con el tipo de soluciones utilizadas y el ciclo operativo en el que se utilizan.

20.

En muchos casos, la extracción de vapor de la solución regenerada tiene un efecto regenerativo substancial, eliminando cantidades substanciales de  $\text{CO}_2$  y/u otros gases ácidos de la propia solución, haciendo posible no solamente reducir considerablemente el suministro de calor necesario para el funcionamiento del ciclo, sino asimismo llegar, en una etapa de trabajo, a un grado de pureza en la mezcla gaseosa que en general se obtiene con una instalación de dos etapas. Todo esto se ha demostrado previamente.

25.

30.

Esto se verifica en casos de soluciones fuertemente

372<sup>22</sup>407



activadas, tal como es el caso típico con soluciones de arsenito, o en caso de soluciones marcadamente regeneradas, en la propia columna de regeneración actual.

5. En contraposición, las cantidades considerables de CO<sub>2</sub> y/u otros gases ácidos desorbidos, que acompañan el vapor, rebajan el punto de rocío del flujo calefactor y lo hacen menos apropiado para calentar la solución agotada. Además, el paso de CO<sub>2</sub> requiere un fuerte consumo de energía lo que no se verifica en el caso del vapor.
10. Las soluciones de este tipo se utilizan ventajosamente en ciclos óptimos o isotérmicos, en los que el intercambiador de calor no existe o no es necesario. Ejemplos particulares de esta aplicación se dan en los ejemplos 1, 3, 6. En estos, se ha encontrado apropiado que el flujo de vapor extraído de la solución regenerada se condense en refrigeradores apropiados o se descargue al exterior.
15. Viceversa, las soluciones en las que el efecto regenerativo es pobre y en otras palabras en que el vapor extraído de la solución regenerada está acompañado por pequeñas cantidades de CO<sub>2</sub>, ofrece las mejores condiciones para calentar la solución agotada y para la abolición parcial o total del intercambiador de calor. Este es el caso con soluciones no activadas, tal como soluciones de carbono simple o soluciones de etanolamina y en general las soluciones que se regeneran fuertemente en el regenerador apropiado.
20. Estas soluciones utilizadas específicamente para absorción de H<sub>2</sub>S son en la mayoría apropiadas para este caso, en que los volúmenes de H<sub>2</sub>S absorbidos por volumen de solución son en la mayoría de casos de una pequeña cantidad y por consiguiente el vapor extraído de la solución regenerada está en una concentra-
- 25.
- 30.

372407



ción muy elevada.

Las soluciones arriba mencionadas se prefieren en ciclos convencionales y en efecto en aquellos ciclos en los que existe una diferencia en temperatura entre la fase de absorción y una fase de regeneración y en otras palabras en ciclos en que el intercambiador de calor se ha utilizado hasta el presente.

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- Son particularmente ventajosos los casos en que pueden utilizarse al propio tiempo las dos ventajas antes citadas. Ejemplos de estos casos se dan en los ejemplos 2, 4, 5. g) - En la aplicación práctica de la presente invención, el vapor que se extrae de la solución regenerada se lleva a contacto con la solución agotada mediante aparatos mezcladores (zona de mezcla o de recalentado) de forma que esto puede verificarse en una etapa simple, como es suficiente en la mayoría de casos, o en una pluralidad de etapas decisivas si se desea que la solución agotada se caliente a una temperatura ajustada a la de la solución regenerada. Esto puede realizarse con el aparato mostrado en la figura 7, o con aparatos similares que son fácilmente utilizables a los entendidos en el arte. En el caso del aparato de la figura 7, el flujo de vapor se extrae de la solución regenerada en etapas sucesivas, en donde la última es ascendida a lo largo de la columna mostrada a la derecha de la figura; el vapor extraído de cada etapa individual es pasado a la solución agotada que sale del absorbedor y que desciende a lo largo de la columna mostrada a la izquierda de la figura, en un número igual de etapas que son sucesivas respectiva y correspondientemente. Si la solución agotada se utiliza para producir vacío en un eyector, el propio eyector realiza la mezcla de vapor

372407<sup>24</sup>



con la solución (en una etapa única o con múltiples eyectores. Sin embargo, en muchos casos el eyector simple es suficiente para alcanzar el propósito (ver figura 2).

5. En otras palabras, cuando la solución regenerada se elabora con la corriente de gases inertes, el paso de calor desde la solución regenerada a la solución agotada se verifica vía dos zonas, generalmente dos columnas provistas con material de relleno o bien otro aparato similar, atravesando respectivamente por la solución regenerada y
10. y por la solución agotada; la corriente de gases inertes pasa primero a través de la zona calefactoria o de vaporización que es atravesada por la solución regenerada, donde se calienta y humidifica a expensas del calor extraído de la solución regenerada y subsiguientemente pasa dentro de la
15. zona calefactora o de mezcla que es atravesada por la solución agotada en la que calienta la propia solución, condensando el vapor arrastrado y al propio tiempo produciendo una prerregeneración de la solución agotada como se indica en la figura 5 y en el ejemplo 5.
20. En la aplicación práctica de la presente invención, se observa que la solución regenerada, en referencia a los casos 1 y 2, en los que el vapor se extrae por descompresión, esto se verifica a una presión más baja que la solución agotada. En este caso, si no se desea el uso del eyector,
25. es necesario utilizar unos medios de propulsión mecánicos que se sitúan en general entre una columna y la otra como se indica en la figura 4.
30. Como se observó previamente, el paso de vapor desde una solución a la otra no consume energía, mientras que la energía se consume en el paso del CO<sub>2</sub> que acompaña al va-



por extraído de la solución regenerada. La cantidad de energía consumida es pequeña.

- En efecto, incluso con el objeto de guiar un entendido en el arte, en realizar su elección entre los criterios arriba citados de forma apropiada, es de señalar que el gasto de energía por paso del CO<sub>2</sub> que acompaña al vapor, desde la solución regenerada a la solución agotada, se calcula periódicamente en 0,013 Kw/hora x 1000 calorías en el caso de una solución de arsenito alcalino que, expandiendo de 126°C a 104°C, se regenera desde un nivel de 20% de carbonación a 3,5%, desarrollando un flujo calefactor con una proporción de vapor de H<sub>2</sub>O/CO<sub>2</sub> de 5,4.
5. 10.

- Por otra parte, en el caso de una solución de monoetanolamina de 2,5 mol/litro, que expande desde 126°C a 140°C, regenerando desde 20% de carbonación a 15%, el consumo de potencia se calcula en 0,0047 Kw/hora por 1000 calorías transportadas desde una solución a la otra.
- 15.

