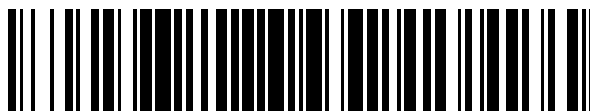


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 390 953**

51 Int. Cl.:
B01D 53/14 (2006.01)
B01D 53/52 (2006.01)
B01D 53/62 (2006.01)
B01D 53/75 (2006.01)
B01D 53/78 (2006.01)
B01D 53/96 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **09290846 .6**
 96 Fecha de presentación: **06.11.2009**
 97 Número de publicación de la solicitud: **2193833**
 97 Fecha de publicación de la solicitud: **09.06.2010**

54 Título: **Procedimiento de desacidificación de un gas mediante solución absorbente con desmezcla durante la regeneración**

30 Prioridad:
20.11.2008 FR 0806511

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
20.11.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
20.11.2012

73 Titular/es:
**IFP ENERGIES NOUVELLES (100.0%)
1 & 4 AVENUE DE BOIS-PRÉAU
92852 RUEIL MALMAISON CEDEX, FR**

72 Inventor/es:
**BOUILLON, PIERRE-ANTOINE;
JACQUIN, MARC y
METHIVIER, ALAIN**

74 Agente/Representante:
UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 390 953 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).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de desacidificación de un gas mediante solución absorbente con desmezcla durante la regeneración

5 La presente invención se refiere al ámbito de la desacidificación de un efluente gaseoso por medio de una solución absorbente.

10 El procedimiento de acuerdo con la invención permite retirar los compuestos ácidos, tales como dióxido de carbono (CO_2) y sulfuro de hidrógeno (H_2S) contenidos en un efluente gaseoso. Éste puede aplicarse al tratamiento de un gas natural, de un gas de síntesis o de gases procedentes de un proceso de combustión.

15 La regeneración de la solución absorbente cargada con compuestos ácidos es costosa, particularmente en el plano del consumo de energía. Esto representa un inconveniente importante, particularmente cuando se emplea la solución absorbente para captar el CO_2 presente en gases de combustión. En efecto, si el calor necesario para regenerar la solución absorbente se obtiene mediante combustión de un combustible fósil, se puede llegar a producir una cantidad suplementaria de CO_2 que haría que la captación de CO_2 mediante absorción no resultase interesante.

20 El documento FR 2 898 284 propone emplear una solución absorbente de desmezcla que tiene la propiedad de fraccionarse cuando se calienta dicha solución absorbente cargada con compuestos ácidos. La solución se separa en dos fases: una fracción rica en compuestos ácidos y una fracción pobre en compuestos ácidos. De este modo, el documento FR 2 898 284 propone regenerar por destilación solamente la fracción que está enriquecida en compuestos ácidos para minimizar la energía necesaria para la regeneración de la solución absorbente.

25 La presente invención pretende explotar las propiedades de la solución de desmezcla, que se describen en el documento FR 2 898 284 proponiendo realizar, durante la regeneración, una etapa de separación de la solución absorbente en dos fracciones para evacuar una parte de la solución absorbente empobrecida en compuestos ácidos.

30 De manera general, la invención describe un procedimiento de desacidificación de un efluente gaseoso que comprende al menos un compuesto ácido del grupo constituido por sulfuro de hidrógeno y dióxido de carbono, en el que se pone en contacto el efluente gaseoso con una solución absorbente, comprendiendo la solución absorbente al menos un compuesto reactivo en fase acuosa, en una zona de contacto (C1) para obtener un efluente gaseoso empobrecido en compuestos ácidos y una solución absorbente cargada con compuestos ácidos, seleccionándose la solución absorbente por su propiedad de formar dos fases líquidas separables cuando ha absorbido una cantidad de compuestos ácidos y se calienta, y en el que se regenera la solución absorbente cargada con compuestos ácidos realizando las siguientes etapas:

- 35
- a) se destila al menos una parte de la solución absorbente cargada con compuestos ácidos en una primera zona de regeneración (Z1) para producir una solución absorbente parcialmente regenerada,
 - 40 b) se extrae al menos una parte de la solución absorbente parcialmente regenerada de la primera zona de regeneración (Z1), se separa (B1) la solución extraída en una fracción enriquecida en compuestos ácidos y una fracción empobrecida en compuestos ácidos, y se aumenta la presión de dicha fracción enriquecida en compuestos ácidos mediante bombeo,
 - 45 c) se destila dicha fracción enriquecida en compuestos ácidos obtenida en la etapa b) en una segunda zona de regeneración (Z2) para producir una solución absorbente regenerada,
 - d) se reciclan al menos dicha fracción empobrecida en compuestos ácidos y dicha solución absorbente regenerada a la zona de puesta en contacto (C1).

50 De acuerdo con la invención, durante la etapa c) puede realizarse al menos una etapa complementaria de extracción de al menos una parte de solución absorbente en circulación en la segunda zona de regeneración, puede separarse la solución absorbente extraída en un líquido enriquecido en compuestos ácidos y un líquido empobrecido en compuestos ácidos, pudiendo reciclarse el líquido empobrecido en compuestos ácidos a la zona de puesta en contacto, pudiendo reintroducirse el líquido enriquecido en compuestos ácidos en la segunda zona de contacto.

55 La primera y la segunda zona de regeneración pueden estar dispuestas en una columna de regeneración. En este caso, puede realizarse la etapa b) en un dispositivo dispuesto en el interior de dicha columna de regeneración.

60 Como alternativa, la primera zona de regeneración puede disponerse en una primera columna, la segunda zona de regeneración puede disponerse en una segunda columna.

Antes de realizar la etapa a), puede calentarse la solución absorbente cargada con compuestos ácidos, a continuación puede separarse de la solución absorbente un flujo empobrecido en compuestos ácidos y puede reciclarse el flujo introduciéndolo en la zona de puesta en contacto.

65 La solución absorbente cargada con compuestos ácidos puede calentarse a una temperatura comprendida entre 50°C y 150°C .

En la primera zona de regeneración y en la segunda zona de regeneración, puede destilarse la solución absorbente para producir una solución absorbente regenerada empobrecida en compuestos ácidos, liberando compuestos ácidos en forma gaseosa.

5 La zona de contacto puede estar compuesta por una columna provista de medios de puesta en contacto entre un gas y un líquido, y en la que en la etapa d), la fracción empobrecida en compuestos ácidos y la solución absorbente regenerada pueden introducirse en la parte superior de la columna.

10 Se aumenta la presión de dicha fracción enriquecida en compuestos ácidos mediante bombeo, de modo que la segunda zona de regeneración funcione a una presión más elevada que la primera zona de regeneración.

La segunda zona de regeneración puede funcionar a una temperatura más elevada que en la primera zona de regeneración.

15 En la etapa b), puede utilizarse una de las siguientes técnicas de separación: decantación, centrifugado, filtración.

La solución absorbente puede comprender un compuesto reactivo en fase acuosa, seleccionándose el compuesto reactivo entre el grupo constituido por: aminas, alcanolaminas, poliaminas, aminoácidos, sales alcalinas de aminoácidos, amidas, ureas, fosfatos, carbonatos y boratos de metales alcalinos.

20 El efluente gaseoso puede seleccionarse entre el grupo constituido por gas natural, gas de síntesis, gases de combustión, gas de refinería, gases de cola del procedimiento de Claus y gases de fermentación de biomasa.

25 El hecho de extraer una parte de la solución absorbente durante la regeneración permite reducir el caudal de solución absorbente a regenerar y, por lo tanto, reducir la energía necesaria para realizar la regeneración.

