

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 368 762**

51 Int. Cl.:

**C07C 7/11** (2006.01)

**C07C 9/04** (2006.01)

**B01D 53/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07001956 .7**

96 Fecha de presentación: **30.01.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **1953130**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **06.08.2008**

54 Título: **PROCEDIMIENTO E INSTALACIÓN PARA EL TRATAMIENTO DE GASES BRUTOS CON CONTENIDO DE METANO Y DIÓXIDO DE CARBONO, CONCRETAMENTE BIOGÁS, PARA LA OBTENCIÓN DE METANO.**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**22.11.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**22.11.2011**

73 Titular/es:  
**MT-Biomethan GmbH  
Ludwig-Elsbett-Strasse 1  
27404 Zeven, DE**

72 Inventor/es:  
**Günther, Lothar**

74 Agente: **Tomas Gil, Tesifonte Enrique**

ES 2 368 762 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## ES 2 368 762 T3

### DESCRIPCIÓN

Procedimiento e instalación para el tratamiento de gases brutos con contenido de metano y dióxido de carbono, concretamente biogás, para la obtención de metano.

[0001] La invención se refiere a un procedimiento para el tratamiento de gases brutos con contenido de metano y dióxido de carbono, en particular biogás, para la obtención de metano y una instalación adecuada para la ejecución del procedimiento.

[0002] El biogás se produce por la fermentación anaerobia (sin oxígeno) de material orgánico y se utiliza como fuente de energía renovable. Dependiendo de las materias utilizadas, materias primas con biomasa, abono, como estiércol líquido y estiércol, materias primas renovables, se distingue entre gas de clarificación, gas de vertedero y biogás.

[0003] Mediante procesos termoquímicos en la industria, como la gasificación, también se obtienen gases con contenido de metano.

[0004] También el gas de refinería que resulta de la destilación de petróleo crudo contiene metano.

[0005] Los gases antes mencionados contienen además dióxido de carbono y sulfuro de hidrógeno, así como pequeñas cantidades restantes de otras sustancias químicas.

[0006] Del documento DE 10 200 051 952 B3 se conoce un procedimiento para la fabricación de metano y dióxido de carbono líquido a partir de gas de refinería y/o biogás. El gas crudo se purifica en un paso previo (eliminación de impurezas como NH<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>S, SO<sub>2</sub> y COS) y a continuación se suministra a una columna de absorción, en la que bajo una presión preferiblemente de 5 hasta 30 bar, con el empleo de una solución de lavado que contiene aminas, se liga en la solución de lavado el dióxido de carbono que contiene el gas bruto. El gas purificado resultante contiene aprox. 98% de volumen de metano y se puede suministrar en una reutilización directa. La solución de lavado contaminada se prepara regenerativamente bajo presión y a temperaturas elevadas (de 180 a 230 °C) en una columna de desorción.

[0007] La desventaja de este modo de proceder consiste en que el gas bruto debe someterse a un prelavado y el metano obtenido sólo posee una pureza de hasta el 98%, y la regeneración de la solución de lavado requiere un alto gasto de energía. Además, la realización del lavado con amina del gas bruto bajo una presión elevada está unida desde el punto de vista técnico con un gasto de equipo alto.

[0008] La invención se basa en la tarea de crear un procedimiento para el tratamiento de gases brutos que contienen metano y dióxido de carbono, especialmente biogás, para conseguir la extracción de metano, que se distinga por una rentabilidad mejorada y con el que se obtenga una mayor pureza del metano, con un volumen de más del 99,5% y simultáneamente se pueda disminuir notablemente la demanda energética para la regeneración de la solución de lavado. Además debe crearse una instalación adecuada para la ejecución del procedimiento. Según la invención, la tarea se resuelve con las características del procedimiento indicadas en la reivindicación 1. En las reivindicaciones 2 hasta 9 se indican perfeccionamientos ventajosos del procedimiento. Una instalación adecuada para llevar a cabo el procedimiento es objeto de la reivindicación 10. Definiciones más detalladas ventajosas de la instalación se recogen en las reivindicaciones 11 hasta 15.

