

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 533 976**

51 Int. Cl.:

**D21C 11/06** (2006.01)

**D21C 11/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.10.2011 E 11776475 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.01.2015 EP 2630292**

54 Título: **Método y dispositivo para separar contaminantes de líquidos o vapores**

30 Prioridad:

**18.10.2010 FI 20106079**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**16.04.2015**

73 Titular/es:

**ANDRITZ OY (100.0%)  
Tammasaarekatu 1  
00180 Helsinki, FI**

72 Inventor/es:

**BERG, CARL-GUSTAV y  
JAAKKOLA, HEIKKI**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 533 976 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

Método y dispositivo para separar contaminantes de líquidos o vapores

### 5 Campo Técnico

La presente invención se refiere a un método y dispositivo para separar contaminantes de líquidos, tales como condensados, o vapores en una planta de evaporación.

### 10 Antecedentes De La Invención

El metanol (MeOH) es una de las causas más importantes de demanda química (COD) y biológica (BOD) de oxígeno en las corrientes de efluentes de biomasa o corrientes de lejía negra. El endurecimiento de las especificaciones ambientales hace esencial la segregación y el control del metanol activo. La cocción alcalina de las virutas de madera en las fábricas de pasta papelera produce normalmente 5-20 kg MeOH/t de pasta, y como consecuencia se encuentra metanol en cantidades variables en todas las corrientes residuales de la planta de cocción, siendo la más importante la corriente diluida de lejía negra. La lejía negra diluida es una corriente esencial para la producción de agua purificada reutilizable dado que constituye simultáneamente la fuente principal de energía en la fábrica de pasta papelera cuando la misma se concentra por evaporación para dar la denominada lejía negra de calcinación y se quema luego en la caldera de recuperación. El proceso de recuperación moderno puede producir en una fábrica de pasta papelera conforme a la técnica anterior un exceso tanto de calor como de electricidad.

El agua separada de la lejía negra diluida en la planta de evaporación puede contener una gran cantidad de compuestos volátiles como metanol, etanol, acetona, trementina y varios compuestos de azufre: la totalidad de estos componentes están contenidos luego parcialmente en la lejía negra de calcinación, pero la mayor parte de ellos se separan en condensados secundarios y gases residuales incondensables.

Los procesos modernos de separación en evaporadores tienen como objetivo segregar condensados secundarios de tal modo que la mayor parte del metanol se enriquece en una fracción de condensado relativamente pequeña (denominada a menudo condensado impuro), que puede purificarse con costes aceptables. El metanol concentrado y otros compuestos orgánicos volátiles pueden quemarse luego en la caldera de recuperación, el incinerador específico de gas incondensable o en el horno de cal. Esto, a su vez, reduce el impacto ambiental del metanol basado en biomasa y asimismo la acumulación de metanol cuando se reduce el consumo de agua fresca.

Las fábricas de pasta papelera modernas tienen un alto grado de integración del proceso, y la evaporación de la lejía negra es una parte muy esencial de la circulación moderna de productos químicos, agua y energía. Esto ha sido demostrado también por las fábricas de pasta papelera modernas que tienen un tren evaporador de efectos múltiples en el centro de la fábrica de pasta papelera.

La planta de evaporación de lejía negra comprende típicamente una planta de evaporación de efecto múltiple con 3 a 7 efectos (Fig. 1). La evaporación de efecto múltiple está siendo utilizada en la mayoría de las fábricas de pasta papelera al sulfato. La secuencia de vapor es directa aguas abajo. Este es casi siempre el caso. El vapor vivo procede del sistema de distribución de vapor a baja presión de la fábrica a una presión de 0,35-0,45 MPa (absoluta). Esto corresponde a una temperatura de saturación de 139°C-148°C. El vapor vivo se alimenta a los elementos calentadores del primer efecto (no representado en Fig. 1). El vapor generado en el lado de lejía del efecto 1 se conduce por líneas 15 a los elementos calentadores del efecto 2 y de ahí al efecto 3, y así sucesivamente, como se indica por las líneas 16. Finalmente, el vapor procedente del último efecto 6 a una temperatura de 57°C-60°C se condensa en un condensador de superficie 8. En casi todos los casos, la secuencia de flujo del vapor se numera de tal modo que el mismo pasa desde el efecto 1 al efecto siguiente enumerado como efecto 2 y así sucesivamente, y la lejía negra fluye típicamente en la dirección opuesta. En Fig. 1, el elemento calentador de los evaporadores es una laminilla formada por dos placas unidas una a otra. El líquido a evaporar desciende por la superficie exterior de la laminilla, y un medio de calentamiento, tal como vapor, fluye por el interior de la laminilla. Esto se describe con mayor detalle en Fig. 2.

Existen varias posibilidades para disponer la secuencia de flujo de la lejía en la planta de evaporación. El número óptimo de efectos depende del balance de vapor de la fábrica con condiciones límite como la producción de electricidad, el precio de electricidad, etc. El ahorro de vapor no siempre es económico, y es necesario realizar cálculos de coste extendidos a toda la fábrica para encontrar la solución óptima caso por caso. La aplicación en la Figura 1 es típica para una fábrica de pasta papelera del norte que utiliza madera de coníferas como materia prima.

El efecto del concentrador 1 se divide usualmente en varias subunidades, que son paralelas en el lado del vapor y están dispuestas en serie en el lado de la lejía. Para el lado de la lejía, la secuencia típica es una secuencia de alimentación de retroceso o mixta. Si la temperatura de alimentación es mayor que la temperatura en el último efecto y se prefiere el patrón de alimentación por retroceso, la lejía tiene que vaporizarse súbitamente antes de alimentarla al último efecto. El vapor producido súbitamente, procedente de la lejía diluida caliente se mezcla luego con flujos