Otras características y ventajas de la invención se entenderán mejor y quedarán más claras con la lectura de la descripción que se realiza a continuación haciendo referencia a los dibujos, entre los cuales:

30 - la figura 1 presenta una realización del procedimiento no de acuerdo con la invención,
 - las figuras 2 y 6 esquematizan variantes del procedimiento de la figura 1,
 - las figuras 3 (no de acuerdo con la invención), 4 (de acuerdo con la invención) y 5 (no de acuerdo con la invención) representan realizaciones particulares de la zona de regeneración.

35 En la figura 1, el efluente gaseoso a desacidificar que circula por el conducto 1 se pone en contacto en la columna de absorción C1 con la solución absorbente que llega por el conducto 4. La columna C1 está equipada con elementos internos de puesta en contacto gas/líquido, por ejemplo bandejas de destilación, un relleno estructurado o dispuesto a granel. El procedimiento de desacidificación de acuerdo con la invención puede aplicarse a diferentes efluentes gaseosos. Por ejemplo, el procedimiento permite descarbonatar gases de combustión, desacidificar gas natural o un gas de cola del procedimiento de Claus. El procedimiento también permite retirar los compuestos ácidos contenidos en los gases de síntesis, en los gases de conversión en las centrales integradas de combustión de carbón o de gas natural, y en los gases procedentes de la fermentación de biomasa.

45 En la columna C1, los compuestos reactivos de la solución absorbente reaccionan con los compuestos ácidos a captar para formar una sal soluble en la solución. El gas empobrecido en compuestos ácidos es evacuado de C1 por el conducto 2. La solución absorbente enriquecida en compuestos ácidos, en forma de sales disueltas en agua, es evacuada de C1 por el conducto 3. Esta solución absorbente enriquecida en compuestos ácidos comprende, sin embargo, una proporción, que puede ser importante, de compuestos reactivos que no han reaccionado.

50 La solución absorbente es una solución acuosa que comprende uno o más compuestos reactivos. Preferiblemente, se selecciona una solución absorbente que comprende compuestos que reaccionan de manera reversible con los compuestos ácidos, tales como H₂S y CO₂. De acuerdo con la invención, se selecciona un compuesto reactivo que, en fase acuosa, presenta la propiedad de formar dos fases líquidas separables cuando ha absorbido una cantidad determinada de compuestos ácidos y cuando la temperatura es superior a una temperatura crítica. En otras palabras, se selecciona el compuesto reactivo de modo que la solución absorbente cargada con compuestos ácidos forme dos fases líquidas cuando su temperatura supera una temperatura crítica de desmezcla, es decir un umbral de temperatura. La composición de la solución absorbente empleada en el procedimiento de acuerdo con la invención se detalla a continuación.

60 En referencia a la figura 1, la solución absorbente que circula por el conducto 3 puede expandirse a través del órgano de expansión V1 para vaporizar una parte de los compuestos ácidos absorbidos y eventualmente de los hidrocarburos co-absorbidos en el caso de la utilización del procedimiento de acuerdo con la invención para la desacidificación de un gas natural. La fracción de vapor producida por la expansión en V1 se separa de la solución absorbente y se evacua en la parte superior del tambor B. De acuerdo con su composición, esta fracción de vapor puede reciclarse aguas arriba del procedimiento, utilizarse como gas combustible o bien mezclarse con el flujo que circula por el conducto 7. Como alternativa, particularmente en los casos de aplicación del procedimiento de acuerdo

con la invención a la descarbonatación de los gases de combustión, la solución absorbente 3 puede no experimentar ni expansión ni separación. En este caso, el conducto 3 está conectado directamente al intercambiador E1.

5 A continuación, la solución absorbente es enviada al intercambiador de calor E1. La solución sale del intercambiador a una temperatura más elevada por el conducto 5. En el intercambiador de calor E1, la solución absorbente cargada con compuestos ácidos se calienta hasta alcanzar una temperatura superior a la temperatura crítica a la cual la solución cargada con compuestos ácidos forma dos fases líquidas separables. Por ejemplo, la solución absorbente cargada con compuestos ácidos se calienta a una temperatura comprendida entre 50°C y 150°C, preferiblemente entre 70°C y 120°C.

10 La solución absorbente procedente de E1 se introduce por el conducto 5 en la columna C2 para regenerarla. La columna C2 está equipada con un rehervidor R1 y con elementos internos de puesta en contacto gas/líquido. En C2, los compuestos reactivos de la solución absorbente se separan de los compuestos ácidos. Los compuestos ácidos se liberan en forma gaseosa y se evacúan de C2 por el conducto 7. El flujo 7 de vapor de agua rico en compuestos ácidos se condensa parcialmente mediante refrigeración y los condensados son reenviados a la parte superior de C2 como reflujo. Una parte de la solución absorbente es extraída en el fondo de la columna C2 por el conducto 12 para ser calentada por el rehervidor R1 y reintroducida por el conducto 13 en el fondo de la columna C2. La solución absorbente regenerada es recogida en el fondo de la columna C2 por el conducto 6. De acuerdo con las propiedades de la solución absorbente, la temperatura crítica de desmezcla se alcanza mediante calentamiento en E1 o durante la regeneración en C2.

25 De acuerdo con la invención, durante la regeneración realizada en C2, se extrae al menos una parte de solución absorbente en forma difásica y se separa dicha parte en dos fracciones: una fracción empobrecida en compuestos ácidos y una fracción enriquecida en compuestos ácidos. Esta separación es posible debido a la característica particular de la solución absorbente que presenta la propiedad de formar dos fases líquidas separables cuando ha absorbido una cantidad determinada de compuestos ácidos y cuando la temperatura es superior a una temperatura crítica. En efecto, durante la etapa de regeneración realizada en C2, la solución absorbente se calienta gradualmente con el vapor de agua procedente del rehervido de la columna realizado por R1. La solución absorbente experimenta un aumento de su temperatura a medida que avanza hacia el fondo de la columna C2. Por otro lado, la solución absorbente se empobrece en compuestos ácidos a medida que avanza en C2 por el efecto de regeneración. En otras palabras, las sales formadas por reacción de los compuestos reactivos de la solución absorbente con los compuestos ácidos en C1 se descomponen en C2 liberando los compuestos ácidos en forma gaseosa y produciendo compuestos reactivos regenerados. Cuando la temperatura de la solución absorbente es superior a la temperatura crítica y la proporción de compuestos reactivos regenerados es suficiente, se produce la aparición de dos fases separables.

40 En referencia a la figura 1, la columna C2 comprende dos zonas de puesta en contacto Z1 y Z2 para poner en contacto el vapor generado por el rehervidor R1 con la solución absorbente que llega por el conducto 5. Z1 y Z2 están provistas de bandejas de destilación, de relleno estructurado o a granel. Las zonas Z1 y Z2 están separadas por la bandeja colectora P. La solución absorbente introducida en C2 por el conducto 5 fluye a lo largo de la zona Z1 hasta la bandeja colectora P. Una parte o la totalidad del líquido recogido por la bandeja P es introducida por el conducto 8 en el dispositivo de separación B1, por ejemplo un tambor separador. Teniendo en cuenta el efecto del aumento de temperatura en la columna C2 y el empobrecimiento en compuestos ácidos, la solución absorbente recogida por la bandeja P está en condiciones favorables para una separación de fases. Preferiblemente, se realiza la etapa de separación mediante desmezcla cuando la solución absorbente ha liberado al menos el 10% molar, preferiblemente al menos el 20% molar, de los compuestos ácidos que contiene antes de la entrada en la primera zona de puesta en contacto Z1. En otras palabras, la solución absorbente extraída por el conducto 8 comprende un contenido de compuestos ácidos inferior en al menos el 10% molar, preferiblemente en al menos el 20% molar, a la composición de la solución absorbente que llega a Z1 por el conducto 5.