- h) - Finalmente, debe observarse que, como se ha indicado ya varias veces, la extracción del chorro de vapor enfría la solución regenerada. Como es bien conocido al entendido en el arte, esto tiene la ventaja de que la solución es pasada a la columna de absorción, eliminando parcial o totalmente el refrigerador.
- 20.

- i) - La presente invención puede aplicarse obviamente asimismo a los ciclos de dos etapas. La figura 8 muestra una aplicación de la presente invención a un ciclo de dos etapas, en el que las soluciones regeneradas en la primera y segunda etapas son tratadas con un flujo de gases inertes con objeto de mejorar su grado de regeneración.
- 25.

- A continuación se darán ejemplos de aplicación prác-
- 30.

372407



tica en la presente invención.

El ejemplo siguiente se refiere a un caso de aplicación práctica como se indica en 1.

5. 1) - Con referencia a la figura 1, una instalación para eliminar  $\text{CO}_2$  de un gas a 28 atmósferas con una concentración inicial de 18% de  $\text{CO}_2$  se lava con una solución de arsenito alcalino que consta de 200 gramos/litro de  $\text{K}_2\text{O}$  y 140 gramos/litro de  $\text{As}_2\text{O}_3$ .

10. La solución agotada que sale de la parte inferior del absorbedor es pasada a la parte superior de la columna de regeneración R, operando a 8 atmósferas, donde se regenera a un nivel de 20% de carbonación mediante el suministro de 21,000 kilo-calorías/ $\text{m}^3$  de solución.

15. La solución regenerada es extraída de la parte inferior del regenerador a una temperatura de  $126^\circ\text{C}$  que es la temperatura de ebullición que corresponde a la presión de trabajo del propio regenerador, y se pasa subsiguientemente a la columna de expansión C que en el diagrama 1 se sitúa a la izquierda de la columna de regeneración R. Esta columna está equipada con placas o material de relleno y se rellena a aproximadamente 8 metros mediante la misma solución. Esta última, cuando se eleva a lo largo de la columna, desarrolla vapor gradual y progresivamente, que elimina parte del  $\text{CO}_2$  contenido en la solución.

20. Cuando se completa la expansión, en la parte superior de la columna C, la solución ha alcanzado un grado de 3,5% de carbonación y su temperatura es del  $105^\circ\text{C}$ .

25. La solución se extrae de la parte superior de la columna de expansión por medio de la bomba P y es realimentada a la columna de absorción A enfriada apropiadamente mediante un re-
- 30.

372407



frigorador subsiguiente en una corriente solamente o en corriente diluida de acuerdo con la purificación requerida.

5. Luego la solución pasa a través de la columna de absorción desde la parte inferior de la cual se extrae con un grado de carbonación de 66,5% y se pasa directamente a la columna de regeneración.

10. Se observará que la solución se regenera en la columna de regeneración a un grado de carbonación del 20% mediante el suministro de calor en la extensión de 21,000 kg.cal/m<sup>3</sup> de solución, mientras que para obtener un grado de 3,5% de carbonación en la solución tal como sale de la columna de expansión C, sería necesario suministrar calor en la extensión de 37,400 kg.cal/m<sup>3</sup> de solución, en otras palabras virtualmente dos veces la cantidad.

15. En el ejemplo se ha mostrado que el suministro del calor en el intercambiador de calor se realiza al utilizar el gas del proceso, que sale del propio intercambiador de calor a una temperatura de aproximadamente 135°C. Se considera apropiado pasarlo a la misma temperatura a la parte inferior del absorbedor donde calienta la solución a una temperatura apropiada para el equilibrio térmico del regenerador.
- 20.

Se observará que la solución absorbe aproximadamente 30 partes de CO<sub>2</sub> por m<sup>3</sup> de solución, el calor consumido es 700 kg.cal./m<sup>3</sup> de CO<sub>2</sub> absorbido.

25. Se observará finalmente que el vapor extraído en la columna de expansión C contiene solamente una fracción de CO<sub>2</sub> absorbido. Por consiguiente, en alguno de los casos, cuando no es necesario recuperar todo el CO<sub>2</sub>, el vapor extraído de la columna de expansión puede ser pasado directamente a la atmósfera con una economía resultante en la me-
- 30.



372407

dida del refrigerador de CO<sub>2</sub>.

Las ventajas demostradas por el presente ejemplo residen básicamente en el hecho de que a) la purificación del gas se verifica en una única etapa y se alcanza un grado de pureza que, mediante las técnicas hasta hoy conocidas, requeriría un ciclo de dos etapas, b) el suministro de calor y por consiguiente la dimensión del intercambiador de calor son aproximadamente casi la mitad; asimismo la salida del regenerador se reduce consecuentemente; c) como se ha indicado anteriormente, el refrigerador de CO<sub>2</sub> puede hacerse asimismo más pequeño si no se requiere la recuperación total del CO<sub>2</sub> absorbido.

2 & 3 - Aquí se dan dos ejemplos paralelos de aplicación práctica, a lo largo de las líneas indicadas en la sección 2.

Los dos ejemplos se muestran en las figuras 3 y 4 respectivamente. Ambos se refieren a la descarbonación de una mezcla gaseosa que contiene 18% de CO<sub>2</sub> y a una presión de 29 atmósferas mediante una solución de arsenito potásico que contiene 200 gramos/litro de K<sub>2</sub>O y 140 gramos/litro de As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. En ambos casos, la solución se regenera en el regenerador R mediante el suministro de 26,400 kg.cal./m<sup>3</sup> de solución que corresponde a tener una solución regenerada con un grado de 10% de carbonación. En ambos casos, la solución regenerada, con una temperatura inicial de 110°C, se trata en la cámara de vaporización C de forma que se extraiga de ella una corriente de vapor que corresponda a enfriar la solución a aproximadamente 85°C, se obtiene así una mejora en el grado de regeneración de la solución a 2% (ver diagrama nº 13). Sin embargo se observa que en la práctica, se



372407

obtiene a menudo substancialmente mejores figuras.

- En el ciclo referido a la figura 3, la corriente de vapor así extraída se descarga al exterior sin utilizarse ulteriormente, mientras que la solución que sale de la zona de vaporización o cámara de vaporización C se pasa sin enfriarla ulteriormente (ya se enfrió a 85°C) a la parte superior del absorbedor A donde purifica la mezcla gaseosa por debajo de 0,1% de CO<sub>2</sub>. La solución, descendiendo a través del absorbedor se calienta mediante el calor de reacción y mediante el contenido de calor del gas (suministrada a 120°C, que es la temperatura a la cual abandona el intercambiador de calor) hasta 98°C, alcanzando un grado de carbonación de 64% y pasándose directamente al regenerador. En concordancia con la variación en el grado de carbonación, 64% → 2%, la carga que contiene la solución es 29,5 partes de CO<sub>2</sub> por parte de solución y el consumo de calor es 895 kg.cal/m<sup>3</sup> nominal de CO<sub>2</sub>.
- 5.
- 10.
- 15.