- adecuados de vapor secundario que proporcionan calor latente a los efectos más fríos. El flujo de lejía negra se indica en Fig. 1. La lejía negra diluida (u otra lejía residual de la pasta de celulosa) en la línea 10 se alimenta al efecto 4, donde se vaporiza súbitamente la lejía. Después de ello, la lejía se hace pasar por la línea 11 al efecto 5, donde aquélla se vaporiza de nuevo súbitamente. Desde el efecto 5, la lejía se hace pasar por la línea 12 al efecto 6 para evaporación. La lejía se evapora ulteriormente en los efectos 5, 4, 3, 2 como se indica por la línea 13. La lejía evaporada en la línea 14 se retira del efecto 2 y se alimenta al efecto 1 (no representado), en el cual se forma el producto lejía para combustión en una caldera de recuperación.
- La carga de BOD (Demanda Biológica de Oxígeno) y COD (Demanda Química de Oxígeno) para una planta de tratamiento de agua residual puede reducirse sensiblemente por purificación y segregación del condensado secundario adecuadamente dentro del sistema de evaporación. Y cuando la calidad del condensado secundario es suficiente, puede utilizarse la totalidad del condensado en los procesos de la fábrica reemplazando el consumo de agua fresca. Esto reduce notablemente la carga ambiental.
- Gracias a la separación eficaz de las gotitas, el condensado secundario procedente de los evaporadores modernos contiene cantidades muy pequeñas de sales, típicamente 5-10 mg Na/L de entrada para aplicaciones de madera de frondosas. La totalidad de los componentes volátiles (metanol, compuestos de azufre total reducido es (TRS)) de la lejía negra pueden separarse eficazmente del condensador secundario en la planta de evaporadores.
- En los evaporadores modernos el condensado secundario puede fraccionarse en el interior de las laminillas en fracciones de condensado purificado y impuro (véanse Figuras 1 y 2). El condensado impuro generado es procesado luego típicamente por agotamiento con vapor. Un proceso de agotamiento produce condensado agotado (purificado) y metanol líquido como combustible. El fraccionamiento en cada efecto se selecciona para maximizar la recuperación de metanol mientras que se minimiza el flujo del condensado impuro. La cantidad de condensado impuro procedente de la planta de evaporadores es típicamente aprox 15% de la cantidad total de condensado y puede proporcionar una recuperación global de metanol de 70-80%. La presente invención (agotamiento en el conducto) puede ayudar a aumentar la captura de metanol hasta cerca del 100% cuando se combina con evaporadores que tienen segregación interna de condensado. La segregación del condensado se describe a continuación.
- El espacio de vapor en el interior de las laminillas 20 se divide por costuras de soldadura diagonales 21 a secciones inferior (22) y superior (23) (Fig. 2). La mayor parte del vapor de agua alimentado al evaporador por la línea 28 se condensa en la sección inferior produciendo condensado purificado 24. Una fracción menor del vapor junto con la mayor parte del metanol y compuestos TRS se condensa en la sección superior 23 y se recoge como condensado impuro 25. El área de la sección de condensado impuro es 5-30% de la superficie de las laminillas, alcanzando su valor máximo en los efectos de los evaporadores del extremo posterior. El vapor de purga se descarga del conducto 26. La lejía a evaporar se introduce por la línea 29 y la lejía evaporada se descarga por la línea 30. El vapor generado en el evaporador se retira por la línea 31.
- El fraccionamiento en cada efecto se selecciona para maximizar la recuperación de metanol mientras se minimiza el flujo de condensado impuro. La cantidad de condensado impuro procedente de las etapas del evaporación varía normalmente desde 5 a 30% del condensado total. En el evaporador representado en Fig. 2, la porción del condensado impuro es 10% del flujo de entrada de vapor total y su flujo máximo de salida de MeOH representa 80% del flujo total de MeOH de entrada. Las cifras correspondientes de la salida de condensado purificado son 89% del flujo másico de vapor total de entrada y el flujo de salida de MeOH es igual al 10% del flujo másico total de entrada de MeOH, y el vapor de purga es 1% del flujo másico total de vapor de entrada y su flujo másico de MeOH de salida representa 10% del flujo másico total de entrada de MeOH.
- Dependiendo de la calidad del condensado y los requerimientos de recuperación de metanol, el número de efectos de segregación y el área de segregación pueden seleccionarse libremente en los evaporadores. Las fracciones de condensado secundario en un evaporador de 6 efectos se representan en Fig. 1. El evaporador de 6 efectos representado en la Figura 1 tiene segregación en los efectos 2 a 6 y en el condensador de superficie. Los flujos y composiciones del condensado correspondientes se indican en la Tabla 1.
- En la Figura 1, los condensados impuros formados en los efectos 2, 3, 4, 5 se recogen en un tanque de vaporización súbita 17 y se descargan por la línea 18. Los condensados impuros (FC) procedentes del condensador de superficie 8 y el efecto 6 se conducen también a la línea 18. Los condensados purificados de los efectos 2, 3 y 4 se descargan por la línea 19 como condensado secundario 1 (SC1). Los condensados purificados de los efectos 5, 6 y el condensador de superficie 8 se descargan por la línea 27 como condensado secundario 2 (SC2).
- Los condensados impuros se purifican típicamente con vapor en una columna de agotamiento (separador por agotamiento), que es una vasija cilíndrica en la que el líquido para agotamiento fluye hacia abajo por gravedad y pasa vapor en dirección ascendente. El proceso de transferencia de masa se mejora por las colas intermedias en la columna que dividen el calentamiento y la desgasificación del líquido en etapas. El agotador del condensado impuro está situado entre los efectos de evaporación 1 y 2 ó 2 y 3. El vapor secundario procedente de un efecto previo se utiliza como fuente de calor en el separador por agotamiento. El efecto subsiguiente tiene un paquete de laminillas

- diseñado específicamente en el que el vapor procedente de la parte superior del separador por agotamiento, enriquecido con MeOH y compuestos TRS, se condensa parcialmente (en el interior) y la lejía negra se evapora (exterior). El vapor no condensado se condensa luego parcialmente en un precalentador de lejía, y el resto de los gases del separador por agotamiento fluyen a través de un condensador de ajuste. El contenido de MeOH en los Gases Residuales del Separador por agotamiento (SOG) se ajusta a aproximadamente 30% si los gases se procesan ulteriormente para dar metanol líquido, o a aproximadamente 30 a 50% si los gases se incineran en fase gaseosa. El condensado purificado agotado procedente del fondo del separador por agotamiento puede combinarse con condensado secundario purificado.
- Los gases residuales del separador por agotamiento pueden quemarse (en un incinerador de gases incondensables diseñado específicamente/horno de cal/caldera de recuperación) o rectificarse en una columna de metanol para dar metanol líquido. El metanol licuado que puede almacenarse y quemarse luego en una modalidad controlada tiene normalmente un contenido de agua de aprox. 20% y es un buen combustible, que proporciona aprox. 15 MJ/kg.
- El agotamiento del condensado impuro integrado proporciona una ventaja importante respecto a los sistemas alternativos: toda la energía requerida para purificar el condensado impuro puede utilizarse en el evaporador, y el agotamiento no reduce apreciablemente la economía del evaporador.