50 La bandeja colectora P está equipada con chimeneas para permitir el paso del gas desde la zona Z2 hacia la zona Z1. La bandeja colectora P puede estar equipada eventualmente con aliviaderos para que una parte del líquido recogido por la bandeja P pueda distribuirse directamente en la zona Z2 sin ser extraído por el conducto 8.

55 En el dispositivo B1, la solución absorbente puede separarse por decantación, centrifugado o filtración. En B1, la solución absorbente se separa en una primera fracción líquida enriquecida en compuestos ácidos, es decir enriquecida en compuestos activos que han reaccionado con los compuestos ácidos, y en una segunda fracción líquida empobrecida en compuestos ácidos, es decir enriquecida en compuestos activos que no han reaccionado.

60 La segunda fracción líquida empobrecida en compuestos ácidos es evacuada de B1 por el conducto 9, enfriada por el intercambiador de calor E3 y a continuación introducida por el conducto 4 en la columna de absorción C1.

65 La primera fracción líquida enriquecida en compuestos ácidos es evacuada de B1 por el conducto 10 para ser introducida en C2 en la parte superior de la zona Z2 para continuar su regeneración. La solución absorbente regenerada es evacuada en el fondo de la columna C2 por el conducto 6.

La posición del conducto de extracción 8 se selecciona particularmente en función de la evolución de la temperatura experimentada por la solución absorbente en C2 bajo el efecto del rehervido R1 y del reflujo introducido en la parte superior de C2.

5 El calor liberado por la refrigeración de la solución absorbente recuperada en el fondo de la columna C2 puede recuperarse para calentar diferentes flujos que deben regenerarse. Por ejemplo, en referencia a la figura 1, la solución absorbente que circula por el conducto 6 permite recalentar, en el intercambiador de calor E1, la solución absorbente cargada con compuestos ácidos que circula por el conducto 3. A continuación, esta solución es enfriada por el intercambiador E2 a la temperatura de funcionamiento de la columna C1, y a continuación se introduce en C1 por el conducto 4.

10 La naturaleza de los compuestos reactivos de la solución absorbente puede seleccionarse en función de la naturaleza del o de los compuestos ácidos a tratar para permitir una reacción química reversible con el o los compuestos ácidos a tratar. La estructura química de los compuestos reactivos también puede seleccionarse para obtener, por otro lado, una mayor estabilidad de la solución absorbente en las condiciones de utilización.

20 Los compuestos reactivos pueden ser, por ejemplo y de forma no limitante, aminas (primarias, secundarias, terciarias, cíclicas o no, aromáticas o no, saturadas o no), alcanolaminas, poliaminas, aminoácidos, sales alcalinas de aminoácidos, amidas, ureas, fosfatos, carbonatos o boratos de metales alcalinos.

Por ejemplo, puede utilizarse el siguiente compuesto reactivo: N,N,N',N'-Tetrametilhexano-1,6-diamina, llamado habitualmente TMHDA.

25 Los compuestos reactivos pueden estar a una concentración variable, por ejemplo comprendida entre el 10% y el 90% en peso, preferiblemente entre el 15% y el 60% en peso, de manera muy preferida entre el 20% y el 50% en peso, en la solución acuosa.

La solución absorbente puede contener entre el 10% y el 90% en peso de agua.

30 En una realización, los compuestos reactivos de la solución absorbente pueden mezclarse con otra amina, que contiene al menos una función amina primaria o secundaria para desempeñar un papel de activador. La solución absorbente puede contener activador hasta una concentración del 20% en peso, preferiblemente inferior al 15% en peso, preferiblemente inferior al 10% en peso.

35 Este tipo de formulación es particularmente interesante en el caso de la captación de CO₂ en los gases industriales o el tratamiento del gas natural que contiene CO₂ por encima de la especificación deseada. En efecto, para este tipo de aplicaciones, se busca aumentar la cinética de captación de CO₂, para reducir el tamaño de los equipos.

A continuación se da una lista no exhaustiva de compuestos que pueden utilizarse como activadores:

- 40
- MonoEtanolAmina,
 - AminoEtilEtanolAmina,
 - DiGlicolAmina,
 - Piperazina,
 - 45 - N-(2-HidroxiEtil)Piperazina,
 - N-(2-AminoEtil)Piperazina,
 - N-MetilPiperazina,
 - N-EtilPiperazina,
 - N-PropilPiperazina,
 - 50 - 1,6-HexanoDiAmina,
 - 1,1,9,9-TetraMetilDiPropilenTriamina,
 - Morfolina,
 - Piperidina,
 - 3-(MetilAmino)PropilAmina,
 - 55 - N-MetilBencilAmina.

En una realización, la solución absorbente, en particular una solución absorbente a base de N,N,N',N'-tetrametilhexano-1,6-diamina, también puede contener otros compuestos orgánicos. De este modo, la solución absorbente de acuerdo con la invención puede contener compuestos orgánicos no reactivos frente a compuestos ácidos (llamado habitualmente "disolvente físico"), y que permiten aumentar la solubilidad de al menos uno o más compuestos ácidos del efluente gaseoso. Por ejemplo, la solución absorbente puede comprender entre el 5% y el 50% en peso de disolvente físico tal como alcoholes, éteres de glicol, lactamas, pirrolidonas N-alquiladas, piperidonas N-alquiladas, ciclotetrametilensulfona, N-alquilformamidas, N-alquilacetamidas, éter-cetonas o fosfatos de alquilo y sus derivados. Como ejemplo y de forma no limitante, puede tratarse de metanol, tetraetilenglicoldimetiléter de sulfolano o N-formil morfolina.

60

65

En una realización, la solución absorbente, en particular una solución absorbente a base de N,N,N',N'-tetrametilhexano-1,6-diamina, también puede comprender un ácido orgánico o inorgánico. A continuación se da una lista no exhaustiva de compuestos ácidos que pueden utilizarse a tal efecto:

- 5 - ácido fórmico
- ácido oxálico
- ácido acético
- ácido propanoico
- ácido butanoico
- 10 - aminoácido (Glicina, Taurina, etc.)
- ácido fosfórico
- ácido fosforoso
- ácido pirofosfórico
- ácido sulfúrico
- 15 - ácido sulfuroso
- ácido nitroso
- ácido clorhídrico.

20 El procedimiento esquematizado por la figura 1 puede optimizarse realizando una integración térmica, como se representa mediante la figura 6, para mejorar el beneficio energético del procedimiento. Las referencias de la figura 6 idénticas a las de la figura 1 designan los mismos elementos. En la figura 6, el flujo 9 se enfría en E3 mediante intercambio térmico con la solución absorbente cargada procedente de B. De este modo, E3 realiza un precalentamiento de la solución cargada con CO₂ antes de la introducción en la columna C2.

25 El procedimiento esquematizado por la figura 1 puede completarse realizando una etapa de separación de la solución absorbente aguas arriba de la columna C2, como se representa mediante la figura 2. Las referencias de la figura 2 idénticas a las de la figura 1 designan los mismos elementos.

30 La solución absorbente cargada con compuestos ácidos obtenida en el fondo de C1 se recalienta en E1 y a continuación en el intercambiador E4. La solución sale de E4 por el conducto 14 a una temperatura más elevada. En los intercambiadores E1 y E4, la solución absorbente cargada con compuestos ácidos se calienta hasta superar la temperatura crítica a la cual la solución cargada con compuestos ácidos forma dos fases líquidas separables. Por ejemplo, la solución absorbente cargada con compuestos ácidos se calienta a una temperatura comprendida entre 50°C y 150°C, preferiblemente entre 70°C y 120°C. De este modo, el fluido que circula por el conducto 14 está

35 compuesto por dos fases líquidas separables: una fase rica en compuestos ácidos y una fase pobre en compuestos ácidos. Además, bajo el efecto del aumento de temperatura, una parte de los compuestos ácidos se libera en forma gaseosa. Las tres fases del fluido que circula por el conducto 14 se separan en el tambor de separación BS1. Por ejemplo, las dos fases líquidas se separan en BS1 por decantación, centrifugado o filtración. La fracción gaseosa obtenida en la parte superior de BS1 se extrae por el conducto 15 y puede mezclarse eventualmente con el flujo 7.

