

375761

375761

SECCION TECNICA
CLASIFICACION P. C.
CLASE <u>COM</u>
SUBCLASE <u>c</u>

Bol
d

PATENTE DE INVENCION

Ref: O.Z. 25982/26002.



Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR DIOXIDO DE CARBONO Y ACIDO SULFIDRICO DE GASES QUE LOS CONTIENEN.-

Solicitante BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en 6700 Ludwigshafen,
República Federal Alemana.

Ya es conocido extraer el dióxido de carbono de mezclas de gases, por ejemplo, gases de síntesis u otros gases que contienen dióxido de carbono, mediante lavado con soluciones acuosas de alcanolamina bajo presión.

5.



375761

Principalmente se emplean aminas primarias y secundarias, tales como la monoetanolamina, la dietanolamina y la diisopropanolamina. Como amina terciaria, ha encontrado últimamente aplicación en la técnica, la tri-

5. etanolamina como disolvente y se emplea esencialmente para la limpieza en bruto de los gases de síntesis con presión parcial elevada del anhídrido carbónico. El lavado de gas con aminas primarias y secundarias se realiza en la zona de temperaturas, para la absorción, de
10. 40 a 70°C con soluciones 2 a 4 molares. En el caso de la trietanolamina se trabaja en la absorción con, por ejemplo, soluciones 2,25 a 2,5 molares en la zona de temperaturas de 50 a 80°C.

15. Como la purificación de gas de síntesis implica procedimientos industriales de gran escala, el aprovechamiento térmico logrado en los distintos procedimientos es el factor decisivo para la aplicación o bien selección del procedimiento a seguir. La regeneración se efectúa en la forma usual por descompresión y ulterior calentamiento y extracción del disolvente con vapor.
- 20.

25. Las desventajas de los sistemas conocidos consisten, en el caso de las aminas primarias y secundarias, en que se precisan cantidades considerables de calor para la regeneración, unas 2000 kcal por m³N de CO₂. En el caso de la trietanolamina, el consumo térmico es pequeño pero la capacidad de carga es inferior y la pureza final que se logra está por lo tanto limitada. Todos los procedimientos trabajan en la etapa de absorción a temperaturas que se encuentran considerablemente por debajo de
30. la temperatura de regeneración que es necesaria para altas

375761

22 EN



purezas finales.

- Se ha descubierto ahora que se evitan estas desventajas y que en la separación de dióxido de carbono con soluciones acuosas de alcanolaminas, la absorción se puede realizar a temperaturas relativamente altas en las proximidades de la temperatura de regeneración sí, como disolvente, se emplea una solución acuosa 2,5 a 4,5 molar de metildietanolamina y la absorción de los gases se efectúa a una temperatura del disolvente en el pié del absorbedor de 70 a 110°C. Trabajando de esta manera se pueden lograr, con un caudal en circulación relativamente pequeño y un reducido consumo térmico, elevados grados de pureza final. En comparación con las aminas primarias y secundarias se obtiene un considerable ahorro térmico y en comparación con la trietanolamina un caudal de circulación de disolvente más reducido y una mayor pureza final lograda.

- El procedimiento según la presente invención se puede realizar, bien en una sola etapa, o en dos etapas según la pureza final necesaria y el consumo térmico permisible. En el proceso de una sola etapa se libera, en una columna que dispone de cuerpos de relleno o de platos intercambiadores del dióxido de carbono, el gas que contiene el dióxido de carbono en contracorriente con una solución acuosa 2,5 a 4,5 molar de metildietanolamina que se alimenta entre unos 70 y 90°C por la cabeza del absorbedor y que en el pié alcanza una temperatura de hasta 110°C. El disolvente cargado se puede descomprimir, por ejemplo a través de una turbina de descompresión en una o varias etapas y después regenerar ampliamente en una



columna de desorción dotada de cuerpos de relleno o de platos, que se calienta indirectamente o en parte también directamente. El disolvente que fluye hacia la columna de desorción se puede calentar, en un intercambiador de calor a contracorriente, con el disolvente saliente. Por lo general se podrá prescindir sin embargo de estos intercambiadores de calor debido a las elevadas temperaturas en la etapa de absorción. El disolvente se puede alimentar entonces a través de un refrigerador, que gradúa la temperatura de cabeza del absorbedor deseada, con una bomba hacia la cabeza del absorbedor.