Tabla 1. Calidad del condensado del evaporador en la Figura 1.

	Flujo % del condensado total	Metanol mg/L	TRS mg/l	Observaciones
SC1	41	25	< 5	
SC2	44	425	< 10	Ligeramente oloroso
Condensado impuro FC	15	6000	< 200	Maloliente
Condensado impuro liberado de materias volátiles	15	300	< 5	Eficiencia de purificación de MeOH del separador por agotamiento

La segregación interna y externa está combinada en algunos procesos conocidos. Honkanen et al. patentaron un método en US 6.797.125, en el que los condensados impuros procedentes de un efecto previo se vaporizan súbitamente en un separador por agotamiento. La fracción de condensado puro del evaporador D se purifica en el separador por agotamiento por los vapores vaporizados súbitamente y la fracción de condensado de alta pureza resultante se retira por el fondo del separador por agotamiento.

Olausson et al. (6) presentó el método siguiente en US 6.258.206. En un tren de evaporadores, en el que se utiliza segregación interna, la fracción de condensado impuro del efecto 1 se alimenta a la parte superior del lado de vapor del efecto 2. La fracción de condensado purificado del efecto 3 se hace circular a la parte inferior del lado de vapor del efecto 2. MeOH y otros VOC's se concentran en la fracción impura del último efecto. Cuando se alimentan condensados de diferente pureza al lado del vapor, el condensado menos contaminado es agotado en primer lugar por el vapor secundario purificado, que reduce las impurezas pero es capaz todavía de purificar el condensado más contaminado en la parte superior de la sección de transmisión de calor.

La fracción de condensado más sucia se encamina a una planta de tratamiento de condensado. La planta de tratamiento de condensado está integrada típicamente con el tren de evaporadores, y comprende una columna de agotamiento, un evaporador de 2 efectos, una columna de licuación de MeOH y un decantador de terpenos.

En una configuración típica representada en la Figura 10, el condensado impuro en la línea 200 se precalienta primeramente en un precalentador 202 con condensado agotado en la línea 206 procedente del fondo de la columna de agotamiento 204. Una columna de agotamiento 204 es una columna de platos, en la que se utiliza típicamente vapor secundario procedente del efecto 1 en la línea 228 para separar impurezas del condensado. El vapor contaminado 208 de cabezas del separador por agotamiento se utiliza para calentamiento del segundo efecto 210 en una sección de transmisión de calor separada, y el condensado se vaporiza súbitamente y se recicla de nuevo a la columna de agotamiento por la línea 212 como reflujo. Los gases incondensables (NCG) procedentes del área de transmisión de calor separada del segundo efecto pueden utilizarse para precalentamiento (en un precalentador 214) de las lejías entre los efectos 2 y 3. La totalidad de los NCG's y vapores producidos por vaporización súbita se encaminan finalmente a un condensador de ajuste 216, en donde la condensación final es realizada por agua de refrigeración en la línea 218. Los condensados resultantes en la línea 230 se mezclan con la corriente de reflujo del separador por agotamiento. Los NCG's del condensador de ajuste 216 pueden quemarse en la caldera de recuperación, en el horno de cal o en un incinerador NCG diseñado específicamente. Otra opción es someter a agotamiento los NCG's (en la línea 220) con vapor 238 en una columna de MeOH 222. El vapor de cabezas 232 procedente de la columna de MeOH se condensa parcialmente en el condensador 224 con agua de refrigeración 240 para dar MeOH líquido, que se retira por la línea 236. Los terpenos se pueden separar en un decantador de terpenos en las plantas de madera de coníferas. La corriente de colas de la columna de MeOH y los vapores de

cabezas condensados procedentes del separador por agotamiento del condensado pueden fraccionarse en un sistema decantador.

### Descripción Breve De La Invención

5 Existe un deseo de mejorar la separación de contaminantes, tales como metanol y TRS, de los flujos líquidos, tales como condensados de evaporación, o flujos de vapor en una planta de evaporación. El nuevo método y dispositivo se pueden practicar en una fábrica de pasta papelera, pero no están limitados a dicha aplicación. Un objetivo de la invención estriba en mejorar la separación de contaminantes, por agotamiento de contaminantes tales como metanol  
10 y TRS, del líquido (condensado secundario) en gotitas o film líquido en vapores de evaporación por optimización de la transmisión de masa y calor netas en un conducto de vapor. Se ha encontrado que esto puede ser realizado por pulverización de líquidos, tales como condensados secundarios, en corrientes de vapor de evaporadores. El líquido purificado por el nuevo método se conoce como un líquido agotado en conducto.

15 El agotamiento del líquido en un conducto de vapor es más favorable que el tratamiento directo del condensado secundario en una columna separadora de materias volátiles, al menos en aquellos casos en los que existe necesidad de pretratar v.g. grandes flujos de condensado secundario, o cuando el flujo de condensado secundario agotado en el conducto puede utilizarse directamente como reemplazamiento caliente de agua fresca, o cuando el condensado agotado en conducto se añade a una fracción de condensado secundario más pura que, es tan pura  
20 que no precisa en absoluto ser tratada en la columna separadora de materias volátiles. El agotamiento en el conducto se utiliza por tanto fundamentalmente para minimizar el flujo de condensado impuro o condensados secundarios a la columna separadora de materias volátiles, lo cual minimiza a su vez el consumo de energía calorífica de la columna separadora de materias volátiles. El agotamiento en el conducto puede utilizarse también para producir un condensado puro que se puede utilizar como sustitutivo de agua caliente nueva.

25 Conforme al método de inventiva de la presente invención, los contaminantes se separan de los líquidos por medio de agotamiento poniendo en contacto directo un líquido con un vapor en una planta de evaporación, de tal modo que un líquido contaminado se pulveriza en forma de vapor que fluye en un conducto de vapor, reduciendo así el contenido de contaminantes del líquido pulverizado y produciendo un líquido purificado tal que los contaminantes se  
30 enriquecen en el vapor. El líquido purificado se recoge desde un punto de vista del proceso en la parte más ventajosa del conducto de vapor. El enriquecimiento descrito de contaminantes en el vapor se conoce como agotamiento.