40 Una primera fracción líquida enriquecida en compuestos ácidos, es decir enriquecida en compuestos activos que han reaccionado con los compuestos ácidos, es enviada por el conducto 5 a la columna de regeneración C2. Una segunda fracción líquida empobrecida en compuestos ácidos, es decir enriquecida en compuestos activos que no han reaccionado, es evacuada de BS1 por el conducto 16 para ser introducida en la columna C1, por ejemplo estando mezclada con la parte de solución absorbente que circula por el conducto 9.

45 De acuerdo con la invención, pueden realizarse varias extracciones de solución absorbente durante la regeneración.

50 La figura 3 propone una realización de la columna C2 utilizada en los procedimientos descritos en referencia a las figuras 1, 2 y 6, en la que se realizan tres extracciones de solución absorbente.

En referencia a la figura 3, la columna C2 comprende cuatro zonas de puesta en contacto distintas Z1, Z2, Z3 y Z4 dispuestas de modo que la solución absorbente pase sucesivamente de una zona a otra. Cada zona está separada de la anterior por una de las bandejas colectoras P1, P2 y P3. Las bandejas colectoras están equipadas con chimeneas para permitir el paso ascendente del gas desde la zona de puesta en contacto situada aguas arriba hacia

55 la zona de puesta en contacto situada aguas abajo. Las bandejas colectoras pueden estar equipadas eventualmente con aliviaderos para que una parte del líquido recogido pueda distribuirse directamente en la zona de puesta en contacto situada aguas abajo.

60 La solución absorbente introducida en C2 por el conducto 5 circula a través de la zona Z1 y, a continuación, es recogida por la bandeja P1. El conducto 81 extrae al menos una parte del líquido recogido por P1 para introducirlo en el dispositivo de separación B11. El conducto 9 permite evacuar de B11 una fracción de solución empobrecida en compuestos ácidos. El conducto 101 reenvía la fracción de solución absorbente cargada con compuestos ácidos desde el tambor B11 a C2 en la parte superior de la zona de puesta en contacto Z2.

65 La solución absorbente introducida en C2 por el conducto 101 circula a través de la zona Z2 y, a continuación, es recogida por la bandeja P2. El conducto 82 extrae al menos una parte del líquido recogida por P2 para introducirlo

en el dispositivo de separación B12. El conducto 91 permite evacuar de B12 una fracción de solución empobrecida en compuestos ácidos. El conducto 102 reenvía la fracción de solución absorbente cargada con compuestos ácidos desde el tambor B12 a C2 en la parte superior de la zona de puesta en contacto Z3.

5 La solución absorbente introducida en C2 por el conducto 102 circula a través de la zona Z3 y, a continuación, es recogida por la bandeja P3. El conducto 83 extrae al menos una parte del líquido recogido por P3 para introducirlo en el dispositivo de separación B13. El conducto 92 permite evacuar de B13 una fracción de solución empobrecida en compuestos ácidos. El conducto 103 reenvía la fracción de solución absorbente cargada con compuestos ácidos desde el tambor B13 a C2 en la parte superior de la zona de puesta en contacto Z4.

10 La solución regenerada obtenida en el fondo de la zona de puesta en contacto Z4 es enviada por el conducto 6 a la columna de absorción C1.

15 Las fracciones de solución absorbente empobrecida en compuestos ácidos evacuadas por los conductos 91 y 92 se reúnen con la que llega por el conducto 9 para enviarlas a la columna C1.

La regeneración realizada de acuerdo con el esquema de la figura 3 permite evacuar tres fracciones de solución absorbente por los conductos 9, 91 y 92.

20 También pueden emplearse varias columnas de regeneración para realizar una regeneración con extracción de solución absorbente durante la transferencia de la solución absorbente de una columna a otra. La figura 4 propone sustituir la columna C2 empleada en los procedimientos descritos en referencia a las figuras 1, 2 y 6, por las tres columnas C21, C22 y C23 para realizar dos extracciones de solución absorbente. Dichas columnas C21, C22 y C23 están equipadas con medios de puesta en contacto gas/líquido. Las referencias de la figura 4 idénticas a las de las
25 figuras 1 y 2 designan los mismos elementos. Sin salir del marco de la presente invención, la columna C2 puede sustituirse por dos columnas, tres columnas como se muestra en la figura 4, o más.

La solución absorbente que llega por el conducto 5 es introducida en la columna C21. La fracción gaseosa liberada en C21 es evacuada por el conducto 7. La solución absorbente parcialmente regenerada obtenida en el fondo de la columna C21 es enviada por el conducto 121 para ser calentada por el rehervidor R11. Una parte de la solución absorbente procedente de R11 es reenviada a la columna C21 por el conducto 131. La parte restante de solución absorbente es introducida por el conducto 81 en el tambor separador B11. El conducto 9 permite evacuar de B11 una fracción de solución empobrecida en compuestos ácidos. El conducto 101 reenvía la fracción de solución absorbente cargada con compuestos ácidos a la columna C22.

30 La fracción gaseosa liberada en C22 es evacuada por el conducto 71. Una parte de la solución absorbente procedente de R12 es reenviada a la columna C22 por el conducto 132. La parte restante de solución absorbente es introducida por el conducto 82 en el tambor separador B12. El conducto 91 permite evacuar de B12 una fracción de solución empobrecida en compuestos ácidos. El conducto 102 reenvía la fracción de solución absorbente cargada con compuestos ácidos a la columna C23.

La fracción gaseosa liberada en C23 es evacuada por el conducto 72. La solución absorbente parcialmente regenerada obtenida en el fondo de la columna C22 es enviada por el conducto 122 para ser calentada por el rehervidor R12, y a continuación introducida por el conducto 133 en la columna C23.

45 La solución absorbente regenerada se obtiene y se evacua en el fondo de C23 por el conducto 6 para ser enviada a la columna de absorción C1.

50 La regeneración realizada de acuerdo con el esquema de la figura 4 permite evacuar dos fracciones de solución absorbente por los conductos 9 y 91. La fracción de solución absorbente empobrecida en compuestos ácidos evacuada por el conducto 91 se reúne con la que circula por el conducto 9 para ser enviada a la columna C1.

En el procedimiento descrito en referencia a la figura 4, cada una de las columnas puede funcionar eventualmente a presiones diferentes. En referencia a la figura 4, en el caso en el que la presión es mayor en C23 que en C22, y mayor en C22 que en C21, la presión en la alimentación líquida de las columnas aumenta con ayuda de las bombas P11 y P12. A medida que se produce la regeneración de la solución absorbente y, gracias a la desmezcla entre las columnas, la solución absorbente se empobrece en amina, permitiendo una regeneración a temperatura más elevada y, por lo tanto, a una presión más alta. Esta configuración específica del procedimiento de acuerdo con la invención es ventajosa en los casos en los que se busca comprimir los flujos 7, 71 y 72 en una etapa posterior del procedimiento, por ejemplo en el caso de una licuefacción posterior de estos flujos. En otras palabras, la columna C21 funciona a una presión P1. Después de la separación en el tambor B11, se comprime mediante la bomba P11 la fracción cargada con compuestos ácidos hasta una presión P2, a continuación la fracción cargada con compuestos ácidos a la presión P2 es introducida en la columna C22. La columna C22 funciona a la presión P2. De este modo, el gas 7 liberado en la parte superior de C21 está a una presión P1 inferior a la presión P2 del gas 71 liberado en la parte superior de C22. De la misma forma, si existe una columna C23, ésta puede funcionar a una presión P3 superior a P2 gracias al bombeo realizado por P12. Además, la columna C22 puede funcionar a una temperatura

más elevada que la columna C21. De la misma manera, la columna C23 puede funcionar a una temperatura más elevada que la columna C22.