[0009] Según el método propuesto, se somete el gas bruto, preferiblemente biogás, a una presión atmosférica o una leve presión negativa (de hasta 50mbar), preferiblemente de -20 (presión negativa) a 150 mbar, a un lavado de uno o varios pasos con una solución de lavado con aminas con una concentración de aminas de como mínimo un 15% a temperatura normal o a temperaturas de hasta 100°C, preferiblemente de 20 hasta 60 °C. Del flujo de gas puro de metano y agua que surge en la fase de lavado, se separa el agua mediante un posterior enfriamiento y condensación, y en caso necesario se devuelve al ciclo de lavado.

[0010] La solución de lavado se recircula y se somete a una reelaboración regenerativa especial, que lleva a una pureza especialmente alta de la solución de lavado.

[0011] Para ello, se comprime la solución de lavado contaminada con CO<sub>2</sub> y compuestos sulfúricos retirada de la fase de lavado, hasta una presión de reacción de al menos 4 bar, preferiblemente de 8 hasta 12 bar, y se calienta a una temperatura por encima de los 120 °C. A continuación, ésta se expande en una primera fase de expansión a una presión de 1 hasta 3 bar por debajo de la presión de reacción. En cumplimiento de una duración de la reacción posterior de 280 hasta 1200 segundos y de una temperatura de reacción constante, la mayor parte del CO<sub>2</sub> y de los compuestos sulfúricos se pueden separar de la solución de lavado como un flujo de gas. En esta primera fase de expansión, el CO<sub>2</sub> químicamente ligado se separa en la fase líquida y escapa. La solución de lavado purificada resultante se enfría a temperaturas por debajo de los 50°C, y en una segunda fase de expansión, se expande a presión atmosférica. En esta segunda fase de expansión, por tanto, todavía se pueden separar cantidades restantes de CO<sub>2</sub> soluble y compuestos sulfúricos. En la segunda fase de