35 Conforme al método de inventiva de la presente invención, los contaminantes se separan también de los vapores por puesta directa en contacto de un líquido con un vapor contaminado en una planta de evaporación por pulverización o distribución de un líquido más pobre en contaminantes en el vapor que fluye en un conducto de vapor o sobre superficies de pared del conducto aumentando así el contenido de contaminantes del líquido pulverizado y produciendo un vapor purificado, y recogida del líquido enriquecido en contaminantes. El enriquecimiento descrito de contaminantes en el líquido se conoce como absorción. Las partículas y/o componentes  
40 de arrastre, tales como ácidos y álcalis, se pueden separar de los vapores.

El dispositivo de la invención se describe para purificación de líquidos o vapores en una planta de evaporación que tiene al menos una vasija evaporadora equipada con un conducto de vapor. Conforme a una realización preferida, el conducto de vapor está provisto de un dispositivo para pulverización o distribución de un líquido en el vapor que  
45 fluye en el conducto de vapor o sobre las superficies de pared en el conducto de vapor a fin de poner el líquido en contacto directo con el vapor, reduciendo así el contenido de contaminantes del líquido o el vapor.

Un conducto de vapor es un conducto que está conectado a un evaporador y a través del cual se deja salir el vapor formado en el evaporador. El conducto puede estar dispuesto de tal manera que el vapor se conduce a otra vasija de evaporador, retornando al mismo evaporador o a una etapa de proceso ulterior. La separación de contaminantes, sea por agotamiento o por absorción, puede mejorarse por prolongación del tiempo de residencia del líquido, tal como condensado, en el conducto. La separación se favorece cuando el volumen de gas del conducto de vapor y el área húmeda (es decir área de gotitas + área de film) es lo mayor posible. Esto significa que algunas aplicaciones de evaporadores pueden ser más adecuadas para agotamiento en el conducto que otras. Otras variaciones importantes  
50 que afectan a la eficiencia de separación son las propiedades de pulverización y la dirección del condensado secundario.

La separación de contaminantes puede mejorarse por calentamiento del líquido pulverizado a la temperatura de saturación o 5 a 10°C por encima de la temperatura de saturación del vapor antes de la pulverización.  
60

En el nuevo método, pueden separarse diferentes clases de contaminantes de los líquidos. Conforme a una realización preferida, los contaminantes son metanol y/o compuestos TRS (azufre total reducido), que son contaminantes volátiles comunes en los condensados de una fábrica de pasta papelera. Típicamente, dicho líquido a pulverizar es condensado, y dichos contaminantes son al menos uno de metanol y TRS.  
65

Un líquido contaminado, tal como líquido enriquecido en metanol y/o TRS puede pulverizarse en paralelo respecto al flujo de vapor o en contracorriente respecto al flujo de vapor en el conducto de vapor, o en cualquier otra dirección comparada con el flujo de vapor. La contracorriente proporciona a menudo mayor separación.

5 Conforme a una realización de la invención, un condensado enriquecido en contaminantes (metanol y/o TRS) se forma en una planta de evaporación de efecto múltiple, y el condensado se pulveriza en un conducto de vapor procedente del mismo evaporador del que procede el condensado, o de un evaporador precedente o subsiguiente. Un líquido contaminado, tal como líquido enriquecido en metanol y/o TRS, puede purificarse tanto en procesos de evaporador que son plantas de efecto múltiple o plantas de efecto simple como plantas de recompresión de vapor  
10 movidas por un ventilador o eyector de vapor.

El líquido purificado puede utilizarse como líquido de reemplazamiento para agua fresca en el interior de la fábrica.

15 El método conforme a la presente invención puede aplicarse a todas las aplicaciones de evaporadores conocidas.

En el presente método, el líquido o vapor contaminado puede tratarse tanto a baja presión como a presión elevada del vapor.

20 Preferiblemente, el punto de recogida del líquido purificado/contaminado (tal como condensado) en conductos de vapor verticales está localizado después de una curva en el fondo de la salida del conducto de vapor.

Un líquido enriquecido en contaminantes pueden ser también las lejías residuales procedentes de cualquier proceso de reducción a pasta papelera basado en madera, o lejías residuales o corrientes efluentes (tal como una corriente de lodo) procedentes de cualquier proceso de biomasa.

25 El agotamiento en el conducto puede utilizarse para purificar contaminantes del condensado de lejía residual de cualquier proceso de producción de pasta papelera basado en biomasa. El nuevo método puede utilizarse también como método de absorción de contaminantes procedente de un flujo de vapor contaminado en una planta de evaporación de cualquier proceso de biomasa que produzca combustible, piensos o productos químicos. El  
30 dispositivo para realización del nuevo método puede instalarse fácilmente en plantas de evaporación tanto nuevas como existentes. Los componentes principales son algunas tuberías y conexiones adicionales para conducir un líquido a un conducto de vapor adecuado.

35 El líquido se suministra preferiblemente por un tubo de alimentación que se extiende a través de la pared del conducto de vapor hasta el conducto de vapor y que está provisto de al menos una tobera de tal modo que el líquido se pulveriza en forma de gotas en el flujo de vapor. En el caso de que existan varias toberas, las mismas están distribuidas uniformemente por toda la anchura del conducto. El líquido puede pulverizarse también por aberturas en forma de toberas que están dispuestas para suministrar líquido desde la pared interior del conducto alrededor del mismo. El líquido puede alimentarse también a través de tales aberturas en la pared del conducto, en cuyo caso el  
40 líquido se distribuye al conducto de tal forma que el mismo fluye como un film a lo largo de la pared interior del conducto. Las aberturas están dispuestas alrededor de la periferia del conducto.

