



ESPAÑA

ES	(11) NUM	445452	AI
	(21) FECHA DE PRESENTACION	23-2-76	

PATENTE DE INVENCION

(20) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL B01D	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
(54) TITULO DE LA INVENCION UN METODO DE REGENERACION DE DESECANTES LIQUIDOS O DE DESECANTES LIQUIDOS ABSORBENTES DE GASES ACIDOS O MEZCLAS DE LOS MISMOS.		
(71) SOLICITANTE (S) THE DOW CHEMICAL COMPANY		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
(72) INVENTOR (ES) GEORGE WASHBURN LYON y ROSCOE LAMONT PEARCE		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU		

1 Esta invención se refiere a un procedimiento para
secar absorbentes líquidos sin exposición a superficies que
son calentadas a altas temperaturas. Más específicamente, esta
5 invención se refiere a un procedimiento para regenerar los
desecantes líquidos y/o absorbentes de gases ácidos, en el
que la única fuente de calor para evaporar la humedad es pro-
porcionada por un vapor hidrocarbonado utilizado como agente
de arrastre del agua y/o del gas.

10 La transformación de gases industriales, como los hi-
drocarburos normalmente gaseosos y el hidrógeno, requiere tí-
picamente la separación de constituyentes gaseosos ácidos y
de agua antes de la transformación o distribución subsiguien-
tes.

15 Los constituyentes gaseosos ácidos, como CO_2 y H_2S ,
son muchas veces eliminados de los gases industriales por
absorción en contracorriente con una solución acuosa de un
absorbente de gases ácidos. La solución de absorbente de ga-
ses ácidos es típicamente regenerada por destilación para se-
20 parar los gases ácidos absorbidos y reciclada a la operación
de absorción. El producto gaseoso exento de ácido (endulzado)
es posteriormente secado en una operación independiente.

25 Los líquidos higroscópicos son ampliamente utilizados
para secar numerosos gases industriales, haciendo pasar el
desecante higroscópico líquido, relativamente seco, a través
de una columna en dirección contraria al paso del gas. El gas
seco se saca habitualmente por la parte superior de la columna
mientras que el desecante líquido enriquecido, que contiene
el agua absorbida, se saca por la parte inferior de la colum-
30 na y se envía a una unidad regeneradora donde el desecante
enriquecido se calienta para separar la mayor cantidad posi-

1 ble de agua absorbida sin descomponer excesivamente el desecante. El desecante líquido así regenerado es reciclado después a la columna secadora de gas.

5 El carácter higroscópico del desecante sirve bien para la absorción del agua pero plantea problemas en su regeneración. Con calor solamente, se necesita una temperatura próxima al punto de ebullición del desecante, que frecuentemente es superior al intervalo de descomposición del desecante líquido, para reducir el contenido en humedad a un nivel satisfactorio para la aplicación a que se destina el desecante. To-
10 davía más graves son, sin embargo, los efectos del contacto directo del desecante con las superficies calientes de un cambiador de calor. Es sabido que los flujos excesivos de calor sobre estas superficies contribuyen considerablemente a
15 la descomposición de los desecantes.

Los intentos anteriores de resolución de estos problemas no han sido totalmente satisfactorios. En un procedimiento, descrito en la patente estadounidense 3.105.748, una parte alícuota de gas natural seco se calienta a 325-365°F (163-
20 185°C) en un calentador de gas. Esta temperatura es ligeramente inferior al punto de descomposición de un absorbente glicólico de humedad. El gas caliente pasa a través de un glicol caliente mantenido aproximadamente a la temperatura antes indicada. El gas utilizado para arrastrar la humedad del glicol es evacuado
25 o quemado en una antorcha. Por lo tanto, en este procedimiento se desperdicia gas y requiere un control cuidadoso para evitar la pérdida de glicol por descomposición por contacto con las superficies calientes en el rehervidor. Además, el gas evacuado o quemado contribuye a la contaminación del aire.

30 En otro procedimiento, descrito en la patente estado-

1 unidense 3.349.544, se introduce un agente formador de azeótropo por debajo de la superficie de un desecante líquido en una zona de regeneración caliente, mientras se mantiene la temperatura en la zona de regeneración por encima de la temperatura de evaporación del agente formador del azeótropo. La mezcla azeotrópica se condensa, se separan el agua y el agente formador del azeótropo y se recicla este último. En este procedimiento, el contenido en humedad del desecante no puede ser reducido por debajo del valor en equilibrio con el agua contenida en el agente formador de azeótropo. También expone el desecante a la acción de las superficies calientes.

5
10
15
20
25. En un procedimiento descrito en la patente estadounidense 3.471.370, se introducen nafta y un absorbente de gases ácidos-desecante de glicolamina en un rehervidor, situado en la parte externa de una columna de destilación, en la que se introduce una glicolamina húmeda. La temperatura del rehervidor se mantiene a 300-400°F (149-204°C). En el rehervidor, toda la nafta, excepto la que puede permanecer en solución en el absorbente a esta temperatura elevada, es evaporada instantáneamente y los vapores son pasados a través de la zona de arrastre de la humedad para secar la mezcla de glicol-amina hasta un contenido en humedad de alrededor de 1,6 a 1,8 %. En este procedimiento, el contenido en humedad del desecante no puede ser reducido por debajo del que está en equilibrio con el agua de la nafta. También tiene el inconveniente de exponer el desecante a las superficies calientes.

30 Otro inconveniente de los procedimientos de la técnica anterior es que no pueden emplearse desecantes de puntos de ebullición muy altos, como el tetraetilenglicol, los glicoles de punto de ebullición más alto u otros polioles o alca-

1 nolaminas en procesos continuos de secado de gases debido a
la excesiva descomposición a las temperaturas necesarias pa-
ra liberar el agua.