- En el ciclo referido en la figura 4, por otra parte, la corriente de vapor extraída de la cámara C se pasa a la cámara C' donde se utiliza para calentar la solución agotada que se origina en el fondo del absorbedor A. Por consiguiente, ha sido posible disminuir la temperatura de absorción y en efecto la solución regenerada se enfría por debajo de 58°C en el refrigerador F y pasa a la parte superior del absorbedor A, donde se purifica la mezcla gaseosa por debajo de 0,05% de CO<sub>2</sub>; cuando desciende a través del absorbedor se calienta hasta 80°C mediante el calor de reacción y mediante el calor en la mezcla gaseosa que se suministra a 120°C, y alcanza un grado de carbonación de 73,5%; finalmente pasa dentro de una cámara C' donde se calienta me-
- 20.
- 25.
- 30.

372<sup>30</sup>407



5. mediante la corriente de vapor que sale de la cámara C; subsiguientemente se pasa dentro del regenerador. En concordancia con la variación en el grado de carbonación de 73,5 a 2%, la carga en la solución es de 34 partes de CO<sub>2</sub> por parte de solución y el consumo de calor es 770 kg.cal/m<sup>3</sup> nominal de CO<sub>2</sub>.

10. Con objeto de extraer la corriente de vapor de las cámaras de vaporización, se utilizaron bombas de vacío, indicadas por las letras de referencia M1, M2, aplicándose las citadas bombas en las corrientes de vapor que salen de las cámaras de vaporización.

Las ventajas de la presente invención, expuestas claramente por los dos ejemplos siguientes, pueden resumirse como sigue :

15. a) - Reducción en el calor de regeneración; el calor requerido para regenerar 1 m<sup>3</sup> de solución a un grado de carbonación de 10% es 26,400 kg.cal., mientras que el calor requerido para regenerarla por debajo de 2% de carbonación es 40,500 kg.cal. La invención permite a la solución ser regenerada por debajo de 2% de carbonación mediante la cantidad de calor requerida normalmente para alcanzar el 10% de carbonación. Esto representa un ahorro de 14,100 kg.cal./m<sup>3</sup> de solución, en otras palabras aproximadamente el 35%.
20. b) - El ciclo de etapa única es suficiente para alcanzar la purificación de 0,05 a 0,1% de CO<sub>2</sub>, con un consumo de calor substancialmente por debajo de 1.000 kg.cal./m<sup>3</sup> nominal de CO<sub>2</sub>; en las técnicas conocidas, esto precisa un ciclo de dos etapas. Esta ventaja es obviamente de importancia fundamental.
25. c) - Se observará que en el ejemplo 3 se emplea un ciclo convencional en que la temperatura de absorción es substancialmente menor que la temperatura de regeneración, se elimina el
- 30.

372<sup>31</sup>407



intercambiador de calor entre la solución regenerada y la solución agotada.

Por otra parte, el ejemplo 2 utiliza el ciclo óptimo como se indicó en el inicio de la presente descripción.

5. 4 - El ejemplo 4 se refiere a una realización práctica en la que se utiliza el eyector.

10. La realización de este ejemplo es enteramente similar al ejemplo 3 referido anteriormente. Con referencia a la figura 2, el eyector 1 reemplaza la bomba de vacío M1 y la cámara mezcladora C1 en la figura 4. En ello, como comprenderá fácilmente el entendido en el arte, la solución agotada que se origina en el absorbedor, atraviesa el eyector 1 en el que crea una presión negativa que es ejercida sobre la cámara de evaporización C de la cual extrae una corriente de vapor que se mezcla en el propio eyector y en la cámara subsiguiente de forma que caliente la solución antes de que esta última se introduzca dentro de la columna de regeneración.

15. Los detalles restantes concernientes al funcionamiento de la instalación son similares a los expresados en el ejemplo 3.

20. 5 & 6 - Aquí se dan dos ejemplos paralelos que se refieren al caso en que la corriente del vapor se extrae por medio de una corriente de gas inerte.

25. Los dos ejemplos se muestran respectivamente en las figuras 5 y 6. Ambos se refieren a la descarbonación de una mezcla gaseosa que contiene 21% de CO<sub>2</sub> a una presión de 36 atmósferas, utilizando una solución de arsenito potásico que contiene 200 gramos/litro de K<sub>2</sub>O y 140 gramos/litro de As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. En ambos casos, la solución se regenera en el regenerador R mediante el suministro de 21,600 kg.cal/m<sup>3</sup> de so-

30.

372<sup>32</sup>407



lución que corresponde a tener una solución regenerada a un contenido del 15% de CO<sub>2</sub>.

5. La solución extraída de la parte inferior del regenerador se trata mediante una corriente de gases inertes con los que se lleva en contacto íntimo y directo en la cámara de vaporización C en la que se enfría la solución por debajo de 85°C y se regenera a un 4% de contenido de CO<sub>2</sub>. Durante este tratamiento, se ha establecido que es necesario utilizar 4 m<sup>3</sup> de gas inerte por m<sup>3</sup> de solución y se observe que
10. esta cantidad de gas inerte es fácilmente utilizable en el residuo de la síntesis de amoníaco. (En otras palabras el residuo que se utiliza para evitar la acumulación de metano u otros gases inertes en los gases que circulan en la planta de sintetización).
15. De acuerdo con el ciclo ilustrado en la figura 6, la solución que, tras tratamiento con los gases inertes, se regenera a un grado de carbonización del 4% y se enfría por debajo de 85°C, se pasa directamente y con omisión ulterior de la refrigeración a la columna de absorción A donde se alcanza un grado de purificación de 0,10% de CO<sub>2</sub>. Subsiguientemente, la solución desciende a través del absorbedor, alcanzando en la parte inferior una temperatura de 98°C debido al calor de reacción y al calor contenido en el gas a ser purificado, que es alimentado a una temperatura de 120°C
20. cuando sale del intercambiador de calor. Finalmente, la solución a esta temperatura se pasa directamente dentro de la columna de regeneración, completando el ciclo. Los gases inertes, por otra parte, tras ser tratados en contacto íntimo y directo con la solución agotada en la cámara C, se descargan al exterior.
- 30.

372407



La solución que en la parte inferior del absorbedor, alcanza un grado de carbonación del 71%, tiene una carga de 32 partes de  $\text{CO}_2$  por parte de solución; el consumo de calor es de 575 kg.cal./m<sup>3</sup> de  $\text{CO}_2$ .