La figura 5 esquematiza otra realización de la columna C2 empleada en los procedimientos descritos en referencia a las figuras 1, 2 y 3, en la que la etapa de separación se realiza mediante un medio dispuesto en el interior de la columna C2. En referencia a la figura 5, la solución absorbente L1 en emulsión es recogida en la bandeja P que está equipada con un aliviadero en el que se decanta la solución absorbente. Las dos fracciones L2 y L3 pueden ser extraídas respectivamente por los conductos 9 y 10 para ser reinyectadas más abajo en la columna (conducto 10), o devueltas a la zona de absorción (conducto 9).

El procedimiento y sus ventajas de acuerdo con la presente invención se ilustran mediante los ejemplos de funcionamiento que se presentan a continuación.

En los ejemplos 1, 2 y 3, se realiza la descarbonatación de los gases después de la combustión, mediante una solución acuosa de TMHDA al 35% en peso, que ha captado 2,5 moles de CO₂ por kilogramo de solución absorbente en el fondo de la columna de absorción. Esta solución absorbente es enviada a la columna de regeneración que tiene una temperatura media de 90°C, superior a la temperatura crítica de la solución acuosa de TMHDA. El caudal de solución absorbente es de 1000 kg/h.

Ejemplo 1: En una realización convencional -es decir un procedimiento de acuerdo con la figura 1 en el que la columna de regeneración C2 comprende una zona única de puesta en contacto y ningún conducto de extracción 8-, el conjunto del caudal de solución absorbente que circula por la columna de absorción C1 circula también por la columna de regeneración C2. De abajo hacia arriba de la columna de regeneración C2, la solución absorbente se empobrece en CO₂, alcanzando una concentración nula de CO₂ en el fondo de C2. La solución absorbente regenerada de este modo es reenviada a la parte superior de la columna C1.

Ejemplo 2 (no de acuerdo con la invención): En una realización del procedimiento de acuerdo con la figura 1, en la que se extrae la fase pobre en CO₂ cuando representa el 20% en masa del caudal total de solución absorbente, se realiza una extracción cuando la concentración global de CO₂ alcanza los 1,2 moles de CO₂ por kilogramo de solución absorbente en el fondo de la zona Z1. Después de la separación líquido-líquido en B1, un caudal de 200 kg/h que no contiene CO₂ es reenviado por el conducto 9 a la parte superior de la columna de absorción C1 y un caudal de 800 kg/h que tiene una concentración de CO₂ de 1,5 moles por kilogramo de solución absorbente es reenviado a la zona Z2 por el conducto 10.

Ejemplo 3 (no de acuerdo con la invención): En una realización del procedimiento de acuerdo con la figura 3, se extrae una fase pobre en CO₂ cuando representa el 10% en peso del caudal total, se realizan tres extracciones.

La primera extracción se realiza por el conducto 81 cuando la concentración global de CO₂ alcanza 2,1 moles de CO₂ por kilogramo de solución absorbente en el fondo de la zona Z1. Después de la separación líquido-líquido en B11, un caudal de 100 kg/h que no contiene CO₂ es reenviado a continuación a la parte superior de la columna de absorción C1 por el conducto 9 y un caudal de 900 kg/h que tiene una concentración de CO₂ de 2,3 moles por kilogramo de solución absorbente es reenviado a la zona Z2 por el conducto 101.

La segunda extracción se realiza por el conducto 82 cuando la concentración global de CO₂ alcanza 1,5 moles de CO₂ por kilogramo de solución absorbente en el fondo de Z2. Después de la separación líquido-líquido B12, un caudal de 90 kg/h de solución absorbente que no contiene CO₂ puede ser reenviado a continuación a la parte superior de la columna de absorción C1 por el conducto 91 y un caudal de 810 kg/h que tiene una concentración de CO₂ de 1,63 moles por kilogramo de solución absorbente es reenviado a la zona Z3 por el conducto 102.

La tercera extracción se realiza por el conducto 83 cuando la concentración global de CO₂ alcanza 0,8 moles de CO₂ por kilogramo de solución absorbente en el fondo de la zona Z3. Después de la separación líquido-líquido B13, un caudal de 81 kg/h de solución absorbente que no contiene CO₂ es reenviado a la parte superior de la columna de absorción C1 por el conducto 92 y un caudal de 729 kg/h que tiene una concentración de CO₂ de 0,89 moles por kilogramo de solución absorbente es reenviado a la zona Z4 por el conducto 103.

Los ejemplos 1 a 3 resaltan el interés de un procedimiento que emplea una desmezcla y separación de la solución absorbente durante su regeneración. En efecto, realizando una o más separaciones líquido-líquido, se reduce el caudal de solución absorbente en el regenerador C2 y se regenera una solución absorbente más rica en CO₂, lo que facilita la regeneración.

Ejemplo 4:

El gas a tratar se describe en la siguiente tabla:

Flujo	1
Composición (% en moles)	
CO2	0,3
N2	0,63
H2O	0,7
Temperatura (°C)	30
Presión (bar)	1
Caudal de gas (t/h)	2520
Caudal de CO2 (t/h)	1036

El procedimiento utiliza una solución absorbente que utiliza TMHDA al 50% en peso y capta el 95% del CO₂ contenido en el flujo 1.

5 En una configuración (1) conocida del estado de la técnica, la columna de regeneración comprende una sola sección de regeneración y no se realiza ninguna extracción de la solución absorbente, no se tiene en cuenta ninguna separación de fase. En otras palabras, la configuración (1) corresponde a un procedimiento de acuerdo con la figura 1 en el que la columna de regeneración C2 comprende una zona única de puesta en contacto y no comprende
10 ningún conducto de extracción 8.

Como comparación, la configuración (2) corresponde al procedimiento de acuerdo con la figura 1. La columna C2 comprende dos secciones de regeneración Z1 y Z2, la solución absorbente es extraída de la bandeja P, separada en B1, devolviéndose el flujo 9 a C1 después de haberlo enfriado en E3, devolviéndose el flujo 10 a C2 para continuar
15 su regeneración.

La configuración (3) corresponde al procedimiento de acuerdo con la figura 6. Con respecto a la configuración (2), el flujo 9 se enfría en E3 mediante intercambio térmico con la solución absorbente cargada, que hace las veces de precalentamiento para la columna C2. Esta integración térmica permite llegar más lejos en el beneficio energético
20 del procedimiento.

La siguiente tabla indica la energía de regeneración consumida en cada una de las configuraciones (1), (2) y (3):

Configuración	1	2	3
Potencia de regeneración (MW)	872	820	750
Beneficio energético (%)	-	6%	14%

25 El ejemplo 4 muestra un beneficio energético importante en el calor de regeneración de la solución absorbente. Ejemplo 5 (de acuerdo con la invención):

En el ejemplo 5, el gas a tratar, los rendimientos y la configuración (1) siguen siendo idénticos a los del ejemplo 4.

30 La configuración (4), correspondiente al procedimiento de acuerdo con la figura 4, comprende dos columnas que funcionan a presiones diferentes (en la configuración (4), no se implementa la columna C23 de la figura 4). C21 funciona a 2,5 bares y 125°C con una solución absorbente al 50% en peso, de forma idéntica a la columna de regeneración en la configuración (1). Después de la separación de las fases, la solución absorbente solamente
35 contiene el 33% en peso de TMHDA, lo que permite continuar la regeneración en C22 a una temperatura más elevada. C22 funciona a 8 bares y 160°C con una solución absorbente al 33% en peso.

La siguiente tabla muestra los resultados de la configuración (4) con respecto a la configuración (1), sin desmezcla de la solución absorbente y en una sola columna de regeneración.