## ES 2 368 762 T3

- expansión se da, con las condiciones presentes (temperatura y presión), una solución de refuerzo de CO<sub>2</sub> aún ligado físicamente, que escapa de la solución de lavado. La solución de lavado posee ahora un grado máximo posible de pureza. A continuación, la solución de lavado completamente purificada se enfría a temperatura normal y se devuelve a la fase de lavado para separar el metano del biogás. Debido a la forma de recirculación necesaria de la solución de lavado, el metano separado en la fase de lavado, sólo puede alcanzar una pureza de al menos un 99,5%, cuando la solución de lavado posee una pureza correspondiente alta.
- 5
- [0012] Con el método propuesto, es posible por primera vez obtener metano de biogás con una pureza tan alta.
- 10
- [0013] En una separación de varios pasos del metano en el marco de lavado de amina, debería utilizarse en la primera fase, más del 50% de la cantidad necesaria en total de solución de lavado. Es conveniente combinar las soluciones de lavado de las etapas de lavado individuales antes de la reelaboración regenerativa.
- 15
- [0014] Para el calentamiento de la solución de lavado a la temperatura de reacción necesaria, es ventajoso llevarla a cabo en dos etapas mediante intercambiadores de calor calentados indirectamente. En este caso, se puede utilizar la solución de lavado caliente separada en la primera fase de expansión como medio de transferencia térmica para al menos uno de los intercambiadores de calor. Dependiendo de la temperatura de la solución de lavado, ésta se utiliza preferiblemente como medio de transferencia térmica para el primer intercambiador de calor, puesto que tiene la ventaja de que ésta se puede enfriar al mismo tiempo a la temperatura deseada de al menos 50 °C. Esto es de una gran ventaja en términos energéticos para la economía del procedimiento. En la primera fase de expansión se pueden separar más del 95% de los componentes de CO<sub>2</sub> y compuestos sulfúricos ligados en la solución de lavado.
- 20
- [0015] El flujo de gas separado en la primera fase de expansión que contiene CO<sub>2</sub> y compuestos sulfúricos se conduce a través de dos intercambiadores de calor conectados en serie y se enfría a temperatura normal. El agua utilizada como medio de transferencia térmica en el primer intercambiador de calor se calienta en dicho proceso a una temperatura notablemente mayor, y el agua caliente así obtenida puede ser utilizada de forma efectiva para otros fines. De esta manera se recupera aprox. el 60% de la energía térmica añadida justo antes de la primera fase de expansión.
- 25
- [0016] Una vez efectuada la refrigeración del flujo de gas, se separa el agua de éste en un separador conectado a continuación, que se reconduce nuevamente al circuito de la solución de lavado, mediante la introducción en el separador de la segunda fase de expansión. El flujo de gas anhidro (CO<sub>2</sub> y compuestos sulfúricos) se expulsa bajo presión regulada, p.ej. al entorno. Con un contenido de azufre demasiado alto en el flujo de gas, éste se desulfuriza en una instalación de desulfuración conectada.
- 30
- [0017] Los tiempos de reacción en la primera fase de expansión se pueden reducir aún más con un tratamiento de ultrasonido de la solución de lavado. El periodo de permanencia en esta fase se puede reducir en aprox. un 30% con el mismo resultado.
- 35
- [0018] Una instalación adecuada para la ejecución del método consiste en una columna de lavado de una o varias fases para separar el metano del gas bruto que se va a tratar. La columna de lavado se comunica con un conducto de circulación para la solución de lavado. En éste se integran en la dirección del flujo de la solución de lavado una primera bomba de circulación, después al menos un intercambiador de calor para el calentamiento de la solución de lavado y, a continuación, un primer y un segundo dispositivo de expansión. En el conducto de salida para la solución de lavado purificada del segundo dispositivo de expansión se integra una segunda bomba de circulación. Además, se integra en el conducto de circulación, después del segundo dispositivo de expansión, un intercambiador de calor para la refrigeración de la solución de lavado a temperatura normal. Tras abandonar este intercambiador de calor, la solución de lavado altamente pura vuelve nuevamente a la columna de lavado.
- 40
- 45
- [0019] Se ha demostrado que es ventajoso, que la solución de lavado se caliente a la temperatura necesaria antes de la introducción en la primera fase de expansión mediante dos intercambiadores de calor conectados en serie. Los dos dispositivos de expansión están conectados por conductos de flujo de gas para la eliminación de CO<sub>2</sub> y compuestos sulfúricos. El conducto de flujo de gas del primer dispositivo de expansión está conectado a un separador, donde entre éste y el separador se interponen dos intercambiadores de calor conectados en serie para la refrigeración del flujo de gas.
- 50
- [0020] El separador está conectado con un conducto para la salida del flujo de gas y un conducto para la transmisión del agua de condensación separada al segundo dispositivo de expansión.
- 55
- [0021] En el conducto para la solución de lavado que sale del primer dispositivo de expansión, se integra al menos uno de los intercambiadores de calor preconnectados, donde la solución de lavado fluye a través de él como medio de transferencia térmica y se enfría simultáneamente. En caso necesario, los conductos de corriente de gas que evacúan los gases con contenido de azufre, se pueden conectar a una instalación de desulfuración.
- 60

## ES 2 368 762 T3

[0022] La instalación propuesta puede utilizarse para un amplio sector de trabajo y se caracteriza por un nivel de rendimiento energético alto.

5 [0023] La invención se explica a continuación con un ejemplo de realización. En el dibujo adjunto se muestra el esquema funcional de una instalación para el tratamiento de biogás.

10 [0024] La instalación mostrada consiste en una columna de lavado K01 de una o varias fases, donde la columna de lavado representada en el dibujo es de una fase. La columna de lavado K01 conectada unida con un conducto 01 para el suministro de biogás. La parte superior de la columna de lavado K01 está provista de un conducto 02 para la evacuación del metano acuoso separado en la columna de lavado K01. En un intercambiador de calor W01 posconectado, se condensa el agua contenida en el metano. A través de un conducto 03 se extrae el metano liberado del agua. En el conducto 03 se integra un separador de agua F03B para la deshumidificación del metano. El agua retirada es conducida a través de un conducto 15 al segundo dispositivo de expansión F03.

15 [0025] El intercambiador de calor W01 se alimenta con agua fría a través de un conducto de circulación 04, que se enfría en un dispositivo de refrigeración no mostrado en detalle.

20 [0026] En la parte inferior de la columna de lavado K01, una solución de lavado en la que se combinan el CO<sub>2</sub> y los compuestos sulfúricos se bombea mediante una bomba de circulación P01, vía un conducto 05, a un primer intercambiador de calor W02, desde éste, a un segundo intercambiador de calor W03 y de éste a un primer dispositivo de expansión F01, en el que la mayor parte del CO<sub>2</sub> y los compuestos sulfúricos se separa de la solución de lavado mediante una expansión flash. Para el mantenimiento constante de la temperatura de reacción necesaria, se integra un intercambiador de calor W04 en el dispositivo de expansión flash F01.