5. De acuerdo con el ciclo ilustrado en la figura 5, por otra parte, los gases inertes, tras haber sido llevados en contacto íntimo y directo con la solución regenerada en la forma C, de la cual salen calentados y humidificados, con pasador dentro de la zona C' donde se utilizan para calentar la solución agotada que sale de la parte inferior del absorbedor. Esto ha hecho posible reducir ventajosamente la temperatura de absorción. Por consiguiente, la solución regenerada se enfría subsiguientemente desde 85°C a aproximadamente 60°C y pasa a la parte superior del absorbedor A
10. donde se purifica la mezcla gaseosa por debajo de 0,05% de  $\text{CO}_2$ ; subsiguientemente, descendiendo a través de la columna de absorción A, se calienta a 80°C debido al calor de reacción y el calor en la mezcla gaseosa. Subsiguientemente, se pasa dentro de la zona C' donde la corriente de gases inertes que se origina en C lo calienta a una temperatura de aproximadamente 94°C y elimina una cantidad de  $\text{CO}_2$ , regenerando la solución por debajo de un nivel de carbonación de 35%. Finalmente, pasa a la columna de regeneración.
- 15.
- 20.

25. En este ejemplo, la carga en la solución es de 37 partes de  $\text{CO}_2$  por parte de solución y el consumo de calor es de 585 kg.cal./m<sup>3</sup> de  $\text{CO}_2$ .

30. Es de observar que la corriente de gases inertes que han eliminado el  $\text{CO}_2$  tanto de la solución regenerada como posteriormente asimismo de la solución agotada se descarga a la atmósfera. Esto constituye una reducción en la

372407



cantidad de  $\text{CO}_2$  que sale del regenerador, utilizable para otros propósitos. En el primer caso, figura 6, la pérdida de  $\text{CO}_2$  es una fracción substancial del total mientras que en el segundo caso, figura 5, es solamente el 16,5%.

5. Como será conocido por un entendido en el arte, el primer caso representa la aplicación de un ciclo convencional en que, además de mejorar el efecto regenerativo obtenido por el tratamiento con gases inertes en la solución regenerada, asimismo es posible prescindir del intercambiador de calor entre la solución regenerada y la solución agotada; en el segundo caso, por otra parte, se aplica el ciclo óptimo en el que, además de mejorar el efecto regenerativo de las soluciones regeneradas, existe la ventaja de que las temperaturas de absorción varían entre 85 y 100° aproximadamente, acercándose ventajosamente a las temperaturas óptimas de absorción.
10. 7 - Este ejemplo se refiere al caso donde se utiliza una solución de monoetanolamina. En una instalación convencional de purificación de  $\text{CO}_2$  que emplea el ciclo convencional y que utiliza solución de monoetanolamina en una concentración de 2,5 moles/litro, se observa que la solución se pasa a la cabeza de un descargador a una temperatura de 96°C aproximadamente (205°F) y sale de la parte inferior del regenerador con un contenido de  $\text{CO}_2$  de 0,14 moles de  $\text{CO}_2$  por mol de MEA y a una temperatura de 120°C (248°F). Subsiguientemente la solución regenerada, que pasa a contracorriente a través de un intercambiador de calor, calienta la solución agotada que sale del absorbedor a una temperatura de 96°C, que se indicó anteriormente.
15. 20. La instalación arriba mencionada se modifica y per-
25. 30.

372407



fecciona como sigue :

- a) - La solución se regenera en la columna de regeneración a un contenido de  $\text{CO}_2$  de 0,18 moles de  $\text{CO}_2$  por mol de MEA con un chorro correspondiente en el suministro de calor al intercambiador de calor. Subsiguientemente, la solución se trata en una cámara de expansión que tiene presión negativa generada por una bomba de vacío y se enfría a aproximadamente  $100^\circ\text{C}$  ( $212^\circ\text{F}$ ), eliminando  $\text{CO}_2$ , y se obtiene un contenido de  $\text{CO}_2$  de 0,14 moles por mol de MEA, que era el nivel alcanzado en la instalación que actuaba mediante el sistema convencional.
- 5.
- 10.
- El vapor extraído por la bomba de vacío se lleva en contacto íntimo y directo con la solución agotada que sale del absorbedor calentándola a aproximadamente  $96^\circ\text{C}$ . En el caso de la solución que se origina en el absorbedor a una temperatura de aproximadamente  $85^\circ\text{C}$  ( $185^\circ\text{F}$ ) es adecuada una etapa única calefactora y mezcladora entre el vapor extraído y la solución agotada y esto es suficiente para que se elimine completamente el intercambiador de calor. Por otra parte, si la solución agotada sale del absorbedor a una temperatura inferior, aún es posible utilizar parcialmente el intercambiador o puede utilizarse un aparato para calentar y mezclar el vapor y la solución en etapas múltiples, como se indica en la figura 7.
- 15.
- 20.
- 25.
- Particularmente el esquema puede simplificarse al utilizar el eyector en el que se utiliza la energía contenida en la solución agotada. Esto hace posible prescindir de la bomba de vacío mientras el propio eyector puede actuar como una cámara calefactora y mezcladora.
- 30.
- 8) - Este ejemplo se refiere a la eliminación de sulfuro

372<sup>36</sup>407



de hidrógeno por medio de soluciones de dietanolamina en una concentración de 2 N/litro.

La instalación que emplea el equipo convencional prevé la temperatura en la parte superior de la columna de regeneración de aproximadamente 98°C (208°F) y la temperatura en su base a aproximadamente 124°C (256°F). La solución se recoge de la base de la columna a la citada temperatura y tiene un contenido de aproximadamente 0,12 moles de sulfuro de hidrógeno por mol de amina. Con referencia a la figura 4, la solución se alimenta en la cámara de expansión C, donde se somete a una caída de presión creada por medios mecánicos apropiados M2 y se enfría a una temperatura de aproximadamente 100°C (212°F). En estas condiciones, el vapor extraído de la solución está prácticamente exento de gases de ácido y por consiguiente se utiliza en la cámara calefactora C' en las mejores condiciones para calentar la solución agotada tomada de la columna de absorción.

La solución agotada alcanza la cámara calefactora C' a una temperatura de 74°C (165,2°F) y se calienta a una temperatura de 96°C (204,8°F) y luego pasa a la parte superior de la columna regeneradora. La calefacción de la solución agotada desde la temperatura de aproximadamente 40°C (104°F) como llega de la columna de absorción, a la temperatura de 74°C se efectúa por medio de un intercambiador de calor parcial, en el que se lleva a contacto con la solución regenerada que deja la cámara de expansión C. En esta forma, se elimina parcialmente el intercambiador en el ciclo convencional. Si se desea, el intercambiador puede eliminarse totalmente al adoptar la disposición mostrada en la figura 7.