Configuración	1	4
Potencia de regeneración (MW)	872	740
Beneficio energético (%)	-	15%
CO2 a 2,5 bares (t/h)	986	494
CO2 a 8 bares (t/h)	0	492

40 El ejemplo 5 muestra la ventaja energética de la configuración (4) con 2 columnas de regeneración (beneficio energético del 15%). Una segunda ventaja de esta configuración es la obtención del 50% en peso del flujo de CO₂ a una presión más elevada (8 bares en lugar de 2,5 bares). Desde el punto de vista de la compresión del flujo de CO₂, por ejemplo para transportarlo, el beneficio energético en la sección de compresión aguas abajo será muy notable.
45

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de desacidificación de un efluente gaseoso que comprende al menos un compuesto ácido del grupo constituido por sulfuro de hidrógeno y dióxido de carbono, en el que se pone en contacto al efluente gaseoso con una solución absorbente, comprendiendo la solución absorbente al menos un compuesto reactivo en fase acuosa, en una zona de contacto (C1) para obtener un efluente gaseoso empobrecido en compuestos ácidos y una solución absorbente cargada con compuestos ácidos, seleccionándose la solución absorbente por su propiedad de formar dos fases líquidas separables cuando ha absorbido una cantidad de compuestos ácidos y cuando se calienta, y en el que se regenera la solución absorbente cargada con compuestos ácidos realizando las siguientes etapas:
- a) se destila al menos una parte de la solución absorbente cargada con compuestos ácidos en una primera zona de regeneración (Z1) para producir una solución absorbente parcialmente regenerada,
- b) se extrae al menos una parte de la solución absorbente parcialmente regenerada de la primera zona de regeneración (Z1), se separa (B1) la solución extraída en una fracción enriquecida en compuestos ácidos y una fracción empobrecida en compuestos ácidos, y se aumenta la presión de dicha fracción enriquecida en compuestos ácidos mediante bombeo,
- c) se destila dicha fracción enriquecida en compuestos ácidos obtenida en la etapa b) en una segunda zona de regeneración (Z2) para producir una solución absorbente regenerada,
- d) se reciclan al menos dicha fracción empobrecida en compuestos ácidos y dicha solución absorbente regenerada a la zona de puesta en contacto (C1).
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la segunda zona de regeneración funciona a una temperatura más elevada que en la primera zona de regeneración.
3. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que durante la etapa c) se realiza al menos una etapa complementaria de extracción de al menos una parte de solución absorbente en circulación en la segunda zona de regeneración, se separa la solución absorbente extraída en un líquido enriquecido en compuestos ácidos y un líquido empobrecido en compuestos ácidos, reciclándose el líquido empobrecido en compuestos ácidos a la zona de puesta en contacto, reintroduciéndose el líquido enriquecido en compuestos ácidos en la segunda zona de regeneración.
4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que la primera y la segunda zonas de regeneración (Z1; Z2) se disponen en una columna de regeneración (C2).
5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, en el que se realiza la etapa b) en un dispositivo dispuesto en el interior de dicha columna de regeneración (C2).
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la primera zona de regeneración se dispone en una primera columna, la segunda zona de regeneración se dispone en una segunda columna.
7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que antes de realizar la etapa a), se calienta la solución absorbente cargada con compuestos ácidos, se separa de la solución absorbente un flujo empobrecido en compuestos ácidos y se recicla el flujo introduciéndolo en la zona de puesta en contacto.
8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la solución absorbente cargada con compuestos ácidos se calienta a una temperatura comprendida entre 50°C y 150°C.
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que se destila en la primera zona de regeneración (Z1) y en la segunda zona de regeneración (Z2) la solución absorbente para producir una solución absorbente regenerada empobrecida en compuestos ácidos, liberando compuestos ácidos en forma gaseosa.
10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que la zona de contacto (C1) está compuesta por una columna provista de medios de puesta en contacto entre un gas y un líquido, y en el que en la etapa d), la fracción empobrecida en compuestos ácidos y la solución absorbente regenerada se introducen en la parte superior de la columna.
11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que, en la etapa b), se utiliza una de las siguientes técnicas de separación: decantación, centrifugado o filtración.
12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el compuesto reactivo se selecciona entre el grupo constituido por: aminas, alcanolaminas, poliaminas, aminoácidos, sales alcalinas de aminoácidos, amidas, ureas, fosfatos, carbonatos y boratos de metales alcalinos.
13. procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el efluente gaseoso se selecciona entre el grupo constituido por gas natural, gas de síntesis, gases de combustión, gases de refinería, gases de cola del procedimiento de Claus y gases de fermentación de biomasa.