5 En esta memoria, los términos "desecante líquido" y
"absorbente líquido" se utilizan intercambiamente y se re-
fieren a materiales higroscópicos líquidos que se emplean pa-
ra el secado de gases industriales que contienen agua pero
que normalmente están exentos de constituyentes gaseosos áci-
dos o de gases industriales que contienen agua y gases ácidos.
10 Cuando el gas industrial no contiene ningún gas ácido, ciertos
polioles o glicoles pueden constituir el "desecante líquido"
o "absorbente líquido". Si hay gases ácidos, de los que son
representativos el H_2S , los mercaptanos de bajo peso molecular,
a saber de hasta unos 6 átomos de carbono, el CO_2 , el COS o el
15 CS_2 , su contenido debe ser reducido junto con la humedad y el
"desecante líquido" o "absorbente líquido" habitualmente con-
tiene una alcanolamina líquida o un absorbente físico líquido
de los gases ácidos. Algunas de las alcanolaminas líquidas
funcionan como absorbentes de agua y de gases ácidos. Los ti-
20 pos de desecantes líquidos o absorbentes líquidos útiles para
el secado solo o para secar y endulzar (v.g. reducción del
contenido de gases ácidos) están descritos con detalle más
adelante.

25 Los glicoles líquidos disuelven a los gases ácidos
como H_2S y SO_2 hasta cierto punto a temperaturas bajas, v.g.
por debajo de $100^\circ F$ ($38^\circ C$) y a la presión atmosférica. Tam-
bién disuelven a parte del CO_2 a temperaturas bajas y a pre-
siones superatmosféricas. Sin embargo, cuando se utilizan los
glicoles como desecantes, habitualmente se emplean para absor-
30 ber el agua y solo pequeñas cantidades de gases ácidos.

1 Esta invención se refiere a un método de regeneración
de desecantes líquidos o desecantes líquidos absorbentes de
gases ácidos o mezclas de los mismos, que comprende las ope-
raciones de introducir un absorbente líquido enriquecido en
5 la parte superior de una columna de regeneración, evaporar
mediante la acción del calor un hidrocarburo normalmente lí-
quido o una mezcla de hidrocarburos esencialmente insolubles
en el desecante seco y en agua, cuyo hidrocarburo tiene una
temperatura de ebullición inferior a la temperatura crítica
10 superior y superior a la temperatura crítica inferior de di-
solución de la mezcla del desecante y dicho hidrocarburo bajo
las condiciones de presión empleadas, pasar los vapores en di-
rección ascendente a través del absorbente líquido enriqueci-
do, siendo estos vapores la única fuente de calor agregado pa-
15 ra la regeneración del desecante, condensar los vapores sa-
lientes de la parte superior del regenerador fuera del contac-
to directo con el absorbente líquido enriquecido, separar el
hidrocarburo líquido del agua, pasar una mezcla líquida bifá-
sica desde el regenerador a un separador para formar una fa-
20 se desecante pobre y una fase hidrocarbonada líquida, pasar
la fase hidrocarbonada a un vaporizador donde la fase hidro-
carbonada se calienta y evapora para reciclarla al regenera-
dor y sacar del separador la fase desecante pobre.

25 Más específicamente, el procedimiento de esta inven-
ción consiste en evaporar un agente hidrocarbonado de arras-
tre de agua y/o gas, normalmente líquido, alifático o aromáti-
co, o mezclas de estos agentes, que es esencialmente insolu-
ble en el absorbente seco y en agua y que tiene una temperatu-
ra de ebullición por debajo de la temperatura crítica supe-
30 rior de disolución de la mezcla y por encima de la temperatu-

1 ra crítica inferior de disolución, si existe ésta, del absor-
bente seco y del agente de arrastre, pasar los vapores en
dirección ascendente a través de un absorbente líquido enri-
quecido o húmedo, condensar los vapores del regenerador en
5 una zona situada fuera del contacto directo con el absorben-
te, separar el hidrocarburo líquido del agua y repetir el ci-
clo sin someter el absorbente a la acción de otro calor que
el suministrado por el vapor. Preferiblemente, la solubilidad
del hidrocarburo en el absorbente líquido no debe pasar de
10 alrededor del 5-10 %. Durante la operación de arrastre, la
temperatura del sistema estará por debajo de la temperatura
crítica superior de disolución y por encima de la temperatu-
ra crítica inferior de disolución, si la mezcla tiene dos tem-
peraturas críticas de disolución, del agente de arrastre y el
15 desecante seco y no sobrepasará la temperatura de ebullición
del hidrocarburo o de la mezcla de hidrocarburos a la presión
reinante. Preferiblemente el agente de arrastre es tal que,
en estado líquido, es esencialmente no miscible o solo ligeram-
mente miscible con el desecante líquido y con el agua, de ma-
20 nera que pueden separarse dos fases líquidas distintas cuan-
do la temperatura es diferente de las temperaturas críticas
de disolución. Así, el efluente de la base de una unidad de
regeneración, o columna de destilación, se introduce en una
segunda zona de separación donde hay dos fases líquidas. El
25 desecante seco se separa del agente de arrastre hidrocarbona-
do líquido y este último se evapora y se pasa por la zona de
regeneración.