-37-  
372407



- El ejemplo anterior es particularmente ventajoso utilizando el eyector que sigue a la cámara de calefacción C' en el que la calefacción de la solución produce solamente ligera evolución de vapores de ácido, que no tienen un efecto indebido sobre la función del eyector.
- 5.

= . =

N O T A

10. Se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente italiana núm. 53496-A/68 del 15 de octubre de 1968 y de su primer certificado de adición núm. 51505-A/69 del 19 de abril de 1969.
15. 1.- Un procedimiento para eliminar anhídrido carbónico y/u otros gases de ácidos de mezclas gaseosas que los contienen, utilizando una solución absorbente que circula en una columna de absorción, en la cual la solución es llevada en contacto íntimo y directo con la mezcla gaseosa
20. con objeto de purificarla y eliminar el anhídrido carbónico y/u otros gases de ácido de ella, y una columna de regeneración en la que la solución se regenera, expulsión del anhídrido carbónico y/u otros gases de ácido previamente absorbidos, mediante ebullición por el suministro de calor
25. desde el exterior, caracterizado en que el calor contenido en la solución regenerada, caliente e hirviendo, que sale de la columna de regeneración, se utiliza para extraer una corriente de vapor de la propia solución, con lo cual se elimina parte del anhídrido carbónico y/u otros gases de
30. ácido aún contenidos en la solución, pasando la corriente

372407



de vapor así extraída a una zona de temperatura inferior, pasando de nuevo la solución así enfriada y regenerada en una gran extensión hacia la columna de absorción completando el ciclo.

5.                   2.- Un procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado en que la corriente de vapor es extraída de la solución regenerada por medio de una reducción en presión.
10.                   3.- Un procedimiento, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado en que la corriente de vapor se extrae de una solución que sale de la columna de regeneración que actúa a presión sobreatmosférica expandiéndose la propia solución desde la citada presión sobreatmosférica a la presión atmosférica.
15.                   4.- Un procedimiento, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado en que la corriente de vapor se extrae de la solución regenerada al aplicar a ella una descompresión utilizando medios mecánicos.
20.                   5.- Un procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado en que la corriente de vapor se extrae de la solución regenerada mientras una corriente de gases llevada en contacto íntimo y directo con la propia solución.
25.                   6.- Un procedimiento, según las reivindicaciones 1, 2, 3, 4 y 5, caracterizado en que la corriente de vapor extraída de la solución regenerada se pasa y lleva a contacto íntimo y directo con la solución agotada más fría que sale de la columna de absorción, condensando el vapor en ella, calentándolo y eliminando de él parte del anhídrido carbónico y/u otros gases de ácido contenidos en él y pasando finalmente la solución agotada que así se calienta
- 30.

3<sup>32</sup>-2407



y regenera parcialmente, a la columna de regeneración.

5. 7.- Un procedimiento, según las reivindicaciones 1, 2, 3, 4 y 6 caracterizado en que la corriente de vapor se extrae de la solución regenerada en etapas sucesivas, pasándose el vapor extraído de cada etapa individual a la solución agotada que sale del absorbedor en un número igual de etapas respectiva y correspondientemente sucesivas.
10. 8.- Un procedimiento, según las reivindicaciones 1, 2, 3, 4 y 5, caracterizado en que el vapor extraído de la solución regenerada se condensa en un refrigerador.
15. 9.- Un procedimiento, según las reivindicaciones 1, 2, 3, 4 y 5, caracterizado en que el vapor extraído de la solución regenerada se descarga a la atmósfera junto con el anhídrido carbónico y/u otros gases de ácido eliminados de él.
20. 10.- Un procedimiento para eliminar anhídrido carbónico y/u otros gases de ácido.
- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de treinta y nueve hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 11 de octubre de 1.969

p. a.

**JAIMÉ ISERN**

P. P.

mt.

Case W6 28 - W6 28a

Fig. 1

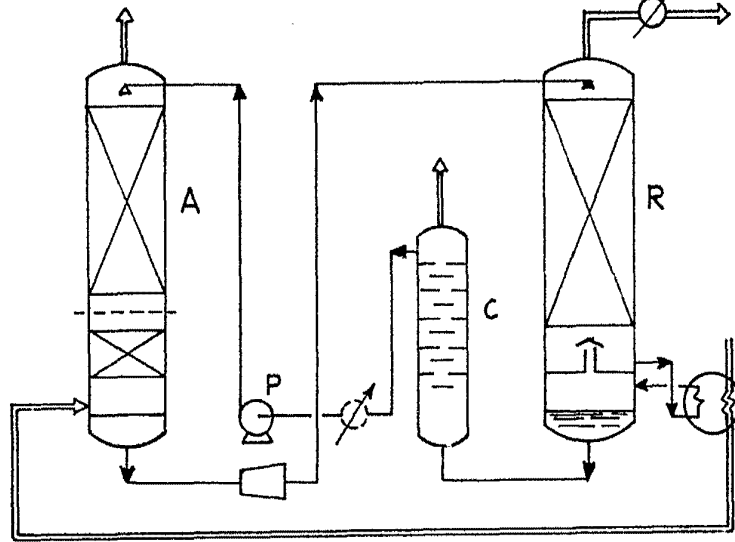
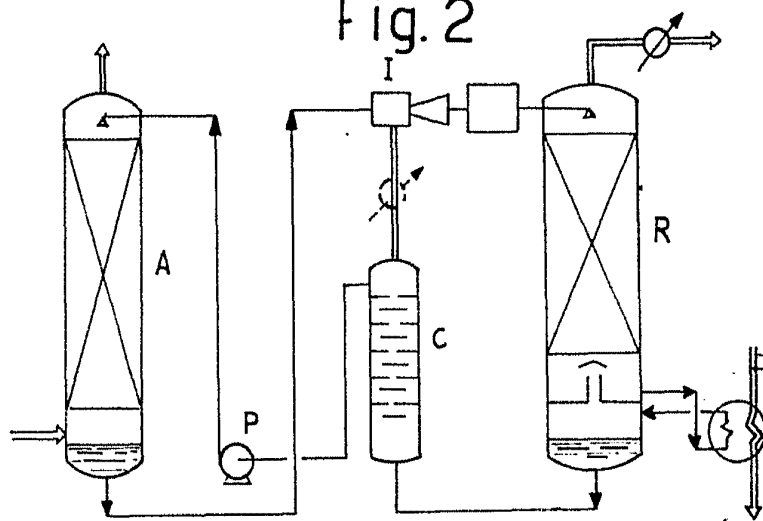


Fig. 2



Madrid, a 17 OCT. 1969  
p.a.