45 Variables críticas para un sistema de agotamiento en el conducto o absorción que funcione satisfactoriamente son el flujo másico de vapor y condensado impuro (o puro) ( $m_6$ ,  $m_3$ ), la caída de presión en la tobera de pulverización ( $p3$ - $p5$ ), las características de la tobera (es decir, la geometría de pulverización (cono vacío o cono lleno), distribución de los tamaños de gotita (diámetro medio), ángulo de abertura de la pulverización ( $\alpha$ ), velocidad de las gotitas ( $w_0$ )), temperatura de las gotitas y temperatura de saturación del vapor ( $T3$ ,  $p6$ ), velocidad de las gotitas y del vapor ( $w_g$ ,  $w_v$ ), tiempo de residencia en el conducto ( $\tau$ ), geometría del conducto, equilibrio de vapor y líquido ( $x$  e  $y$ ), equilibrio interfacial (transferencia másica neta de vapor de agua o no, lo que influye en el transporte de metanol),  
50 transferencia de calor y masa, tanto en el interior de las gotitas como en las paredes del conducto (influye la transferencia másica neta de vapor de agua), véanse Tabla 2 y Figura 3 para nomenclatura. Se obtiene una operación favorable cuando se utilizan toberas comerciales que producen gotitas menores que 5 mm y ángulos de abertura de 20° a 180°. La separación se favorece adicionalmente cuando el volumen de gas del conducto de vapor y el área húmeda (= área de gotita + área de film) es lo mayor posible. El tamaño adecuado de la tobera y el número  
55 de toberas dependen de las dimensiones del proceso y así como del flujo volumétrico del líquido pulverizado.

60 El área de film en el conducto puede aumentarse con elementos de conducto internos. El área de film puede aumentarse, por ejemplo, con un tubo en el interior del conducto de vapor. El elemento de conducto interno tiene una estructura simple. Ello no tiene un efecto considerable sobre los patrones de flujo de líquido o gas, o causa una pérdida de presión considerable. No se utilizan los elementos de relleno que se emplean en las torres de relleno, sino que la sección transversal del conducto de vapor está esencialmente libre para el flujo de vapor.

Tabla 2: Variables críticas del proceso; véase la Figura 3 para sus localizaciones

S3, $m_3$	Sucio (o condensado puro) de la bomba de tobera
S4	CC, Condensado puro de la laminilla del efecto x+1
S5, T5, $p5$	Condensado pulverizado antes de la laminilla del efecto x+1

S6, p6, m6 p3, T3	Vapor secundario del efecto x Condensado pulverizado después de calentamiento o enfriamiento del fluido de pulverización
DSL	Salida del líquido agotado en el conducto (la gravedad y las fuerzas centrífugas recogen el líquido en el fondo del tubo antes de entrada al evaporador siguiente)
LCG	Gases incondensables
FC	Condensado impuro

Es ventajoso diseñar el sistema de agotamiento en el conducto de tal modo que la tasa de transferencia másica neta de metanol se maximice por optimización de las variables críticas enumeradas anteriormente a fin de que sea lo más eficaz posible en costes, estableciendo todavía separación máxima, v.g. una eliminación del metanol próxima a 100%, véase el ejemplo siguiente. Una eliminación próxima a 100% puede obtenerse por utilización de esta invención.

### Breve Descripción De Los Dibujos

El método y los dispositivos de inventiva se describirán adicionalmente con referencia a los dibujos que se adjuntan, en los cuales

La Figura 1 muestra esquemáticamente una planta de evaporación de lejía negra de efecto múltiple conocida;

la Figura 2 ilustra la estructura de un evaporador de laminillas conocido, en el cual tiene lugar una segregación del condensado en condensado puro y impuro;

la Figura 3 muestra esquemáticamente un dispositivo de agotamiento en el conducto conforme a la presente invención;

las Figuras 4 y 5 ilustran esquemáticamente el dispositivo de prueba para la presente invención: la Figura 4 es un dibujo principal para la disposición experimental y la Figura 5 presenta puntos de muestra así como puntos de medición de ensayos en campo; y

las Figuras 6-9 muestran resultados de pruebas de la presente invención.

La Figura 10 ilustra un separador de agotamiento del condensado impuro y una planta de metanol líquido integrados.

La Figura 11 muestra resultados de pruebas de conductividad del condensado secundario 2, para capacidad de evaporación de 80%.

### Descripción Detallada De La Presente Invención

Un dispositivo para realización del nuevo proceso de agotamiento se muestra en la Figura 3. Se muestran los efectos x y x+1 de una planta de evaporación de efecto múltiple. Estos efectos pueden ser, por ejemplo, efectos V y VI de la planta de evaporación de lejía negra. La lejía negra se evapora en el efecto x, con lo que se forma vapor. El vapor se hace pasar por un conducto 100 al efecto siguiente x+1. El condensado impuro que contiene metanol y otros compuestos volátiles se hace pasar por la línea 102 y se pulveriza por medio de una tobera o toberas 104 al conducto de vapor 100. Las gotas de condensado entran en contacto directo con el vapor, con lo que el metanol y otros contaminantes son absorbidos por el flujo de vapor. El condensado purificado, denominado condensado agotado en el conducto, fluye hacia abajo a lo largo de la pared del conducto de vapor y se recoge preferiblemente después de una curva 106 en el fondo 108 del conducto de vapor antes de la entrada del efecto x+1. El vapor que tiene un contenido incrementado de contaminantes volátiles fluye en el conducto 100 hacia el efecto de evaporación x+1 siguiente donde se condensa el mismo. El elemento calentador de efecto x+1 es una laminilla 110 como se describe en conexión con la Figura 2, donde tiene lugar la segregación del condensado y se forman condensados puro 114 y impuro 112 en la laminilla 110. El condensado impuro puede tratarse ulteriormente en una planta de columnas de agotamiento de la fábrica. El condensado agotado en el conducto en la línea 116 puede bombearse directamente desde el conducto de vapor 100 a un proceso en el que se utiliza el mismo como agua de proceso. El condensado agotado en el conducto y el condensado puro 114 pueden combinarse también, pero esto depende de su contenido de contaminantes, tales como metanol y del uso óptimo de los condensados en un proceso ulterior.

El condensado impuro puede calentarse directa o indirectamente en un cambiador de calor 118 antes de la pulverización al conducto de vapor 100. El calentamiento contribuye al efecto de agotamiento en el conducto.