30 En una modificación para la producción de un desecan-
te que contiene de 1 a unas 5000 ppm de agua en el desecante
regenerado, una parte del condensado que sale por la parte

1 superior puede ser devuelta a la columna de regeneración como
reflujo, si se desea, mientras que el resto se envía a un se-
parador donde se forma una fase hidrocarbonada líquida y una
5 fase acuosa. La fase acuosa se envía a un tren de evacuación
y por lo menos una parte de la totalidad del hidrocarburo lí-
quido se devuelve al regenerador como corriente de reflujo.
En otra modificación, el desecante enriquecido y el agente de
arrastre hidrocarbonado se introducen en la zona de regenera-
ción y después de la separación de fases del efluente y arras-
10 tre del desecante, el hidrocarburo del condensado de la par-
te superior se saca sin devolver nada como reflujo.

En una tercera modificación, cuando el hidrocarburo
líquido es parcialmente soluble en el desecante y se desea un
desecante que contenga solamente cantidades muy pequeñas de
15 hidrocarburo líquido, el desecante seco se pasa desde la zo-
na de separación a través de un tambor evacuado de evapora-
ción instantánea. Se evapora el agente de arrastre y después
se condensa y puede ser reciclado al regenerador.

En la práctica de la invención, el desecante líquido
20 enriquecido o húmedo entra preferiblemente en una columna de
regeneración un poco por debajo de la parte superior pero tam-
bién puede ser introducido directamente en la parte superior
de la columna. El hidrocarburo líquido vaporizado se introdu-
ce en la columna de regeneración cerca de la base o en la
25 propia base como en una destilación normal. La temperatura
del hidrocarburo será igual al punto de ebullición o ligera-
mente por debajo de este último, bajo las condiciones de pre-
sión empleadas en la regeneración. En la zona de arrastre o
regeneración del desecante, se obtiene un contacto íntimo en
30 contracorriente de los vapores con el desecante y con el hi-

1 drocarburo que están siendo secados simultáneamente. Este con-
tacto puede ser efectuado por medios conocidos, comúnmente
utilizados en la práctica de destilación, por ejemplo median-
te el uso de rellenos, platos u otros dispositivos de contac-
5 to vapor-líquido.

La unidad evaporadora del hidrocarburo o del agente
de arrastre está preferiblemente separada de la columna de -
regeneración (como muestra el dibujo) para efectuar la evapo-
ración fuera del contacto con el desecante. Puede proveerse
10 una unidad evaporadora en la base de la columna de regenera-
ción mediante un control apropiado del nivel del líquido y
mediante la colocación apropiada de elementos de calefacción
para garantizar que solamente el hidrocarburo está en contac-
to directo con la fuente de calor utilizada para evaporar.

15 La regeneración puede llevarse a cabo a vacío, a la
presión atmosférica o bajo una presión superpuesta.

El punto de ebullición del líquido desecante que pue-
de ser secado o regenerado mediante este procedimiento no im-
pone ninguna limitación. Solamente es necesario que el hidro-
carburo líquido, o agente de arrastre, tenga un punto de ebu-
llición normal, preferiblemente por encima de alrededor de
20 65°C y por debajo de la temperatura de descomposición del de-
secante, que sea estable a su temperatura de ebullición, que
no reaccione con el agua ni con el desecante y que sea sufi-
cientemente inmisible con el agua y con el líquido desecan-
25 te para formar dos fases líquidas, una en el condensado que
sale por la parte superior y otra en el efluente de la base
de la unidad de regeneración.

El dibujo es una descripción esquemática del procedi-
30 miento. Una solución absorbente húmeda o enriquecida entra en

1 la porción superior de la columna de regeneración 10, a través del conducto 11. La columna 10 puede ser una columna re-
5 llena, un plato borboteador, un plato de tabiques, una columna con platos en forma de tamices u otro dispositivo de contacto vapor-líquido. El desecante húmedo desciende por la acción de la gravedad. En el rehervidor 12 se evapora un hidrocarburo normalmente líquido o agente de arrastre que pasa por el conducto 13 a la porción inferior de la columna 10. El
10 rehervidor 12 dispone de un elemento de calefacción 14, en este caso un serpentín, para el paso de vapor de agua u otro medio de calefacción fluido, procedente de una fuente no mostrada. Sin embargo, se entiende que puede utilizarse también cualquier otra fuente de calor tal como una resistencia eléctrica, una llama directa o la circulación de un medio cambiador de calor distinto del vapor de agua, Los vapores del hidrocarburo ascienden por la columna 10 y sirven para calentar el desecante descendente a una temperatura próxima a la de ebullición del hidrocarburo vaporizado bajo las condiciones de presión empleadas. Esta temperatura también se encuentra por debajo de la temperatura crítica superior de disolución de la mezcla de hidrocarburo-desecante y por encima de la temperatura crítica inferior de disolución de la mezcla, si existe ésta. Una mezcla de vapores de agua e hidrocarburo o agente de arrastre, sale por la parte superior de la columna 10 a través del conducto 15 hasta el refrigerante 16, mostrado aquí con un respiradero atmosférico 17. El condensado atraviesa el conducto 18 hasta el separador 19. En el separador se forman dos fases líquidas o capas. La capa hidrocarburo
20 25. nada 20 atraviesa el conducto 21 hasta el conducto 22, que la devuelve a la parte superior de la columna 10. Si se de-
30

1 sea, el hidrocarburo puede ser retirado del separador 19 por
el conducto 27, sin volver a la columna 10 como reflujo. En
algunos casos donde la solubilidad del agua en el hidrocarburo
5 es baja, v.g. en los hidrocarburos alifáticos C_6-C_{10} , li-
neales y ramificados, el hidrocarburo o una parte del mismo
puede ser devuelta al rehervidor 12 para reciclarlo a través
de un conducto no mostrado. La capa acuosa 23 pasa por el
conducto 24. Una parte del agua es enviada a un sistema de
evacuación a través del conducto 25 y, si es necesario, otra
10 parte es alimentada al conducto 22 a través del conducto 26
para agregar pequeñas cantidades de agua al reflujo de hidro-
carburo con objeto de suprimir las pérdidas de desecante.