D. P. [Signature]

Emmolo S.p.A. - 10125 Roma

CASE W6 28- WC 28A

Fig. 3

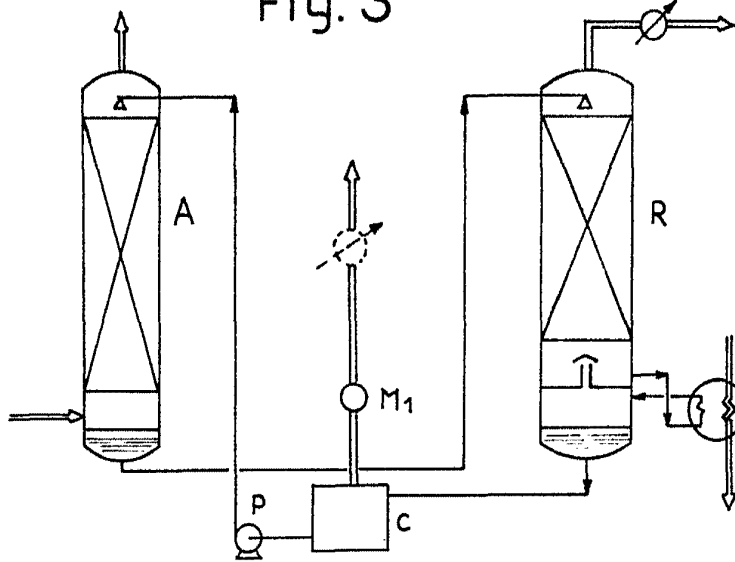
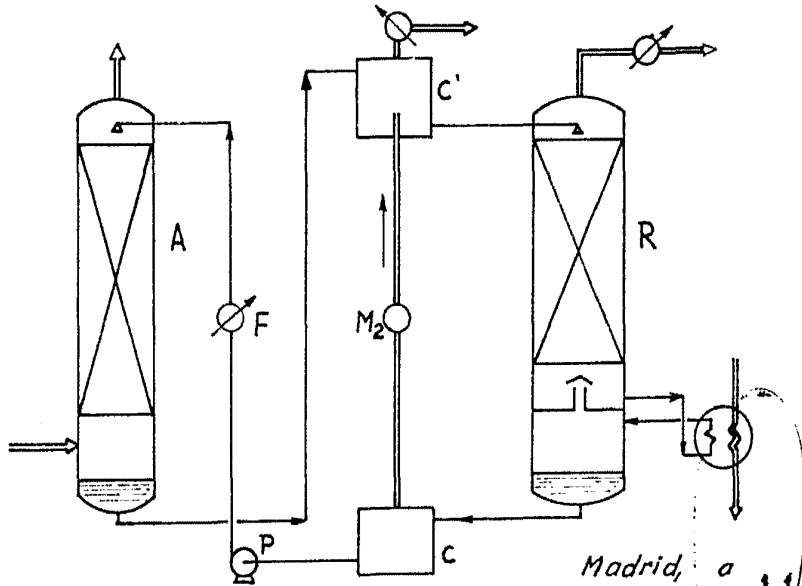


Fig. 4



Madrid, a 11 OCT. 1969  
p.a.

Case W6 28 - W6 28a

Fig. 5

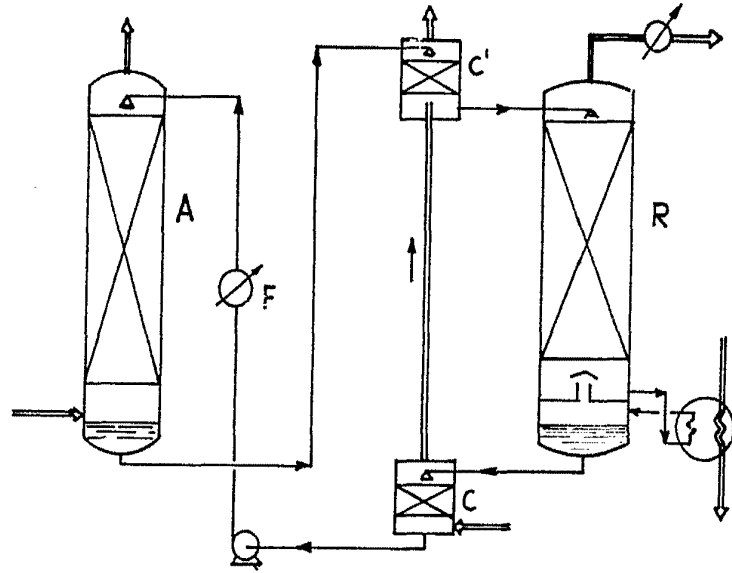
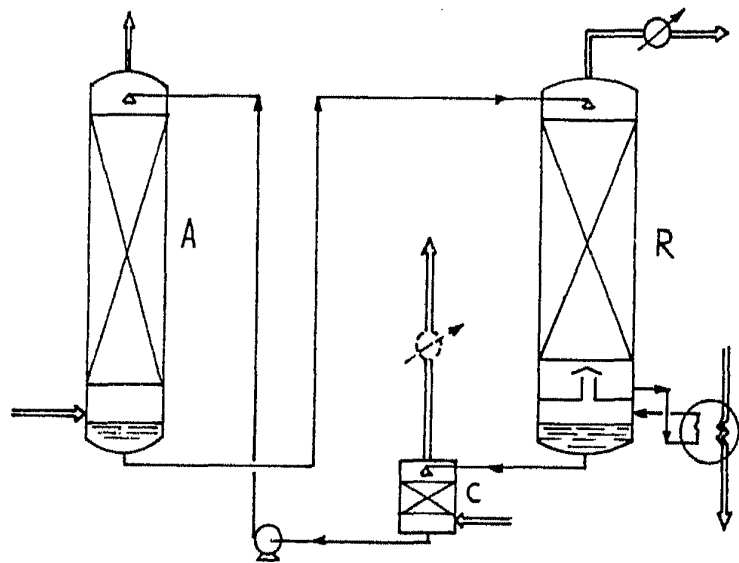


Fig. 6



Madrid, a 11 OCT. 1969  
p.a.