Los ensayos en campo en la planta de evaporadores de una fábrica de pasta papelera a escala normal. Se realizaron análisis de metanol y COD (demanda química de oxígeno) de la prueba en fábrica a escala normal con condensado que tenía un contenido elevado de metanol, fueron realizados por VTT Expert Services Oy en Espoo,

Finlandia. El MeOH se analizó por cromatografía de gases GC-FID y la COD con el método de valoración estandarizado SFS 5504:1988. Las eliminaciones de MeOH y COD se calcularon a partir de la ecuación:

$$MeOH \text{ o COD eliminado } = \frac{S3 - S5}{S3} \quad [1]$$

donde S3 y S5 se analizan (las concentraciones de MeOH y COD en los puntos de muestra S3 y S5, véanse las Figuras 3 y 4). Se supone que un pequeño cambio en la masa de las gotitas no afecta al resultado. Ninguno de los experimentos excedía de la eliminación de equilibrio. La incertidumbre en la medición de metanol se ve como una variación mayor en el metanol eliminado comparada con la eliminación de COD.

Fig. 4 ilustra dos evaporadores de lejía negra V y VI. El vapor formado en el efecto V se conduce por un conducto de vapor 120 al efecto VI. Los condensados SC y SC1 se producen en el condensador de superficie como se describe en conexión con Fig. 1. El condensado SC se conduce por la línea 124 y se pulveriza en el conducto de vapor 120. El condensado impuro procedente de los efectos de evaporación y el condensador de superficie se conducen por la línea 126 y el condensado secundario del efecto V por la línea 128. El condensado agotado en el conducto se lleva al efecto VI y se descarga del mismo junto con condensado secundario formado en el efecto VI a la línea 130.

El condensado impuro se pulverizó a un conducto de vapor del efecto V de la planta de evaporación de lejía negra: Las operaciones de prueba se realizaron en una planta de evaporación que funcionaba a 80% o 100% de capacidad. La planta de evaporación se mantuvo en estado estacionario durante las pruebas de test; el proceso de prueba de test se describe en las Figuras 4 y 5.

En la Figura 5, se muestran los efectos x y x+1 de una planta de evaporación multiefecto de Fig. 3. Estos efectos son los efectos V y VI, de la planta de evaporación de lejía negra. La lejía negra se evapora en el efecto V con lo que se forma vapor. El vapor se hace pasar por un conducto 100 al efecto siguiente 6. El condensado impuro que contiene metanol y otros compuestos volátiles procedentes de un condensador de superficie 132 donde el vapor en la línea 134 del efecto 6 se condensa, se conduce por la línea 102 y se pulveriza por medio de una tobera o toberas 104 al conducto de vapor 100. Las gotas de condensado entran en contacto directo con el vapor de tal modo que el metanol y otros contaminantes son absorbidos por el flujo de vapor. El condensado purificado, denominado condensado agotado en el conducto, fluye hacia abajo a lo largo de la pared del conducto de vapor 100 y se recoge preferiblemente a través del fondo del efecto 6. El vapor que tiene un contenido incrementado de contaminantes volátiles fluye desde el conducto de vapor 100 al elemento calentador del efecto de evaporación siguiente 6, donde se condensa. El elemento calentador del efecto 6 es una laminilla 110 como se describe en conexión con la Figura 2, donde tiene lugar la segregación del condensado y se forman condensados puro 114 y impuro 112 en la laminilla 110. El condensado impuro en la línea 112 puede tratarse ulteriormente en una planta de columnas de agotamiento de la fábrica. El condensado agotado en el conducto se envía al efecto 6 y ulteriormente junto con el condensado de vapor procedente del evaporador 6 siguiente por la línea 114 a un proceso en el que aquél puede utilizarse como agua de proceso.

El condensado impuro puede calentarse directamente en la línea 102 por adición de vapor procedente de la línea 136 antes de pulverizarse al conducto de vapor 100. El calentamiento contribuye al efecto de agotamiento en el conducto.

Las localizaciones de toma de muestras y las mediciones para la Figura 5 se presentan en la Tabla 3.

Tabla 3: Localizaciones de toma de muestra y mediciones representadas en la Figura 5

Muestra 1	Condensado impuro del condensador de superficie
Muestra 2	Condensado impuro de la laminilla del efecto 6
Muestra 3	Condensado de la bomba
Muestra 4	Condensado puro de la laminilla del efecto 6
Muestra 5, T5, p5	Condensado pulverizado antes de la laminilla del efecto 6
Muestra 6, p6	Vapor secundario del efecto 5 antes del separador de gotitas
T3	Condensado pulverizado después de calentamiento del fluido de pulverización
Tubo U (segundas operaciones)	Mediciones dp entre p5 & p6
S7 (segundas operaciones)	Condensado secundario 2
S8 (segundas operaciones)	Condensado impuro

Los resultados de prueba se presentan en las Figuras 6-9. Las Figuras 6 y 7 muestran la eliminación de metanol y COD a temperaturas diferentes del condensado (°C) cuando la planta de evaporación opera a 80% de capacidad. La Figura 6 muestra la eliminación de metanol cuando la planta de evaporación está funcionando a 80% de capacidad, y el parámetro es la ratio de tasa de flujo de condensado secundario a tasa de vapor. La Figura 7 muestra la eliminación de COD cuando la planta de vaporación está operando a 80% de capacidad, siendo el parámetro la ratio de tasa de flujo de condensado secundario a tasa de vapor.

Las Figuras 8 y 9 muestran la eliminación de metanol y COD a diferentes temperaturas del condensado (°C) cuando la planta de evaporación está operando a 100% de capacidad. La Figura 8 muestra la eliminación de metanol cuando la planta de evaporación está operando a 100% de capacidad, siendo el parámetro la ratio de tasa de flujo de condensado secundario a tasa de vapor. La Figura 9 muestra la eliminación de COD cuando la planta de evaporación está operando a 100% de capacidad, siendo el parámetro la ratio de tasa de flujo de condensado secundario a tasa de vapor. El parámetro de leyenda 100% en las Figuras 6 a 9 significa que el flujo másico de condensado pulverizado es igual al flujo másico de vapor de agua del efecto 5, a capacidad 80% o 100% de la planta de evaporación. Análogamente, los nombres de leyenda (50%, 75%, 115%) en las Figuras 6 a 7, significan que la ratio de flujo másico de condensado pulverizado a flujo másico de vapor del efecto 5 es (50%, 75%, 115%) cuando la capacidad de la planta de evaporación es 80%.