El desecante del que se ha separado una gran parte
del agua y el hidrocarburo, que se encuentra en forma líquida,
15 pasan desde la base de la columna 10 al conducto 28, directa-
mente a un segundo separador 29 donde el desecante 30 y el
hidrocarburo 31 se separan formando dos fases líquidas. Desde
el separador 29 la fase hidrocarbonada 31 se pasa por el con-
ducto 32 al rehervidor 12, donde es vaporizada y reciclada a
20 través de la columna. El rehervidor 12 puede contener un sumi-
dero 33 donde pueden recogerse pequeñas cantidades de desecan-
te arrastradas al rehervidor en solución en el hidrocarburo y
devolverse al separador 29 por el conducto 34. En algunos ca-
sos, puede ser interesante colocar un cambiador de calor (no
25 mostrado) entre la salida inferior de la columna 10 y el se-
parador 29 para mantener las condiciones de temperatura que
garantizan la separación de fases.

El desecante seco atraviesa el conducto 35 y normalmen-
te la válvula 36 hasta el conducto 37 para ser reciclado a tra-
30 vés de una unidad secadora de gas. Si se desea reducir el con-

1 tenido en hidrocarburo del desecante, la válvula 36 se cierra
total o parcialmente y la válvula 38 del conducto 39 se abre
parcial o totalmente. De esta forma, parte o la totalidad del
desecante seco pasa al tambor 40 de evaporación instantánea,
5 que está conectado por el conducto 41 a un condensador 42
provisto de una fuente de vacío 43. El hidrocarburo condensa-
do y el desecante abandonan el condensador mediante la bomba
44 a través del conducto 45 donde el condensado es reciclado,
preferiblemente, a la corriente de alimentación 11. Después
10 de evaporado, el desecante es bombeado desde el tambor 40 de
evaporación instantánea mediante la bomba 46 al conducto 37
para ser reciclado a la operación de secado del gas.

 El desecante líquido puede ser cualquier material
líquido higroscópico. Son desecantes representativos los po-
15 lioles solos o en mezclas. Son típicos de estos polioles el
etilenglicol, los propilenglicoles, los butilenglicoles, los
pentilenglicoles, el glicerol, trimetilolpropano, diétilen-
glicol, trietilenglicol, tetraetilenglicol, dipropilenglicol,
tripropilenglicol, tetrapropilenglicol y mezclas de éstos.
20 Estos glicoles contienen de 2 a 12 átomos de carbono.

 También pueden incluirse los compuestos poliólicos
que son normalmente sólidos pero que son solubles en polioles
líquidos esencialmente anhidros o en hidroxilaminas líquidas.
Son representantes típicos de estos sólidos el eritritol,
25 sorbitol, pentaeritritol y los azúcares de bajo peso molecu-
lar. Las alcanolamidas típicas son la monoetanolamina, dieta-
nolamina, trietanolamina, isopropanolamina, incluidas la mo-
no, di y tri-isopropanolamina o la diglicolamina. Las alca-
nolaminas pueden contener de 2 a unos 9 átomos de carbono.

30 Otros desecantes y/o absorbentes de gases ácidos son

1 la N-metilpirrolidona y sus derivados alquílicos, el sulfola-
no (tetrametilensulfóxido) y sus derivados alquílicos. Pueden
utilizarse mezclas de cualquiera de los desecantes anteriores
5 en cualquier proporción. Las alcanolaminas, la N-metilpirroli-
dona y el sulfolano también son útiles como abosrbentes de
gases ácidos. Las N-metilpirrolidonas y los sulflanos son es-
pecialmente útiles para estos fines cuando se mezclan con una
alcanolamina con o sin glicol.

10 Los hidrocarburos alifáticos líquidos, o agentes de
arrastre, pueden ser hidrocarburos líquidos como alcanos, ci-
cloalcanos, alquenos y cicloalquenos con puntos de ebullición
normales comprendidos entre 65° y 235°C. Los hidrocarburos
pueden ser componentes puros o mezclas de componentes puros
15 o una fracción de petróleo adecuada como nafta. El punto de
ebullición del hidrocarburo no debe sobrepasar la temperatura
de descomposición del compuesto menos estable del desecante.
Esta temperatura es alrededor de 300°F (149°C) para la monoeta-
nolamina y alrededor de 350°F (177°C) para la dietanolamina.
20 Los glicoles líquidos habitualmente presentan cierta descompo-
sición si se mantienen a sus temperaturas de ebullición atmos-
férica. Esta descomposición puede ser acelerada por la pre-
sencia de oxígeno o por contacto con ciertos metales.

25 Los hidrocarburos representativos son los monoalque-
nos y alcanos de cadena lineal y ramificada que contienen de
6 a 7 átomos de carbono, los monalquenos y alcanos de 8 áto-
mos de carbon o, los monalquenos y alcanos de 9 átomos de car-
bono, los monalquenos y alcanos de 10 átomos de carbono y las
mezclas de los mismos, todos ellos con un punto de ebulli-
30 ción normal de 65°C o más. Los hidrocarburos aromáticos re-
presentativos son benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, cu-

1 meno, butilbencenos, dietilbencenos, trietilbencenos y simi-
lares. Los hidrocarburos aromáticos tienen un intervalo de
ebullición de 80 a 235°C aproximadamente. Pueden utilizarse
5 mezclas de hidrocarburos alifáticos y aromáticos. Si alguno
de los alquenos anteriores tiende a homopolimerizarse o copo-
limerizarse, puede agregarse una pequeña cantidad de un inhi-
bidor conocido de la polimerización. Preferiblemente el inhibi-
dor será suficientemente volátil para inhibir la polimeriza-
ción en las fases líquida y vapor.