25 [0027] El CO<sub>2</sub> y los compuestos sulfúricos se extraen en la parte superior del dispositivo de expansión flash F01 a través del conducto 06 y se conducen a través de un tercer y cuarto intercambiador de calor W06 y W07 para que se siga enfriando. En un separador F02 posconectado, se travasa el agua condensada a través del conducto 07 y a través de un conducto 08, el CO<sub>2</sub> y los compuestos sulfúricos se expulsan al ambiente mediante presión regulada. El intercambiador de calor W06 se alimenta con agua caliente a través de un conducto de circulación 09 y el intercambiador de calor 07, con agua fría a través de un conducto de circulación 10. Al intercambiador de calor W03 se le suministra y se le retira aceite térmico a través de un conducto de circulación 11. El calor de condensación que se libera durante la expansión flash se utiliza para el calentamiento del intercambiador de calor W06. Aprox. el 60% de la energía térmica suministrada al intercambiador de calor W03 se recupera de esta forma, como agua caliente, que se puede suministrar a un propósito aparte.

35 [0028] A través de un conducto 12 se lleva la solución de lavado caliente purificada desde el dispositivo de expansión flash F01 como medio de transferencia térmica al intercambiador de calor W02, y accede desde éste mediante presión regulada a un segundo dispositivo de expansión, el separador F03. El agua condensada que se produce en el separador F02 se suministra al separador F03 a través del conducto 07 a presión regulada. En éste, se separan el CO<sub>2</sub> y los compuestos sulfúricos que aún contiene la solución de lavado y/o agua condensada y se expulsan al entorno a través del conducto 13. La solución de lavado que se produce en el separador F03 se bombea al intercambiador de calor W05 a través del conducto 14 por medio de la bomba de circulación P02, y después de la refrigeración, se reconduce nuevamente a la columna de lavado K01. Para la refrigeración del intercambiador de calor W05, éste se integra en el conducto de circulación 10 a través de los conductos 10a. La instalación descrita permite un proceso especialmente económico y de ahorro de energía para el tratamiento de biogás.

45 [0029] A continuación, se explica el método de la instalación.

50 [0030] En el marco de una producción de biogás, se produce biogás desulfurizado con anterioridad y del que también se han eliminado otros componentes molestos sin adición de oxígeno o aire. Un biogás convencional posee por ejemplo, la siguiente composición:

Metano	52% del volumen
Dióxido de carbono	44% del volumen
Agua	3% del volumen
Hidrógeno	0,1% del volumen
Compuestos sulfúricos	0,2% del volumen como H <sub>2</sub> S y COS (compuestos sulfúricos orgánicos

o trazas en el área por debajo de 2 ppm de compuestos sulfúricos, amoniaco.