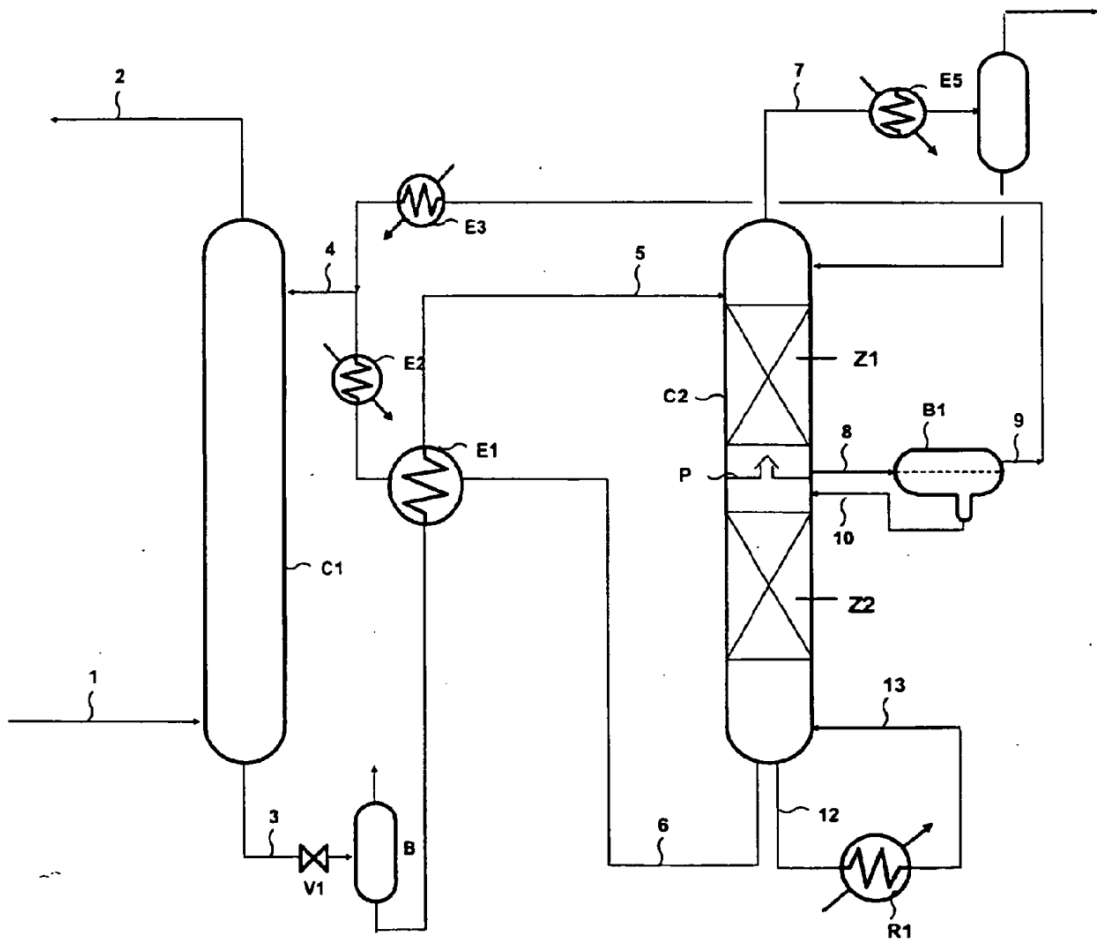


FIG 1

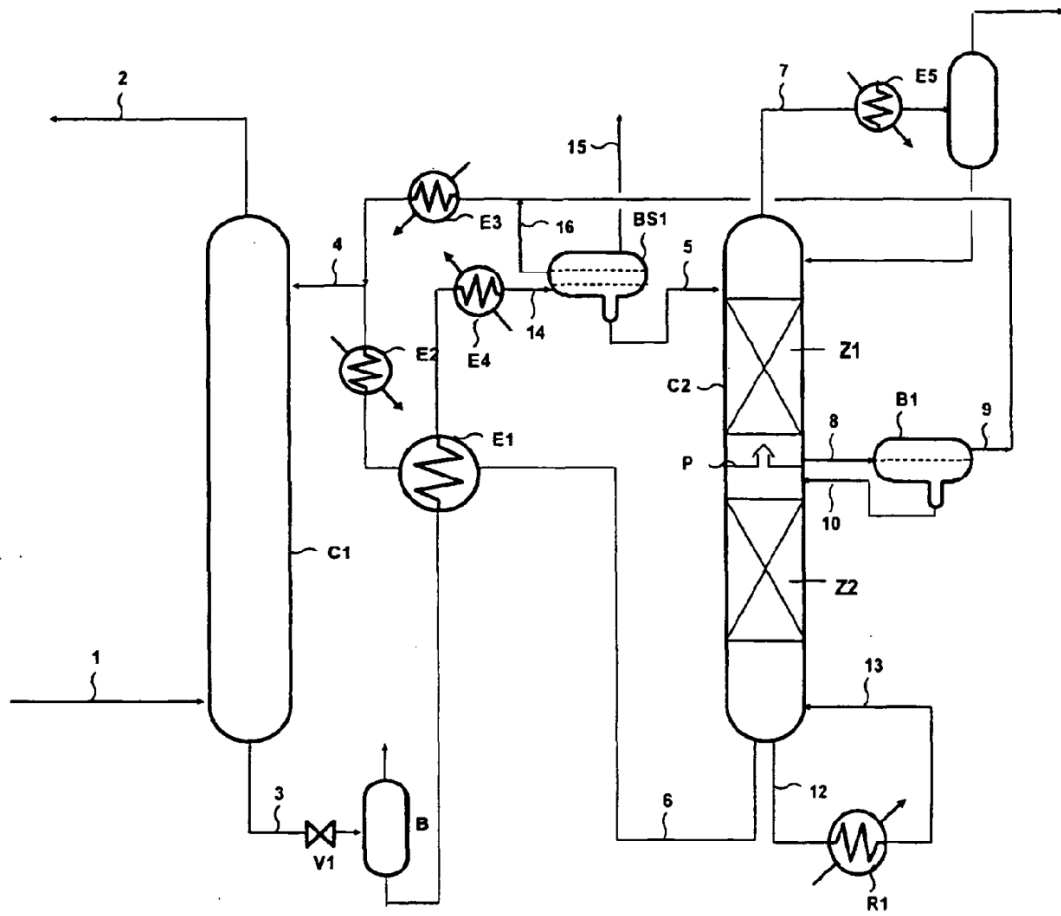


FIG 2

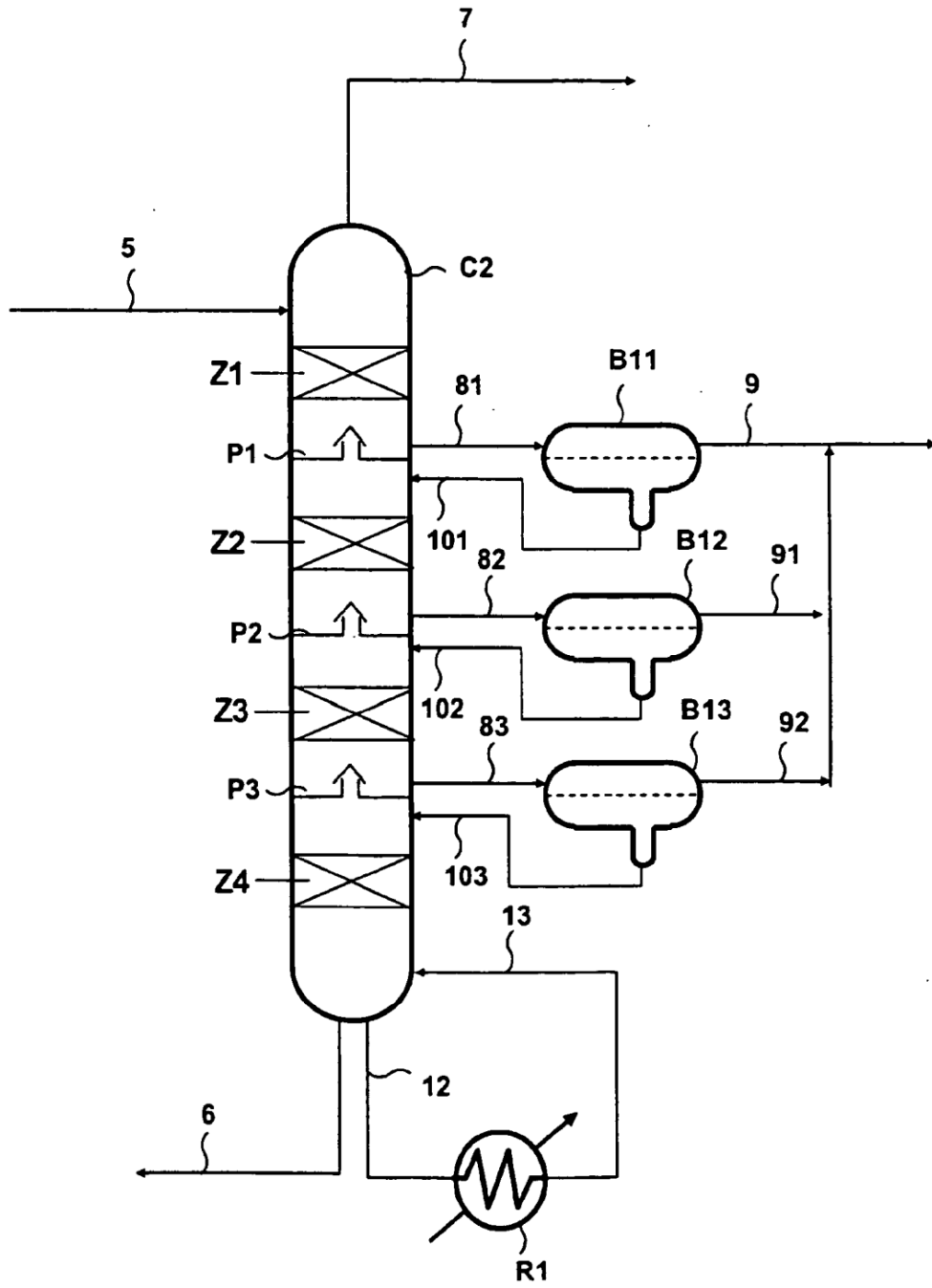


FIG 3