10 Independientemente de la presión, las temperaturas en
la columna de regeneración pueden mantenerse por debajo del
punto de descomposición del desecante o absorbente específico
que está siendo regenerado. Así, cuando el desecante es trieti-
lenglicol y el agente de arrastre es un hidrocarburo alifático,
15 como n-octano, pueden utilizarse temperaturas de 204-235°C a
87-100 psia (5,9-6,8 atm.absolutas). Si el desecante es una
mezcla de trietilenglicol y dietanolamina y el agente de arras-
tre es n-octano, no debe pasarse de una temperatura de unos
135-150°C independientemente del hidrocarburo empleado. Esto
20 corresponde a una presión de alrededor de 18,5 psia (1,25
atm.absolutas) para el n-octano a 135°C. La presión en la ca-
beza de la columna de regeneración es preferiblemente algo
superior a la atmosférica, es decir, la autógena pero puede
llegar a ser de 350 psia (23,8 atm.absolutas).

25 Se introduce en un dispositivo de medida una alimen-
tación rica en agua conteniendo calidades comerciales de gli-
col, alcanolaminas u otro desecante y alrededor de 10 partes
en peso de agua y se alimenta a una velocidad aproximadamente
constante a una columna de 4 pies (1,2 m) x 3 pulgadas (7,6 cm)
30 de diámetro interno, rellena de silletas Intalox. Salvo indica

1 ción en contrario en los siguientes ejemplos, se cargan apro-
ximadamente 3 litros del agente de arrastre hidrocarbonado
en un rehervidor de unos 5 litros de capacidad y se lleva a
su temperatura de ebullición mediante calefacción eléctrica
5 externa. Después de que los vapores de hidrocarburo comienzan
a licuarse en el refrigerante situado en la parte superior,
se introduce el desecante rico en agua en la cima de la co-
lumna y se ajusta la velocidad de ebullición del hidrocarburo
para mantener la temperatura de cabezas deseada en la par-
10 te superior de la columna. Se dejan transcurrir alrededor
de 4 horas para asegurarse de que se ha alcanzado el estado
estacionario.

Los vapores de la columna están constituidos esencial-
mente por agua e hidrocarburo. Estos se condensan y pasan al
15 separador de hidrocarburo-agua. El condensado acuoso se envía
a una probeta graduada y la fase hidrocarbonada líquida se
devuelve a la parte superior de la columna con la alimenta-
ción de agua-desecante húmedo.

Se registra el volumen de agua recogido y se calcula
20 el volumen medio recuperado por hora.

La mezcla bifásica pobre o de desecante seco-hidrocar-
buro que sale por el fondo de la columna pasa a un separador
de desecante-hidrocarburo. El desecante se bombea desde el
separador a caudal controlado para mantener una posición ca-
25 si constante de la interfase desecante-hidrocarburo. El hidro-
carburo se devuelve al rehervidor y se evapora. Cuando se uti-
lizan hidrocarburos alifáticos líquidos como agente de arras-
tre, su solubilidad en el desecante es bastante baja y el de-
secante regenerado o seco procedente del fondo de la columna
30 puede ser reciclado de nuevo a la operación de absorción de

1 agua. Los hidrocarburos aromáticos son algo más solubles en el
desecante y su separación de los mismos puede ser conveniente
en algunos casos. Si es así, debe utilizarse ventajosamente el
sistema de evaporación instantánea a vacío antes descrito. Los
5 ejemplos dados a continuación se realizaron todos sin aplicar
vacío ni presión superpuesta, es decir, bajo la presión autóge-
na del sistema. Las partes y porcentajes se dan en peso salvo
indicación en contrario. Los ejemplos se destinan a ilustrar
la invención pero no a limitarla.

10

EJEMPLO 1

15

20

25

30

En la parte superior de la columna se introduce una
mezcla de 90 % en peso de trietilenglicol y 10 % en peso de
agua a un caudal medio de 789 ml por hora. Cerca de la
base de la columna se introducen vapores de n-octano proceden-
tes del rehervidor. La temperatura del n-octano hirviente es
de 129,5°C. La temperatura del centro de la columna es de
126°C y la temperatura de la parte superior es de 109,5°C.
Los vapores que salen por la parte superior de la columna en-
tran en un refrigerante enfriado por agua y el condensado flu-
ye a un separador donde se forma una capa acuosa y una capa
hidrocarbonada. El agua es retirada continuamente del separa-
dor por rebosamiento. El hidrocarburo condensado se devuelve a
la parte superior de la columna. Durante la operación, se re-
coge el agua en una probeta graduada a un caudal medio de al-
rededor de 81,8 ml por hora. El análisis del trietilenglicol
seco muestreado cada 2 horas da valores comprendidos entre
0,22 % y 0,34 % en peso, con un promedio de 0,28 % en 8 mues-
tras.

Los datos publicados indican que sería necesaria una
temperatura de alrededor de 260°C para reducir el contenido

1 en agua del trietilenglicol a un nivel del 0,28 % por destilación atmosférica convencional.

EJEMPLO 2

5 Se realizó una serie de operaciones en la columna antes descrita en las que se controló la temperatura de la parte superior ya fuera aumentando el caudal de vapor o reduciendo la cantidad de glicol húmedo introducida. Este último estaba constituido por una mezcla de 90 % en peso de trietilenglicol y 10 % de agua. El agente de arrastre del agua era el n-octano. Los datos obtenidos durante estos ensayos se encuentran tabulados a continuación, dándose los caudales de alimentación y el agua recogida en promedios horarios en mililitros.