## ES 2 368 762 T3

- 5 [0031] El biogás a tratar (500 Nm<sup>3</sup>/h; N=estado normal) se suministra directamente a la columna de lavado K01 bajo las condiciones dadas a una temperatura de 20 hasta 60 °C (sin prelavado adicional). En ésta, se lleva a cabo bajo presión atmosférica o vacío bajo (-10 hasta 150 mbar) el proceso de lavado para la eliminación del CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S y COS del biogás. Esto se realiza con una solución de lavado, que contiene al menos un componente de amina, preferiblemente dietanolamina, con una concentración del 15 al 50%. La cantidad de solución de lavado utilizada depende de la concentración de amina, la proporción de agua debería ser como mínimo de un 20%. En caso de que una solución de lavado con una concentración de amina del 20% se use para la purificación de 500 Nm<sup>3</sup>/h de biogás, se necesitan aprox. 15 m<sup>3</sup>/h de solución de lavado. En una solución de lavado con un contenido de amina del 30%, la cantidad necesaria es de 9 m<sup>3</sup>/h. Los compuestos sulfúricos y el CO<sub>2</sub> contenidos en el biogás se ligan completamente en la solución de lavado cuando entran en contacto con ella. El biogás purificado que sale de la columna de lavado K01 a través del conducto 02 está compuesto por metano y agua, y una parte restante muy pequeña (0,2% o menor) de CO<sub>2</sub>. En una fase de enfriado posconectada (intercambiador de calor W01) se condensa el agua contenida en el metano.
- 10
- 15 [0032] El agua condensada se reconduce al ciclo de lavado y con esto se ajusta el nivel de agua constante de la solución de lavado. El metano aún húmedo se deshumidifica en un separador de agua F03B, y el agua separada se reconduce a través del conducto 15 al segundo dispositivo de expansión F03.
- 20 [0033] El metano separado tiene una pureza de más del 99,5% del volumen y puede procesarse como metano prácticamente puro al 100% a través de un secado adicional.
- 25 [0034] La solución de lavado que se produce en la base de la columna de lavado K01 (aprox. 15 m<sup>3</sup>/h, concentración de amina del 20%) se comprime a una presión de aprox. 8,5 bar, se dirige mediante la bomba de circulación P01 a un primer intercambiador de calor W02 y en éste, se calienta por medio de intercambio de calor indirecto a una temperatura de aprox. 145 °C. Como medio de intercambio de calor se utiliza una solución de lavado purificada, que se produce después de la expansión Flash F01. La solución de lavado evacuada del intercambiador de calor W02, se calienta a continuación en un segundo intercambiador de calor W03 a una temperatura de aprox. 165 °C. El intercambiador de calor W03 es atravesado por un medio de transferencia térmica externo, como p.ej. aceite térmico.
- 30 [0035] La solución de lavado es a continuación expandida en una primera fase de expansión, del dispositivo de expansión flash F01, a una presión de aprox. 6,5 bar. Con ello, se reduce la proporción del dióxido de carbono y compuestos sulfúricos químicamente ligados en el agua de lavado aprox. a 1/10 durante un tiempo de postreacción de 480 y una temperatura de reacción de aprox. 165 °C. En estas condiciones se reduce la proporción de CO<sub>2</sub> y azufre químicamente ligados de 45 g/l a 5 g/l.
- 35 [0036] En otras condiciones técnicas del procedimiento el tiempo de postreacción también puede ser de 280 s hasta 1200 s, donde los tiempos de postreacción son ventajosos desde el punto de vista de la economía del proceso. El mantenimiento constante de la temperatura de reacción se realiza con un intercambiador de calor W04 integrado en el dispositivo de expansión flash F01. La expansión flash debería ocurrir preferiblemente a una temperatura flash, que esté entre 1 y 10 °C por debajo de la temperatura de evaporación del agua, con una expansión de aprox. 8,5 bar hasta aprox. 6,5 bar y una temperatura de aprox. 165 °C.
- 40 [0037] La solución de lavado purificada, que ya sólo contiene cantidades pequeñas de CO<sub>2</sub> y compuestos sulfúricos y tiene una temperatura de aprox. 165 °C, se añade a través del conducto 12 al intercambiador de calor W02 como medio de transferencia térmica y se enfría al mismo tiempo a una temperatura de 34 °C. A continuación, la solución de lavado se expande en una segunda fase de expansión (separador F03) a presión atmosférica. En éste momento, escapan por la parte superior del separador las cantidades restantes de CO<sub>2</sub> y compuestos de azufre aún contenidas en la solución de lavado que pueden ser expulsadas al entorno. Mediante la bomba de circulación P02 se suministra la solución de lavado completamente purificada al intercambiador de calor W05 y en éste se enfría a temperatura normal, y a continuación se reconduce a la columna de lavado K01.
- 45
- 50 [0038] En la segunda fase de expansión se consigue una solución de refuerzo de CO<sub>2</sub> aún ligado físicamente, que escapa a través del conducto 13. Mediante la segunda fase de expansión F03 se logra un grado máximo posible de pureza de la solución de lavado. Puesto que la solución de lavado circula en el en circuito, y después de la purificación vuelve nuevamente a la fase de lavado K01, su grado de pureza influye en la pureza del metano separado en la fase de lavado. Sólo con un alto grado de pureza de la solución de lavado reconducida, puede lograrse a partir de biogás un metano con una pureza de al menos 99,5%.
- 55
- 60 [0039] En la solución de lavado de gran pureza, queda aprox. un 10% de CO<sub>2</sub> químicamente ligado, que es difícil de separar, con un esfuerzo económico inaceptable.
- [0040] La mezcla de gas de dióxido de carbono, agua y compuestos sulfúricos, que escapa por la parte superior del dispositivo de expansión flash F01, se enfría en el intercambiador de calor W06 a una temperatura de 60 °C y en el