Otra forma de realización del procedimiento de la presente invención consiste en que una parte del disolvente se alimenta a una temperatura más baja por la cabeza del absorbedor y el resto, a una temperatura más elevada, se alimenta en un punto situado más abajo de la cabeza del absorbedor. En este caso la superficie de intercambio necesaria, es mayor, pero es mayor la pureza final que se logra. En el procedimiento de dos etapas se alimenta después de la descompresión final la mayor parte del disolvente en un punto central de la torre de absorción y la parte más pequeña, como en el modo de trabajo en una sola etapa, se regenera en el desorbedor y se bombea a la cabeza del absorbedor.

La cantidad de disolvente necesaria, o bien la circulación de disolvente, se puede reducir más aún si el disolvente se calienta antes de la descompresión. Una cantidad de calor correspondiente se deberá evacuar entonces de nuevo del reciclo hacia el absorbedor.

Especialmente ventajosa es la aplicación del proce-

375761



5. dimiento según la presente invención para la purificación de gases en los que la presión parcial del dióxido de carbono es elevada, por ejemplo, los gases que se obtienen en la oxidación parcial de aceite crudo o fuel-oil pesado (disociación de presión autotérmica). También los gases de síntesis, tal y como se obtienen para la obtención de amoníaco con presiones parciales de anhídrido carbónico de 4 a 6 atmósferas por reformado de hidrocarburos con vapor, se puede liberar del dióxido de carbono según este procedimiento, bajo condiciones favorables.
- 10.

- Con el modo de trabajo de una sola etapa se pueden lograr, con presiones totales de 20 a 100 atmósferas, 1000 a 2000 ppm de CO_2 en el gas puro ó, en el modo de trabajo de dos etapas, 100 a 200 ppm. En este caso se obtienen diferencias de carga de 15 a 35 m^3N de CO_2/m^3 de disolvente. Las necesidades térmicas se elevan de 0,3 a 0,8 kcal/ m^3N de CO_2 .
- 15.

- En escala cada vez mayor se obtienen hoy día gases de síntesis que además de CO_2 y H_2S contienen también COS . Especialmente en la obtención de gases de síntesis de aceites combustibles pesados por oxidación parcial se obtienen gases que contienen de un 5 a un 10 % en volúmen de CO_2 , un 0 a un 0,5 % en volúmen de H_2S y 0 a 500 ppm en volúmen de COS . Especialmente los componentes ácidos que contienen azufre se han de extraer por lavado, por ejemplo para la ulterior elaboración en la síntesis oxo o metanol, casi totalmente, es decir, hasta por debajo de 3 ppm. También aquí se puede emplear el procedimiento según la presente invención según las formas de ejecución arriba des-
- 20.
- 25.
- 30.

375761

22




critas si como líquido de absorción se emplea una solución acuosa que además de las cantidades de metildietanolamina arriba indicadas contiene además 0,1 a 0,4 mol/l de monometilmonoetanolamina.

5. Ejemplo 1

En la figura 1 se representa un esquema para un procedimiento de dos etapas.

10. Sobre el pie de un absorbedor 3 relleno con cuerpos de relleno se introducen, a través de la tubería 1, 10000 m³N/h de un gas de síntesis y se lava a contracorriente con una solución acuosa 3,5 molar de metildietanolamina. El gas de síntesis está bajo una presión de 40 atmósferas y contiene un 30 % en volumen de dióxido de carbono, un 3 % en volumen de monóxido de carbono y un 67 % en volumen de hidrógeno. Por la cabeza del absorbedor sale el gas con un 0,01 % en volumen de dióxido de carbono a través de la tubería 2. La cantidad de agente de lavado de 125 m³/h que sale con una temperatura de 100°C por la tubería 4 se descomprime en el depósito 5, que está relleno con cuerpos de relleno, a 1,1 atmósferas. En este depósito se alimentan además los vapores que salen de la columna de desorción 18 a través de la tubería 6. Toda la cantidad de dióxido de carbono retirada del gas de síntesis sale saturado con vapor de agua por la tubería 7, se enfría en el refrigerador 8 y se expulsa a través de la tubería 9. El condensado que se obtiene se alimenta a través de la tubería 10 a la tubería 12. La corriente de disolvente que sale de la tubería 11 con una temperatura de 85°C se divide. La parte mayor, 113 m³/h, se alimenta a través de la tubería 12 a la bomba 13 y a
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