15

Caudal de alimentación de glicol húmedo	<u>Temperatura, °C</u>				% de agua en el glicol seco
	<u>Agua recogida</u>	<u>Rehervidor</u>	<u>Centro de la columna</u>	<u>Parte superior</u>	
806,3	87,2	129,0	125	110	0,54
787,5	89,2	129,5	126	120	0,46
391,7	47,3	129,0	127	121,8	0,27

20 El contenido en agua era el promedio de dos muestras, tomada cada una de ellas al cabo de un periodo de 2 horas.

Estos datos indican que a medida que aumenta la temperatura de la parte superior, disminuye la cantidad de agua en el desecante seco.

25 EJEMPLO 3

30 El agente de arrastre en este caso era una nafta de petróleo esencialmente no aromática, de primera destilación, con una densidad API de 70,8 y un intervalo de ebullición ASTM de 88 a 312°F (31 a 155°C). Antes de usarla, se separaron de la fracción de petróleo las sustancias ligeras que her-

1 yían hasta 75°C, La fuente de nafta era una mezcla de 80 %
de petróleo crudo de Canadá y 20 % de Michigan,

5 La alimentación de desecante húmedo era una mezcla de
90 % en peso de trietilenglicol y 10 % en peso de agua. La
alimentación de agua-glicol a la columna era de 765,6 ml por
hora, por término medio. El agua se recogió a un caudal me-
dio de unos 88,8 ml por hora. La temperatura de los vapores
rehervidos oscilaba entre 150 y 170°C, la temperatura del cen-
tro de la columna oscilaba entre 112 y 140°C y la temperatura
10 en la parte superior presentaba un valor casi constante de
81,5°C. Después de seco, el trietilenglicol contenía 0,56 %
en peso de agua, con una gama entre las cuatro muestras de
0,46 a 0,64 %.

EJEMPLO 4

15 En este ejemplo, se pone de manifiesto el secado del
trietilenglicol con una mezcla hidrocarbonada limpia, suminis-
trada continuamente. El agente de arrastre del agua en este
ejemplo era nafta pesada, es decir, una fracción nafténica
de alimentación del reformador obtenida de una mezcla de 80 %
20 de petróleo crudo canadiense y 20 % de petróleo crudo de Mi-
chigan, con una densidad API de 52,3 y un intervalo de ebulli-
ción ASTM de 204 a 356°F (95 a 180°C).

25 La nafta pesada se introdujo a través de la parte su-
perior de la columna junto con una mezcla de 10 % de agua y
90 % en peso de trietilenglicol. El hidrocarburo recogido en
el separador situado en la parte superior fué despreciado has-
ta que se alcanzaron las condiciones de equilibrio. Cuando se
alcanzaron temperaturas constantes en las diversas secciones
de la columna, se interrumpió la alimentación de nafta y el
30 hidrocarburo del separador de la parte superior se recicló a

1 través de un sistema de alimentación independiente. De esta
forma, se simuló una alimentación continua de nafta.

5 La temperatura de la nafta en el rehervidor era de
170°C, la temperatura en el centro de la columna era de 161°C
y la temperatura en la parte superior era de 129°C. Cinco mues-
tras del trietilenglicol seco presentaron un contenido en agua
comprendido entre 0,015 y 0,116 % en peso, con un promedio de
0,074 %.

10 Si la mezcla de alimentación de 10 % de agua y 90 %
de trietilenglicol hubiera sido destilada a la presión atmos-
férica en un proceso de destilación convencional, la temperatu-
ra requerida en el rehervidor del trietilenglicol para obtener
un producto conteniendo 0,074 % de agua y 99,926 % de trieti-
15 lenglicol se calcula en 281°C, lo que representa 111°C más
alta que la temperatura de 129°C alcanzada en estos ejemplos.
La temperatura de 281°C es alrededor de 70 a 80°C más alta
que la temperatura de descomposición térmica del trietilengli-
col.

20 EJEMPLO 5

En este ejemplo se introdujo en la columna una mezcla
al 90 % en peso de trietilenglicol y 10 % de agua, a un caudal
medio de 781,3 ml por hora. El agente de arrastre estaba cons-
tituido por una mezcla de alrededor de 250 ml de benceno y
25. 3000 ml de n-octano. La temperatura del hidrocarburo hirviente
era de 127,0°C, la temperatura del centro de la columna osci-
laba entre 98 y 105°C y la temperatura de la parte superior
era de 75,5°C. Se recoñó el agua a un caudal de alrededor de
92,0 ml por hora. El desecante seco contenfa 0,11 % en peso
30 de agua.

1

EJEMPLO 6

5

10

Se introdujo en la columna una solución conteniendo 10 % en peso de agua y 90 % en peso de dietanolamina, a un caudal promedio de 787,5 ml por hora. El agente de arrastre era n-octano (p.e. 129,4°C). La temperatura del centro de la columna era 125°C y la temperatura de la parte superior 108,8°C. Cuatro muestras de la alcanolamina seca contenían de 0,76 a 0,85 % de agua, con un promedio de 0,83 % para las cuatro muestras. Se calcula que sería necesaria una temperatura de 238°C para obtener una sequedad comparable por destilación atmosférica de la alcanolamina.