De acuerdo con los resultados, las eliminaciones de condensado calentado (pulverización "caliente") son mayores que las del condensado de pulverización frío. Esto es debido a que los condensados de pulverización de "equilibrio" o "caliente" tienen más vapor al cual pueden donar su MeOH y menos transferencia másica neta de vapor de agua a superar, véanse las Figuras 6 a 9. Las tasas de eliminación menores a 100% de capacidad de evaporación están causadas por un volumen menor del reactor (las gotitas son arrastradas por el vapor que fluye rápidamente) y un área húmeda de pared más pequeña que da un tiempo de residencia más corto,  $\tau$ , para el condensado pulverizado.

Tendencias de conductividad durante las operaciones de prueba: Se recogieron datos de conductividad en la corriente de condensado secundario total de las plantas durante los tests a 80% de capacidad de evaporación, véase la Figura 11. Un cambio registrado en conductividad está causado entonces principalmente por un cambio en compuestos TRS, que son más conductores que MeOH. Puede verse que la conductividad del condensado secundario 2 disminuye inmediatamente después del comienzo de la pulverización (en el punto "Ref 1") y continúa disminuyendo cuando el volumen de pulverización aumenta desde 50% a 115% de flujo (la pulverización se detuvo en el punto "Ref 2"). Los puntos 2 a 11 son por tanto números de operaciones de prueba para una serie de ensayos en campo en donde la ratio de flujo de condensado secundario a vapor y la temperatura del condensado secundario pulverizado varía. El cambio en conductividad se comprobó por tanto en una prueba de test posterior en la que la planta de evaporación operaba a capacidad 100%. Las mediciones en laboratorio de la eliminación de TRS de los ensayos en campo del conducto de vapor se calculó que eran mayores que 95%, cuando la planta de evaporación operaba a capacidad 100%.

La parte superior de los evaporadores está equipada típicamente con un separador de gotas. Cuando se forma vapor contaminado en un evaporador y se hace pasar por un conducto de vapor del evaporador, se pulveriza un líquido pobre en contaminantes en el flujo de vapor para separar del vapor las partículas y componentes perjudiciales. Esto puede contribuir a o incluso reemplazar la operación del separador de gotas, al menos en cierta proporción.

Factores importantes que incrementan la función del separador de agotamiento del conducto:

- A) Importancia del film líquido sobre las superficies del conducto (film de pared) y la formación del film de pared (punto de inicio del film).
- B) La reducción del tamaño de las gotitas aumenta cuando la pulverización se realiza en contracorriente con un flujo de vapor de alta velocidad.
- C) El tiempo de residencia más corto en el conducto de vapor a capacidad de evaporación creciente reduce la eficiencia de eliminación.

El nuevo método de separación de la presente invención asegura condensados secundarios más puros por pulverización de condensados enriquecidos en metanol y/o TRS en los conductos de vapor y recogida del condensado puro sea desde el fondo del conducto de vapor antes del evaporador o junto con el condensado puro del evaporador.

Mediciones realizadas en campo han demostrado que la eficiencia de eliminación de metanol de un separador de agotamiento en el conducto puede tener efectos sobre la segregación de MeOH extendidos a toda la fábrica. Se ha demostrado que la separación en el separador por agotamiento en el conducto medida en una planta a escala normal es aprox. 70% a 90%. Esto hace posible aumentar la recuperación de metanol en 1-3 kg metanol/tonelada de pasta. Este método podría aumentar por consiguiente en Finlandia la recuperación de metanol a metanol combustible en muchos millones de toneladas al año. Además, se reduce el desprendimiento de olor, así como la necesidad de utilizar agua cruda fresca en lugares tales en los que el uso de condensados olorosos no está permitido, v.g. en un filtro de lodo de cal en la planta de caustificación de la fábrica de pasta papelera. Este método hace posible por tanto reducir el consumo de agua fresca y el calentamiento del agua fresca a la temperatura del proceso. El mismo puede contribuir también por tanto a reducir el flujo de efluente y los costes correspondientes de tratamiento de efluentes. El agotamiento en el conducto es un método eficaz en costes y puede motivar la segregación de las inversiones en el sistema, que en algunos casos pueden ser tan altas como 1 euro/tonelada de pasta cuando se considera una producción de pasta a lo largo de un año, es decir que 1.000.000 de toneladas de pasta/año podría motivar una inversión global en el sistema de segregación del condensado de 1.000.000 euros.

Si bien la invención se ha descrito en conexión con lo que se considera actualmente como la realización más práctica y preferida, debe entenderse que la invención no está limitada a la realización descrita, sino que por el contrario, tiene por objeto abarcar diversas modificaciones y dispositivos equivalentes incluidos dentro del espíritu y alcance de las reivindicaciones adjuntas. La presente invención se ha descrito arriba con mayor detalle en conexión con la evaporación de la lejía negra en evaporadores de laminilla. La presente invención, en la cual el líquido se pulveriza a vapor en un conducto de vapor, es aplicable a todas las clases de evaporadores conocidas. El proceso del evaporador puede llevarse a cabo en una planta de evaporación multiefecto o una planta de evaporación de un solo efecto, tal como una planta de recompresión de vapor movida por un ventilador o eyector de vapor.