37576
22 ENE



- través de la tubería 14 a 85° a la parte inferior del absorbedor 3. El resto de 12 m³/h se conduce a través de la tubería 15 a la bomba 16 y a través de la tubería 17 hacia la cabeza del desorbedor 18 que trabaja a una presión de 1,2 atmósferas. La cantidad de calor de 1,6 x 10⁶ kcal/h necesaria se alimenta por medio del hervidor 19 al sistema. El disolvente regenerado fluye a través de la tubería 20 hacia la bomba 21 y desde allí se bombea a través de la tubería 22 y el refrigerador 23 con una temperatura de 75°C a la cabeza del absorbedor 3. La cantidad de calor necesaria por ejemplo para un lavado correspondiente con monoetanolamina ascendería a unas 6 x 10⁶ kcal/h. Con una solución acuosa de trietanolamina se puede calcular bajo estas condiciones con un 0,05% de CO₂ en el gas puro. El procedimiento de una sola etapa, en el que la corriente de disolvente después de la tubería 11 no se divide, se puede emplear con éxito cuando la presión parcial en el gas en bruto de la tubería 1 no es tan grande y/o las exigencias de pureza al gas purificado, que se extrae a través de la tubería 2, no son tan elevadas.

Ejemplo 2

En la figura 2 se representa un esquema para el procedimiento en una sola etapa.

- Sobre el pié del absorbedor 3 relleno con cuerpos de relleno se introducen a través de la tubería 1, 60.000 m³N/h de un gas de síntesis y se lava a contracorriente con una solución acuosa que contiene 3,25 mol/l de metil-dietanolamina y 0,25 mol/l de monometilmonoetanolamina. El gas de síntesis está bajo una presión de 40 atmósferas y

375761



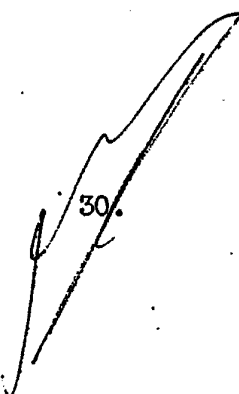
5. contiene un 5,80 % en volúmen de dióxido de carbono, un 0,28 % en volúmen de sulfuro de carbono, un 0,02 % en volúmen de oxisulfuro de carbono, un 47,42 % en volúmen de hidrógeno, un 45,27% en volúmen de monóxido de carbono, un 0,62 % en volúmen de nitrógeno y un 0,59 % en volúmen de metano. Por la cabeza del absorbedor sale el gas con un 0,01 % en volúmen de dióxido de carbono, un 0,0002 % en volúmen de ácido sulfhídrico y un 0,0001 % en volúmen de oxisulfuro de carbono a través
10. de la tubería 2. El disolvente cargado que fluye a una temperatura de 85°C a través de la tubería 4 en una cantidad de 150 m³/h se descomprime en el recipiente 5 que está relleno con cuerpos de relleno, a 1,1 atmósferas.
15. En este recipiente se alimentan además, a través de la tubería 6, los vapores que salen de la columna de desorción 15. Toda la cantidad de dióxido de carbono y de ácido sulfhídrico retirada del gas de síntesis y el oxisulfuro de carbono hasta ahora no hidrolizado sale saturado de vapor por la tubería 7,
20. se enfría en el refrigerador 8 y se evacua a través de la tubería 9. El condensado obtenido se cede a través de la tubería 10 a la tubería 12. La corriente de disolvente que fluye de la tubería 11 con una temperatura de 83°C se conduce a través de la tubería 12 a
25. la bomba 13 y a través de la tubería 14 a la cabeza del desorbedor 15 que trabaja a una presión de 1,2 atmósferas. La cantidad de calor necesaria de 5,0 x 10⁶ kcal/h se alimenta a través del hervidor 16 al sistema. El disolvente regenerado fluye a través
30. de la tubería 17 hacia la bomba 18 y desde allí se bom-

375761



bea a través de la tubería 19 y el refrigerador 20 con una temperatura de 70°C a la cabeza del absorbedor 3.