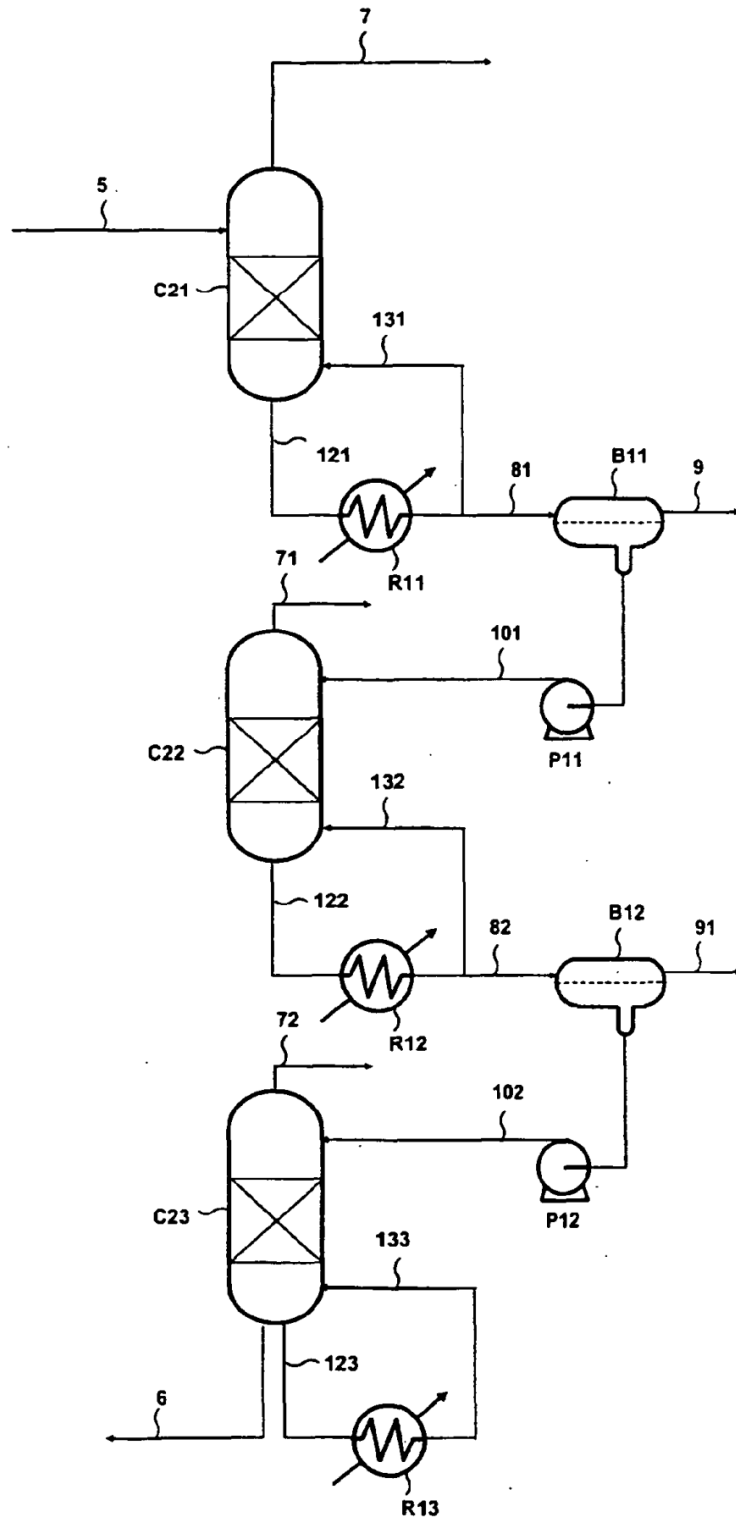


FIG 4

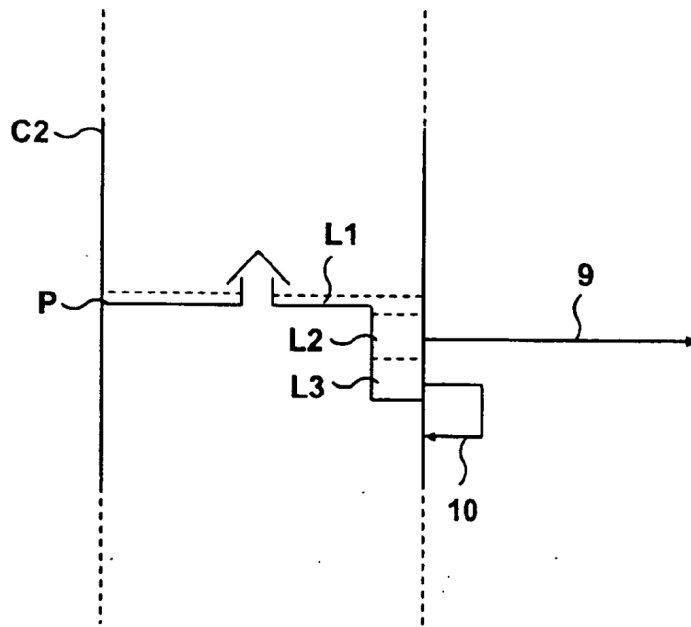


FIG 5

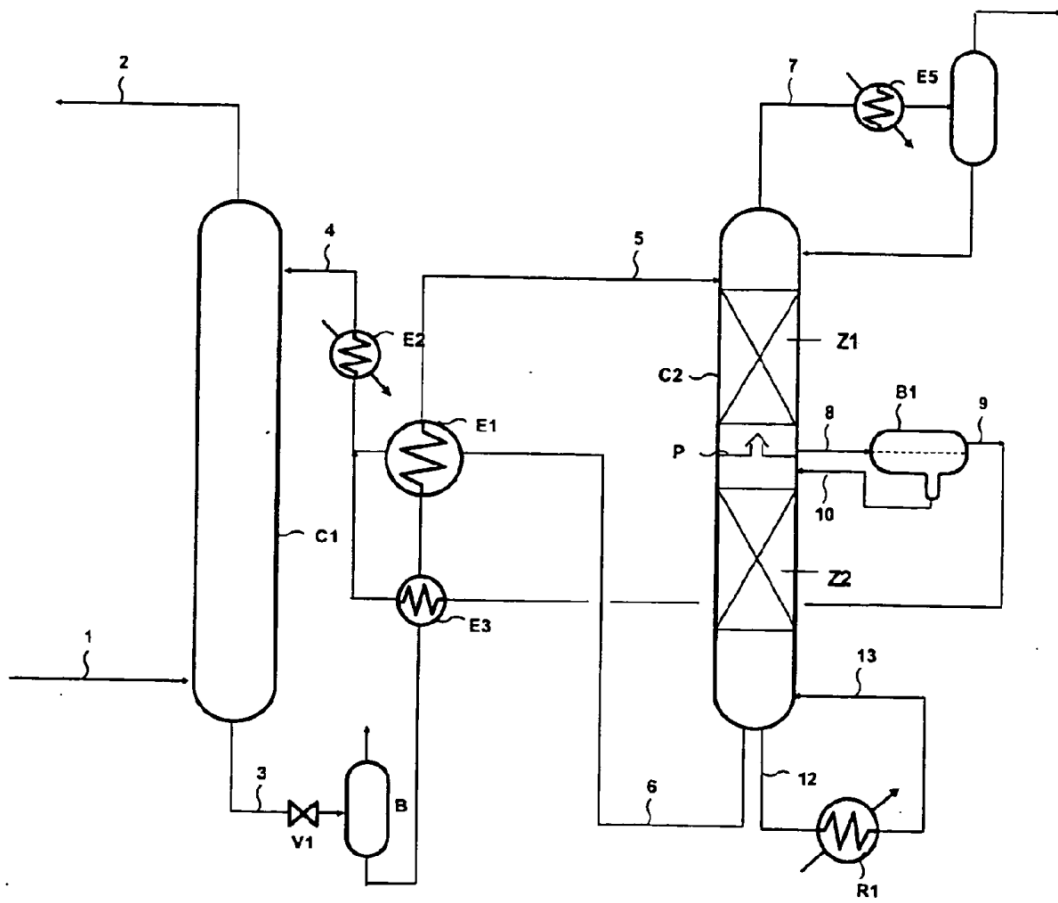


FIG 6