## ES 2 368 762 T3

intercambiador de calor posterior W07 hasta una temperatura normal (aprox. 25 - °C). A continuación se separa agua condensada en el separador F02. Ésta es conducida en una cantidad dosificada a través del conducto 07 al separador F03 y se mezcla en éste con la solución de lavado completamente purificada. La mezcla de gas (CO<sub>2</sub> y compuestos sulfúricos) que escapa por la parte superior del separador F02 se expulsa al entorno mediante presión regulada.

5

[0041] Si la mezcla de gas separada contiene concentraciones altas inadmisibles de compuestos sulfúricos, se realiza una desulfuración posconectada, p.ej. mediante biofiltros, adsorción o como lavado físico/químico o lavado biológico. El tiempo de reacción de la disgregación química de la solución de lavado que tiene lugar en el separador F01 puede acortarse de forma notable con un tratamiento adicional de ultrasonido, por ejemplo en un 70%, con iguales condiciones de temperatura y presión.

10

[0042] Conforme a lo anteriormente mencionado, la fase de lavado K01 para la separación del metano puede comprender varias etapas, preferiblemente dos etapas. Las columnas de lavado necesarias para ello se conectan en serie. En la primera fase de lavado, la cantidad de solución de lavado utilizada, en relación a la cantidad necesaria en total, debería ser de más del 50%. Las soluciones de lavado producidas en ambas etapas de lavado se reúnen y se preparan regenerativamente del modo anterior.

15

[0043] Partiendo de una cantidad de biogás de 500 Nm<sup>3</sup>/h y de una cantidad de solución de lavado (concentración de amina del 20%) de 15 m<sup>3</sup> /h, se obtendrán en las condiciones mencionadas 260 m<sup>3</sup>/h de metano con una pureza de al menos un 99,5%. Mediante el tratamiento regenerativo propuesto, la cantidad utilizada de solución de lavado puede recuperarse casi en un 100% en un grado máximo de pureza y puede reconducirse nuevamente al circuito.