N O T A

5. 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 las Solicitudes de Patente presentadas en Alemania con fecha y número siguientes: 22 de enero de 1969, nº P 19 03 065.0 y 30 de enero de 1969, nº P 19 04 428.1; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor. Siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR DIOXIDO DE CARBONO Y ACIDO SULFHDIRICO DE GASES QUE LOS CONTIENEN; caracterizándose por lo siguiente:
- 10.
- 15.
20. 1.- Procedimiento para separar dióxido de carbono y ácido sulfhídrico de gases que los contienen, caracterizado porque comprende lavar dichos gases con una solución acuosa de una alcanolamina bajo presión en una o varias etapas, estando constituido el disolvente por una solución acuosa 2,5 a 4,5 molar de metil-
25. dietanolamina, y absorber los gases a una temperatura del disolvente en el pie del absorbedor de 70 a 110°C.
30. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el líquido de absorción es una solución acuosa que contiene 2,5 a 4,5 mol/l de metil-
- 

375761

22



tietanolamina y 0,1 hasta 0,4 mol/l de monometilmono-
etanolamina.

- 3.- Procedimiento para separar dióxido de carbono y ácido sulfhídrico de gases que los contienen; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.
- 5.

Esta Memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

22 ENE. 1970

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT

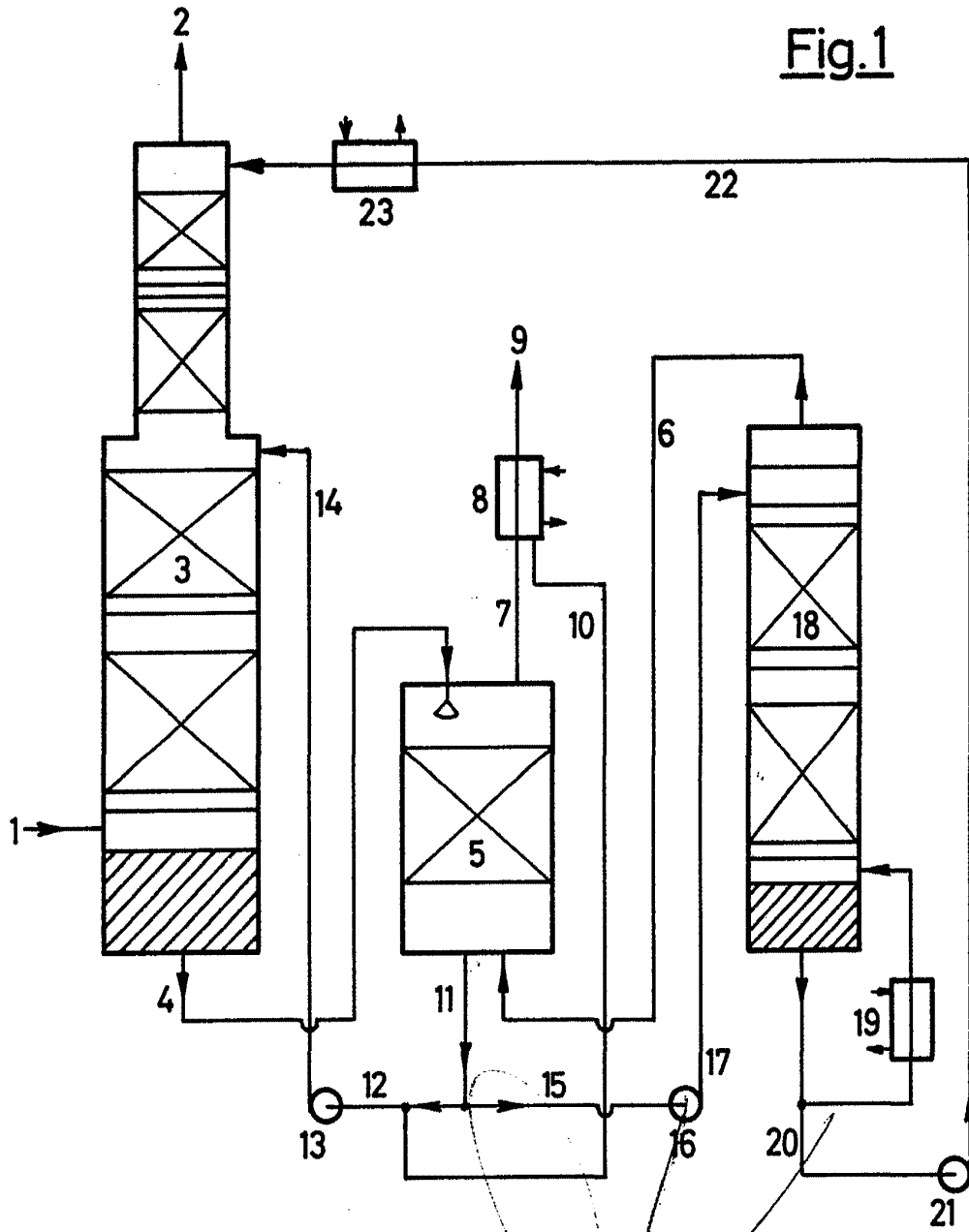
J. GOMEZ ACEBO Y MOBER
y Elmadari E. Hernández Ruiz