C. 530 146 28 - 146 28a

Fig. 7

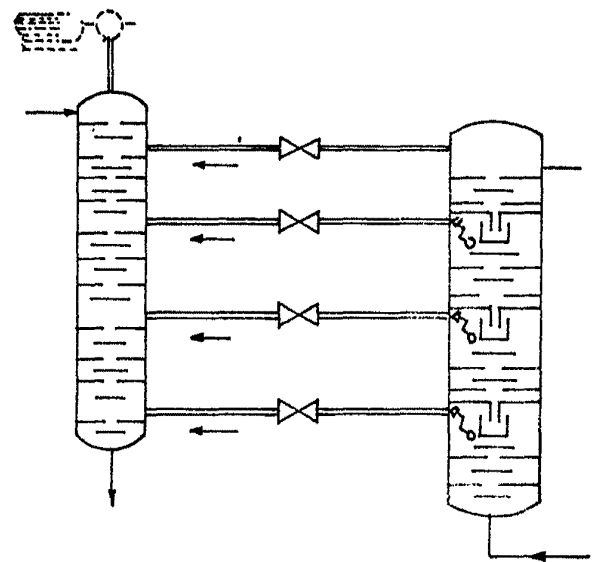
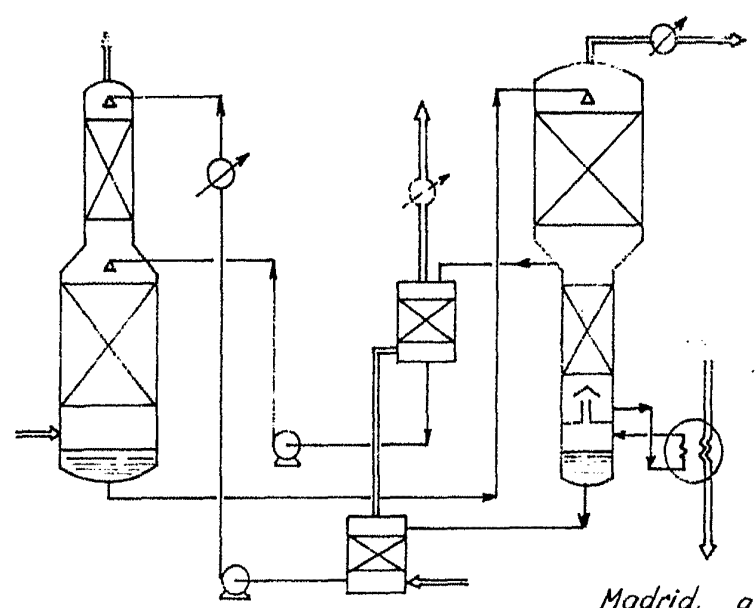


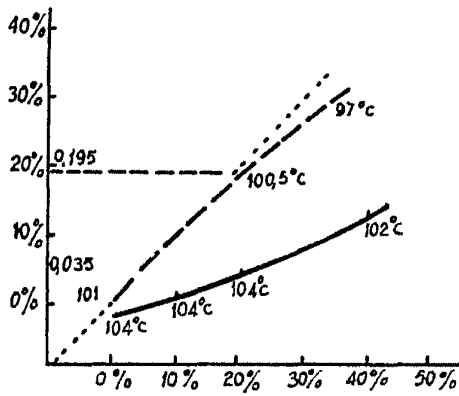
Fig. 8



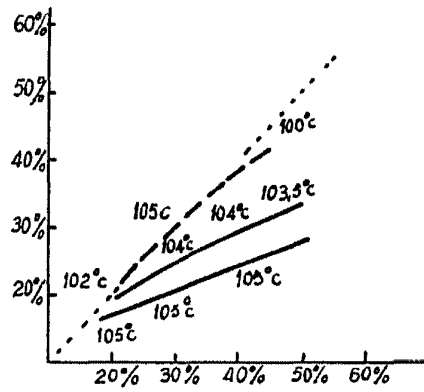
Madrid, a 11 OCT. 1969  
p.a.



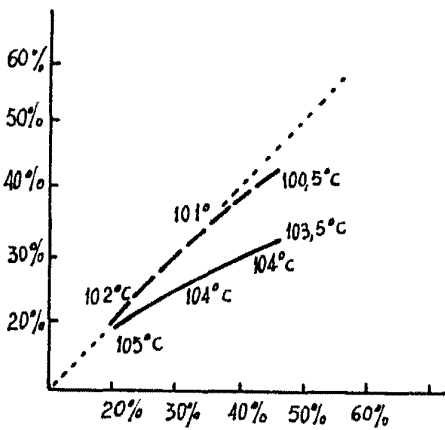
No 1



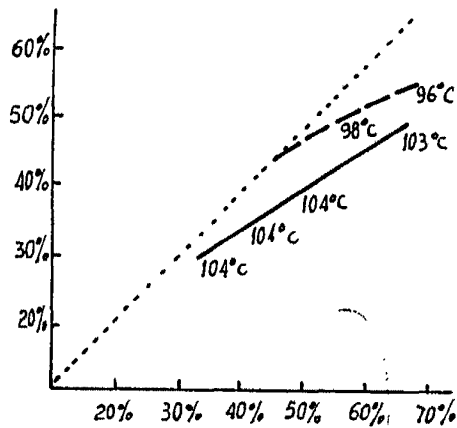
No 2



No 3



No 4



Madrid, a 1. OCT. 1969  
p.a.

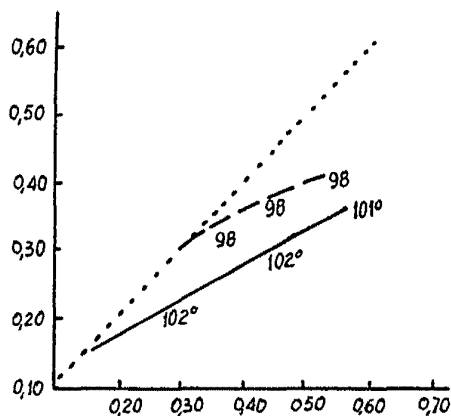
Case 146 28-146 284

3/5 Vetrocoke Cokapuania S.p.A. y  
D. Giuseppe Giammarco

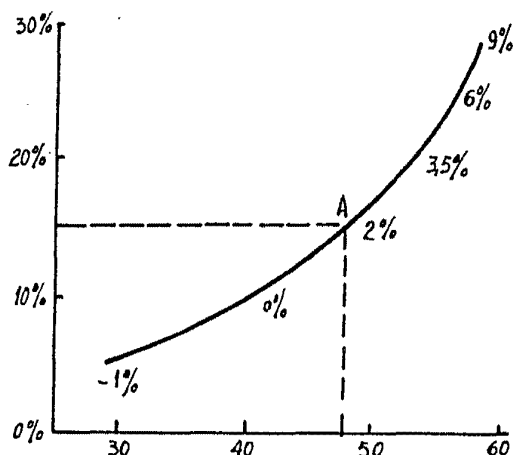
8 hojas

Hoja 6

N.º 5



N.º 6



Madrid, a 11 OCT. 1969  
p.a.