EJEMPLO 7

15

20

25

Este ejemplo demuestra que el CO₂ y el agua pueden ser arrastrados de una alcanolamina acuosa mediante este procedimiento, empleando n-octano como hidrocarburo de arrastre. Se introdujo en la columna una alimentación constituida por 83,7 % en peso de dietanolamina, 9,3 % de agua y 7,0 % de CO₂ (alrededor de 0,2 moles de CO₂ por mol de amina), a un caudal promedio de 756,3 ml por hora. El agua recogida fué 71,1 ml por hora por término medio. La temperatura del líquido del rehervidor era de 129,6°C, la temperatura del centro de la columna era de 124°C y la temperatura en la parte superior era de 104,6°C. La amina en las colas de la columna contenía un promedio de solamente 0,011 moles de CO₂ por mol de alcanolamina y 1,96 % de agua. Se calcula que se requeriría una temperatura de 202°C para conseguir una amina seca comparable por destilación atmosférica.

EJEMPLO 8

30

Se introdujo en la columna una mezcla de 72 % en peso de trietilenglicol, 18 % de dietanolamina y 10 % de agua a un

1 promedio de 771,9 ml por hora. El agua se recogió en el se-
parador de la parte superior a un promedio de 78,6 ml por
hora. Las temperaturas en la columna, utilizando n-octano
5 como agente de arrastre, fueron 127°C en el rehervidor, 115°C
en el centro de la columna y 100°C en la parte superior. La
mezcla seca del fondo de la columna contenía 0,47 % de agua.

EJEMPLO 9

Se introdujo en la columna una mezcla de 90 % en peso
de dietanolamina y 10 % de agua, a un caudal promedio de
10 787,5 ml por hora. Se recogió el agua en el separador de la
parte superior a un promedio de 85,4 ml por hora. El agente
de arrastre hidrocarbonado era xileno. La temperatura en el
rehervidor era de 136°C, la temperatura en el centro de la
columna era de 134°C y la temperatura en la parte superior
15 era de 120°C. Se encontró que la dietanolamina contenía
0,04 % en peso de agua y alrededor de 8,23 % en peso de hidro-
carburo. Como se ha indicado antes, si se desea obtener una
dietanolamina esencialmente exenta de hidrocarburos para re-
ciclarla a la operación de absorción, la dietanolamina puede
20 pasar por un tambor de evaporación instantánea donde es evapo-
rado el hidrocarburo, reduciendo así al mínimo la cantidad
de hidrocarburo en la dietanolamina seca para reciclarla al
absorbente.

EJEMPLO 10

25 Este ejemplo indica que pueden separarse el H₂S y el
agua de un absorbente de gases ácidos-desecante líquido me-
diante el procedimiento de esta invención.

Se introdujo en la columna una mezcla de 87,5 % en pe-
so de dietanolamina, 9,7 % de agua y 2,8 % de H₂S, a un caudal
30 promedio de 803,6 ml por hora. El agua se recogió en el sepa-

1 rador de la parte superior a un promedio de 85,3 ml por hora.
El agente de arrastre hidrocarbonado era n-octano. Las tempe-
raturas en el rehervidor, en el centro de la columna y en la
5 parte superior de la misma fueron respectivamente 132°C,
127°C y 115°C. La fase de dietanolamina del fondo de la colum-
na contenía 0,64 % en peso de agua y 0,0125 % de H₂S.

En todos los casos, el contenido en agua del desecante seco fué determinado por el método Fisher.

10 Mediante el procedimiento de esta invención pueden se-
carse cualquiera de los glicoles, alcanolaminas, N-alquilpi-
rrolidonas o sulfolanos mencionados anteriormente como dese-
cantes, solos o en mezcla.

15 Además del agua, los desecantes que reaccionan reyer-
siblemente con los gases ácidos o que los absorben físicamen-
te pueden ser secados y liberados del gas ácido por los pro-
cedimientos antes ilustrados.

20 Puede utilizarse cualquier hidrocarburo que no sea
apreciablemente miscible con el agente desecante para arras-
trar el agua del gas ácido de un desecante rico en agua y/o
gas ácido.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

25 1. Un método de regeneración de desecantes líquidos
o de desecantes líquidos absorbentes de gases ácidos o mez-
clas de los mismos, que comprende las operaciones de introdu-
cir un absorbente líquido enriquecido en una porción superior
de una columna de regeneración, evaporar por la acción del
30 calor un hidrocarburo o mezcla de hidrocarburos normalmente
líquidos, esencialmente insolubles en el desecante seco y en

1 agua, cuyos hidrocarburos tienen una temperatura de ebullición por debajo de la temperatura crítica superior de disolución y por encima de la temperatura crítica inferior de disolución de la mezcla de desecante y el citado hidrocarburo bajo las condiciones de presión empleadas, hacer ascender los vapores a través del absorbente líquido enriquecido, siendo dichos vapores la única fuente de calor agregada para la regeneración del desecante, condensar los vapores que salen de la parte superior del regenerador fuera del contacto directo con el absorbente líquido enriquecido, separar el hidrocarburo líquido del agua, pasar una mezcla líquida de dos fases desde el regenerador a un separador para formar una fase desecante pura y una fase hidrocarbonada líquida, pasar la fase hidrocarbonada a un evaporador donde la fase hidrocarbonada se calienta y evapora para reciclarla al regenerador y retirar la fase de desecante pura del separador.

2. Un método según la Reivindicación 1, donde el hidrocarburo es alifático y hierve dentro de un intervalo comprendido entre 65°C y 235°C a la presión atmosférica pero no por encima de la temperatura de descomposición del compuesto menos estable del desecante.

3. Un método según la Reivindicación 2, donde el hidrocarburo es n-octano.

4. Un método según la Reivindicación 1, donde el hidrocarburo es una nafta ligera o pesada.

5. Un método según la Reivindicación 1, donde el hidrocarburo es aromático y tiene un intervalo de ebullición de 80 a 235°C.