50761

22 ENE 1930

ESCALA
Vertical

Fig.1



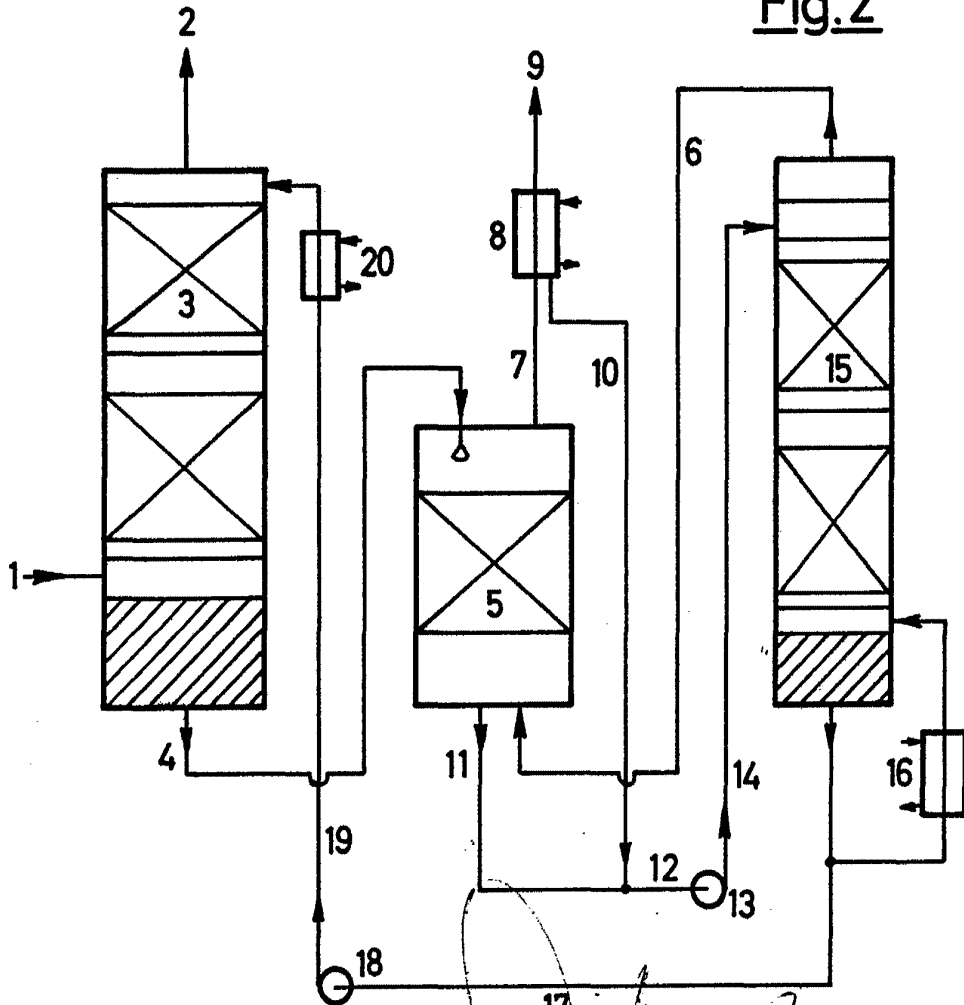
Madrid 22 ENE. 1930
E. GOMEZ ALEJO Y MODESTO
Ingenieros

375761 22 ENE 1970



ESCALA VARIABLE

Fig.2



[Handwritten signature]

22 ENE 1970

Madrid

A. GOMEZ ALEJO Y MOLINA
D. p. Firmados: F. Hernández