C. 106 28 - 100 280

2/3 Vetrocoke CaKapsania S.p.A. y  
D. Giuseppe Giammarco

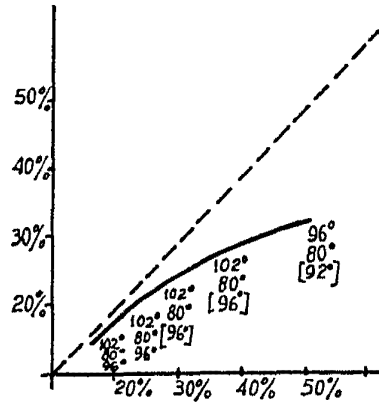
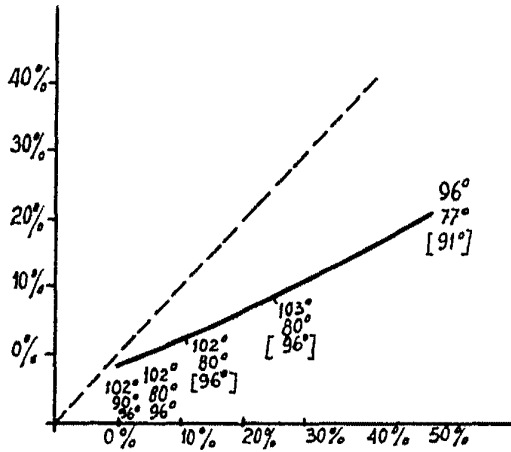
8 hojas

Hoja 7



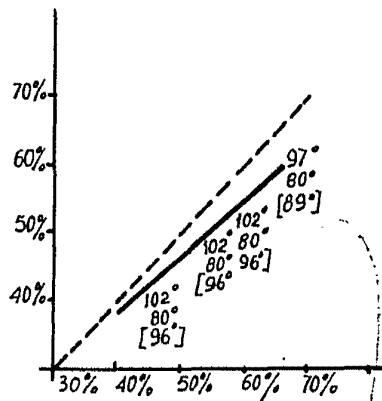
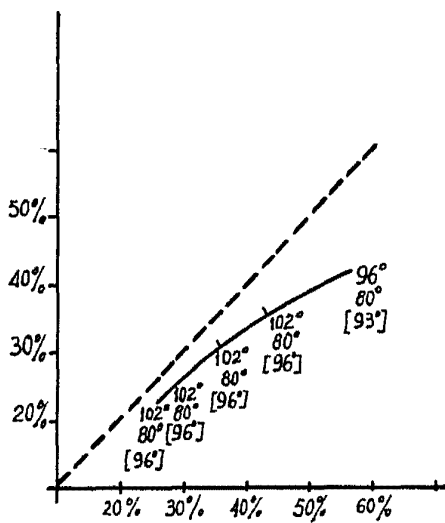
No. 7

No. 8

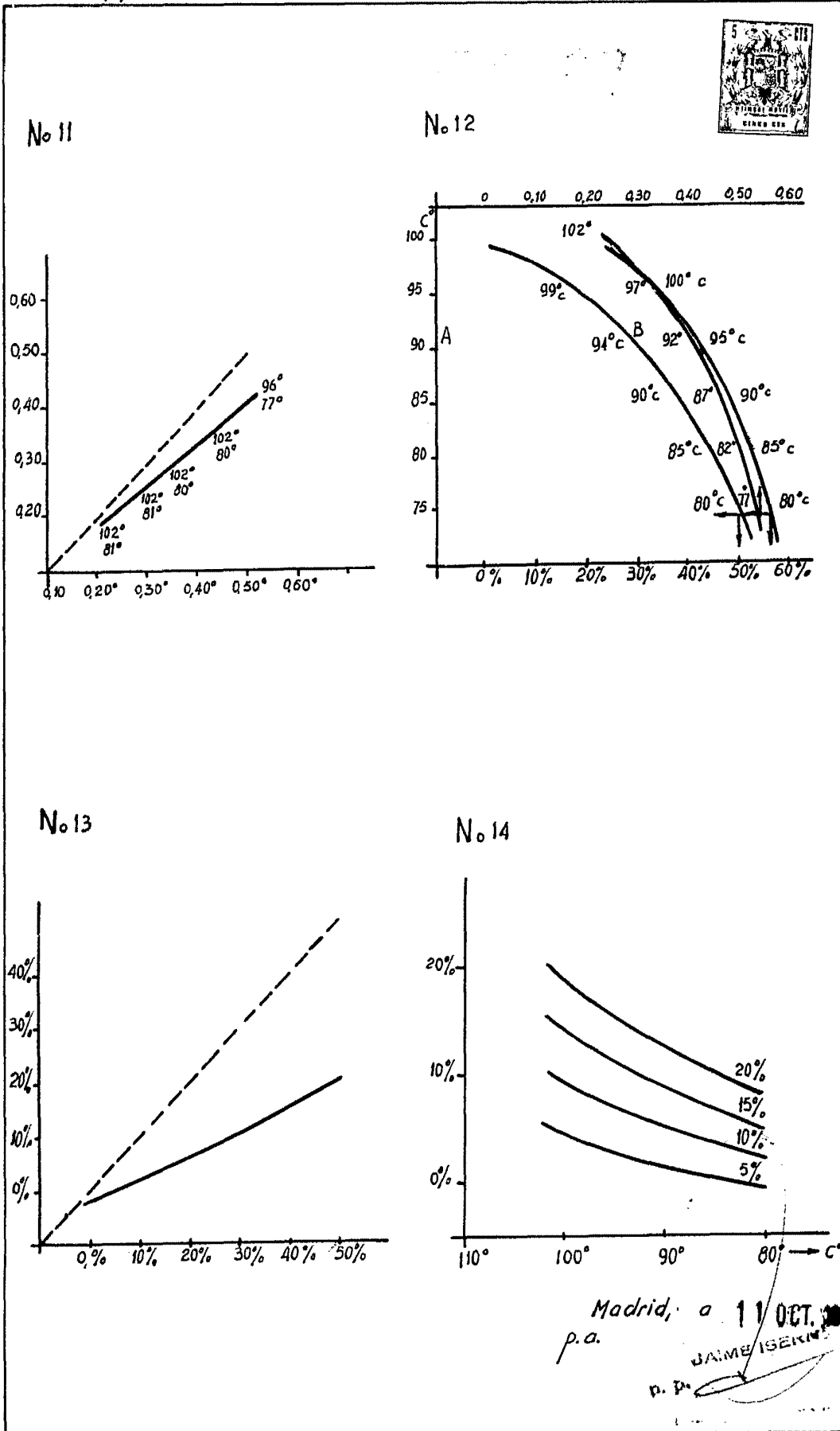


No. 9

No. 10



Madrid, a 11 OCT. 1909  
p. a.



Madrid, a 11 OCT. 1959  
p.a.  
D. Jaime Isern