6. Un método según la Reivindicación 5, donde el hidrocarburo es xileno, tolueno o benceno.

- 1 7. Un método según la Reivindicación 1, donde el hidrocarburo es una mezcla de hidrocarburos alifáticos y aromáticos.
- 5 8. Un método según la Reivindicación 7, donde la mezcla está constituida por n-octano y benceno,
9. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, donde el absorbente es un glicol.
- 10 10. Un método según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 8, donde el absorbente es una mezcla de un glicol de 2 a 12 átomos de carbono y una alcanolamina de 2 a 9 átomos de carbono.
11. Un método según las Reivindicaciones 9 o 10, donde el absorbente contiene N-metilpirrolidona o sulfolano,
- 15 12. Un método según la Reivindicación 9, donde el glicol contiene de 2 a 12 átomos de carbono,
13. Un método según la Reivindicación 12, donde el glicol es trietilenglicol.
14. Un método según la Reivindicación 10, donde el glicol es trietilenglicol y la alcanolamina es dietanolamina.
- 20 15. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, donde la presión de regeneración oscila entre la autógena y alrededor de 350 psia (23,8 atm absolutas),
16. Un método según la Reivindicación 15, donde la presión de regeneración es la autógena.
- 25 17. Un método según la Reivindicación 10, donde el absorbente sometido a regeneración es una mezcla de alcanolamina y un gas ácido, donde el gas ácido es por lo menos uno de los compuestos CO₂, H₂S, mercaptanos de bajo peso molecular, COS o CS₂.
- 30 18. Un método según la Reivindicación 1, donde el absor

bente es diglicolamina o dietanolamina.

1

19. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, donde por lo menos una parte del condensado hidrocarbonado de la parte superior es devuelta a la columna de regeneración como reflujo.

5

20.- Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita por: UN METODO DE REGENERACION DE DESECANTES LIQUIDOS O DE DESECANTES LIQUIDOS ABSORBENTES DE GASES ACIDOS O MEZCLAS DE LOS MISMOS/.

10

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de veinticinco páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 23 de Febrero de 1976

BERNARDO UNGRIA

15

P.P.



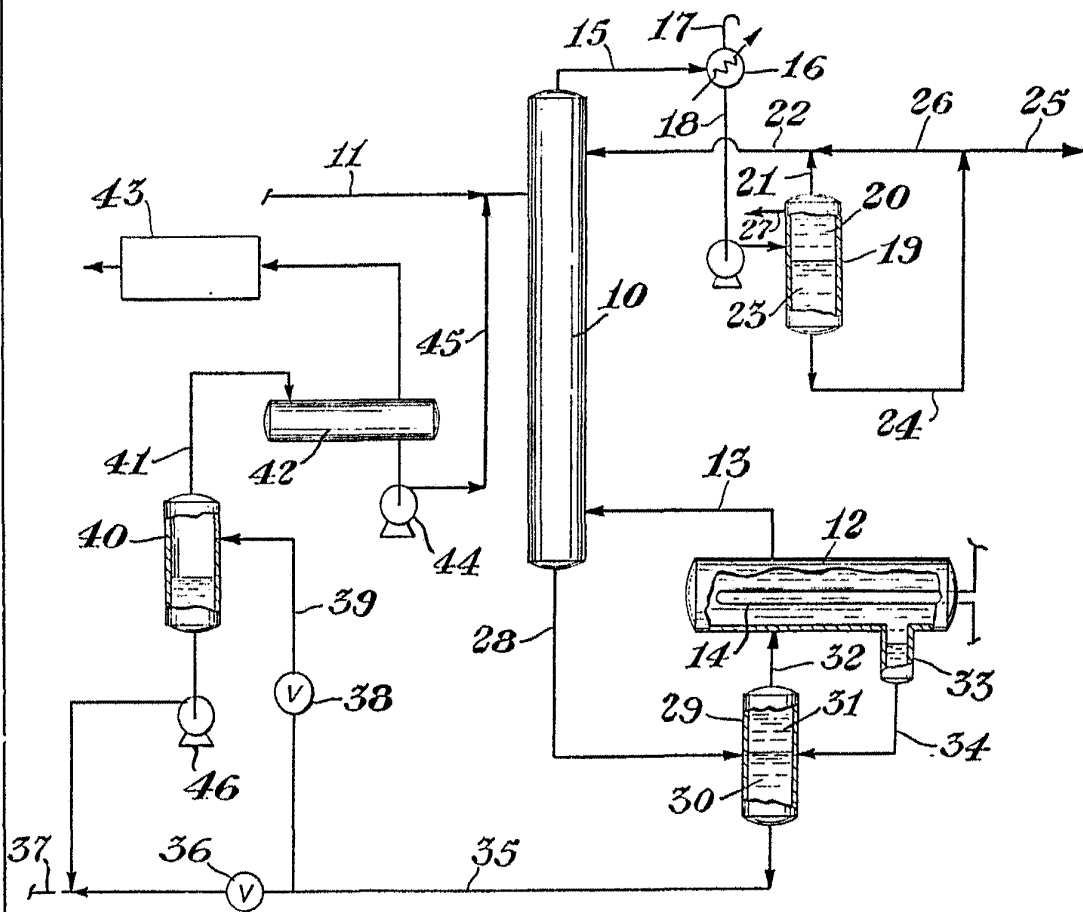
20

25 .

30



D1



ESCALA VARIABLE

Madrid, 23 de Febrero 1.976

BERNARDO UNGRIA

P.D.