20

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para el tratamiento de gases brutos con contenido de metano y dióxido de carbono para la obtención de metano, donde el gas bruto es tratado para la separación del metano con una solución de lavado con amina, el CO<sub>2</sub> contenido en el gas bruto se liga en la solución de lavado y la solución de lavado contaminada se trata regenerativamente, **caracterizado por el hecho de que**
- a) el gas bruto es sometido a presión atmosférica o presión baja (hasta 50 mbar) a un lavado (K01) de una o varias fases con una solución de lavado con amina con una concentración de amina de como mínimo un 15% a temperatura normal o temperaturas de hasta 100 °C en la formación de un flujo de gas puro de metano y agua, del cual se separa el agua mediante una refrigeración y condensación posteriores, y en caso necesario se reconduce al ciclo de lavado;
- b) la solución de lavado obtenida según a) que contiene CO<sub>2</sub> y compuestos sulfúricos se comprime hasta una presión de reacción de al menos 4, preferiblemente 8 hasta 12 bar, y se calienta a una temperatura por encima de 120 °C, y se expande en una primera fase de expansión (F01) hasta una presión de 1 hasta 3 bar por debajo de la presión de reacción, manteniendo una duración de reacción posterior de 280 hasta 1200 segundos y una temperatura de reacción constante, donde la mayor parte de CO<sub>2</sub> y compuestos sulfúricos se separan de la solución de lavado y se extraen como flujo de gas;
- c) la solución de lavado purificada se enfría a temperaturas por debajo de 50 °C y en una segunda fase de expansión (F03) se expande a presión atmosférica, con lo que se separan las cantidades restantes aún presentes de CO<sub>2</sub> soluble y compuestos sulfúricos y la solución de lavado completamente purificada se enfría a temperatura normal y se reconduce a la fase de lavado (K01).
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por el hecho de que** en un lavado polifásico, en la primera fase de lavado, se utiliza más del 50% de la cantidad necesaria en total de solución de lavado y las soluciones de lavado de cada una de las etapas de lavado se combinan y se preparan regenerativamente.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, **caracterizado por el hecho de que** la solución de lavado obtenida después del lavado se calienta en dos etapas a la temperatura de reacción necesaria mediante intercambiadores de calor calentados indirectamente (W02, W03)
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 3, **caracterizado por el hecho de que** el flujo de gas que contiene CO<sub>2</sub> y compuestos sulfúricos, separado en la primera fase de expansión (F01), se conduce a través de dos intercambiadores de calor conectados en serie (W06, W07) y se enfría a temperatura normal, y a continuación se suministra un separador (F02), en el que se separa el agua condensada del flujo de gas y el flujo de gas anhidro (CO<sub>2</sub> y compuestos sulfúricos) se evacua con presión regulada.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 4, **caracterizado por el hecho de que** la solución caliente separada en la primera fase de expansión (F01) se utiliza como medio de transferencia térmica para al menos uno de los intercambiadores de calor (W02) y se enfría a una temperatura de al menos 50 °C.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 5, **caracterizado por el hecho de que** en la fase de procedimiento a) el gas bruto se calienta a una temperatura de 20 hasta 60 °C y se ajusta una presión en el rango de -20 hasta 150 mbar.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 6, **caracterizado por el hecho de que** en la primera fase de expansión (F01) se separan más del 95% de los componentes de CO<sub>2</sub> y compuestos sulfúricos ligados en la solución de lavado.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 7, **caracterizado por el hecho de que** al menos el flujo de gas separado en la primera fase de expansión (F01) es desulfurizado en una instalación de desulfuración posconectada.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 8, **caracterizado por el hecho de que** la solución de lavado se somete a un tratamiento de ultrasonido durante la primera fase de expansión (F01).
10. Instalación para la ejecución del procedimiento según al menos una de las reivindicaciones previamente citadas, **caracterizada por el hecho de que** ésta consiste en una columna de lavado de una o varias fases (K01) para la separación de metano del gas bruto a tratar, que está unida con un conducto de circulación (05, 12, 14) para la solución de lavado, en el que se integra una primera bomba de circulación (P01), en dirección del flujo después de la

## ES 2 368 762 T3

bomba de circulación (P01) al menos un intercambiador de calor (W02 o W03) para el calentamiento de la solución de lavado y a continuación un primer (F01) y un segundo (F03) dispositivo de expansión, donde una segunda bomba de circulación (P02) y un intercambiador de calor (W05) para la refrigeración de la solución de lavado a temperatura normal se integran en el conducto (14) de salida del segundo dispositivo de expansión (F03) para la solución de lavado purificada.

5

11. Instalación según la reivindicación 10, **caracterizada por el hecho de que** para el calentamiento en fases de la solución de lavado antes del primer dispositivo de expansión (F01) se disponen dos intercambiadores de calor conectados en serie (W02, W03).

10

12. Instalación según una de las reivindicaciones 10 u 11, **caracterizada por el hecho de que** los dispositivos de expansión (F01,F03) están unidos con conductos (06, 13) para la evacuación de un flujo de gas (CO<sub>2</sub> y compuestos sulfúricos).

15

13. Instalación según una de las reivindicaciones 10 hasta 12, **caracterizada por el hecho de que** el conducto de flujo de gas (06) del primer dispositivo de expansión (F01) se conecta con un separador (F02), donde entre el dispositivo de expansión (F01) y el separador (F02) se integran dos intercambiadores de calor conectados en serie (W06, W07) para la refrigeración del flujo de gas, el separador (F02) está unido con un conducto (08) para la evacuación del flujo de gas y un conducto (07) para la transmisión del agua condensada separada al segundo dispositivo de expansión (F03).

20

14. Instalación según una de las reivindicaciones 10 hasta 13, **caracterizada por el hecho de que** al menos uno de los intercambiadores de calor preconnectados (W02) se integra en el conducto (12) que deriva del primer dispositivo de expansión (F01) para la solución de lavado, donde la solución de lavado atraviesa dicho intercambiador como medio de transferencia térmica.

25

15. Instalación según una de las reivindicaciones 10 hasta 14, **caracterizada por el hecho de que** al menos el conducto de flujo de gas (08), que deriva del separador posconnectado (F02), se conecta a una instalación de desulfuración.