10

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para purificación de líquidos o vapores en una planta de evaporación, **caracterizado por** la separación de contaminantes de los líquidos por agotamiento cuando un líquido enriquecido en contaminantes se pone en contacto directo con un vapor por pulverización o distribución del líquido en el vapor que fluye en un conducto de vapor o sobre superficies de pared en el conducto de vapor, reduciendo así el contenido de contaminantes del líquido pulverizado y produciendo un líquido más puro de tal modo que los contaminantes se enriquecen en el vapor, y recogida del líquido purificado, o por la separación de contaminantes de los vapores por absorción cuando un líquido se pone en contacto directo con un vapor contaminado por pulverización o distribución de un líquido más puro de contaminantes en el vapor que fluye en un conducto de vapor o sobre superficies de pared en el conducto de vapor, aumentando así el contenido de contaminantes del líquido pulverizado y produciendo un vapor purificado, de tal modo que los contaminantes se enriquecen en el líquido, y recogida del líquido enriquecido en contaminantes.
2. Un método conforme a la reivindicación 1, **caracterizado por que** el líquido purificado o el líquido enriquecido en contaminantes se retira del conducto de vapor, o junto con el condensado de vapor del evaporador subsiguiente, o el líquido purificado o el líquido enriquecido en contaminantes se retira tanto del conducto de vapor como del evaporador subsiguiente.
3. Un método conforme a la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado por que** la separación de contaminantes se mejora por prolongación del tiempo de residencia del líquido en el conducto.
4. Un método conforme a la reivindicación 1, 2 ó 3, **caracterizado por que** la separación de contaminantes por agotamiento se mejora por calentamiento del líquido enriquecido en contaminantes a la temperatura de saturación o por encima de la temperatura de saturación del vapor antes de la pulverización.
5. Un método conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el líquido enriquecido en metanol y/o TRS a agotar se pulveriza en contracorriente o en paralelo.
6. Un método conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el condensado enriquecido en metanol y/o TRS se recoge en una planta de evaporación de una planta de biomasa, y el condensado se pulveriza en un conducto de vapor.
7. Un método conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el líquido enriquecido en metanol y/o TRS se purifica en procesos de evaporador que son plantas de efecto múltiple o plantas de efecto simple, tales como una planta de recompresión de vapor movida por un ventilador o eyector de vapor.
8. Un método conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** dicho líquido a agotar es condensado y dichos contaminantes son al menos uno de metanol y TRS.
9. Un método conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el líquido purificado se utiliza como líquido de reemplazamiento para agua fresca en una fábrica.
10. Un método conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el punto de recogida del condensado purificado en el conducto vertical está localizado después de una curva en el fondo de la salida de conducto de vapor.
11. Un método conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por** el agotamiento de los contaminantes del condensado de lejía residual en cualquier proceso de producción de pasta papelera basado en biomasa.
12. Un método conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por** la absorción de los contaminantes de las corrientes de vapor contaminadas en cualquier proceso de biomasa.
13. Un método conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el líquido o el vapor contaminados se tratan tanto a baja presión como a presión elevada del vapor.
14. Un método conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el líquido se pulveriza desde o a través de la superficie del conducto de vapor.
15. Un método conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el líquido se alimenta desde más de una tobera de pulverización.
16. Un método conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el área del film en el conducto se incrementa con elementos de conducto internos.

- 5 17. Un dispositivo para purificación de líquidos o vapores en una planta de evaporación que tiene al menos una vasija de evaporador equipada con un conducto de vapor, **caracterizado por que** el conducto de vapor está provisto de un dispositivo para pulverización o distribución de un líquido en el vapor que fluye en un conducto de vapor o sobre superficies de pared en el conducto de vapor a fin de poner el líquido en contacto directo con el vapor reduciendo así el contenido de contaminantes del líquido o el vapor.
- 10 18. Un dispositivo conforme a la reivindicación 17, **caracterizado por que** el dispositivo comprende un tubo de alimentación que se extiende a través de la pared del conducto de vapor hasta el conducto de vapor y que está provisto de al menos una tobera para pulverización del líquido.
- 15 19. Un dispositivo conforme a la reivindicación 17, **caracterizado por que** el dispositivo comprende aberturas en la pared del conducto para distribuir el líquido en el conducto de vapor.
- 20 20. Un dispositivo conforme a la reivindicación 17, 18 ó 19, **caracterizado por que** el conducto de vapor está conectado a un conducto para separación del líquido.
- 25 21. Un dispositivo conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el conducto de vapor está dispuesto entre dos vasijas de evaporador de una planta de evaporación de efecto múltiple.
- 20 22. Un dispositivo conforme a la reivindicación 20, **caracterizado por que** el punto de recogida del líquido en el conducto vertical está localizado después de una curva en el fondo de la salida del conducto de vapor.
- 25 23. Un dispositivo conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el dispositivo está conectado a un sistema de condensado de la planta de evaporación para conducir el condensado al conducto de vapor.

-

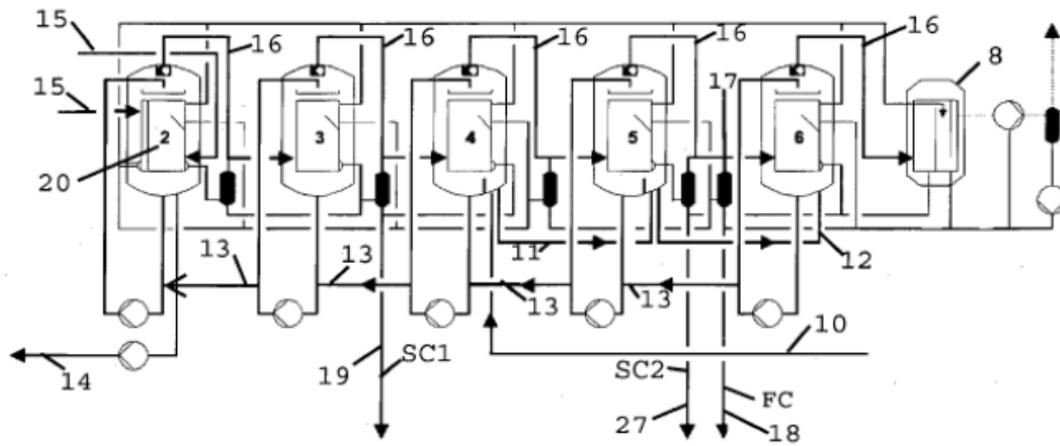


FIG. 1

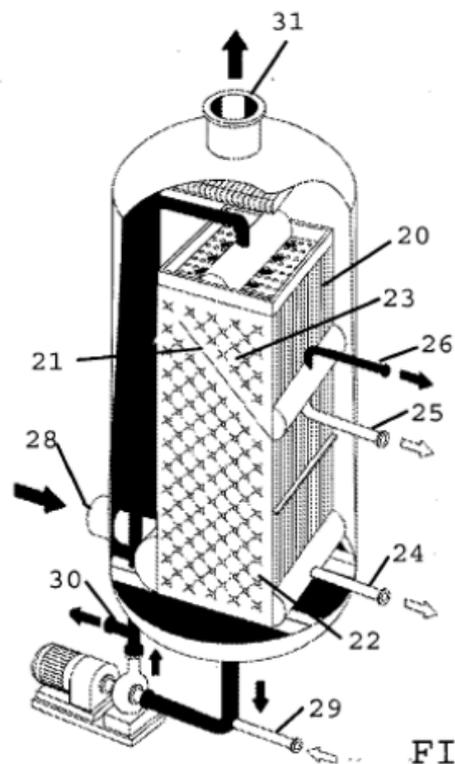


FIG. 2

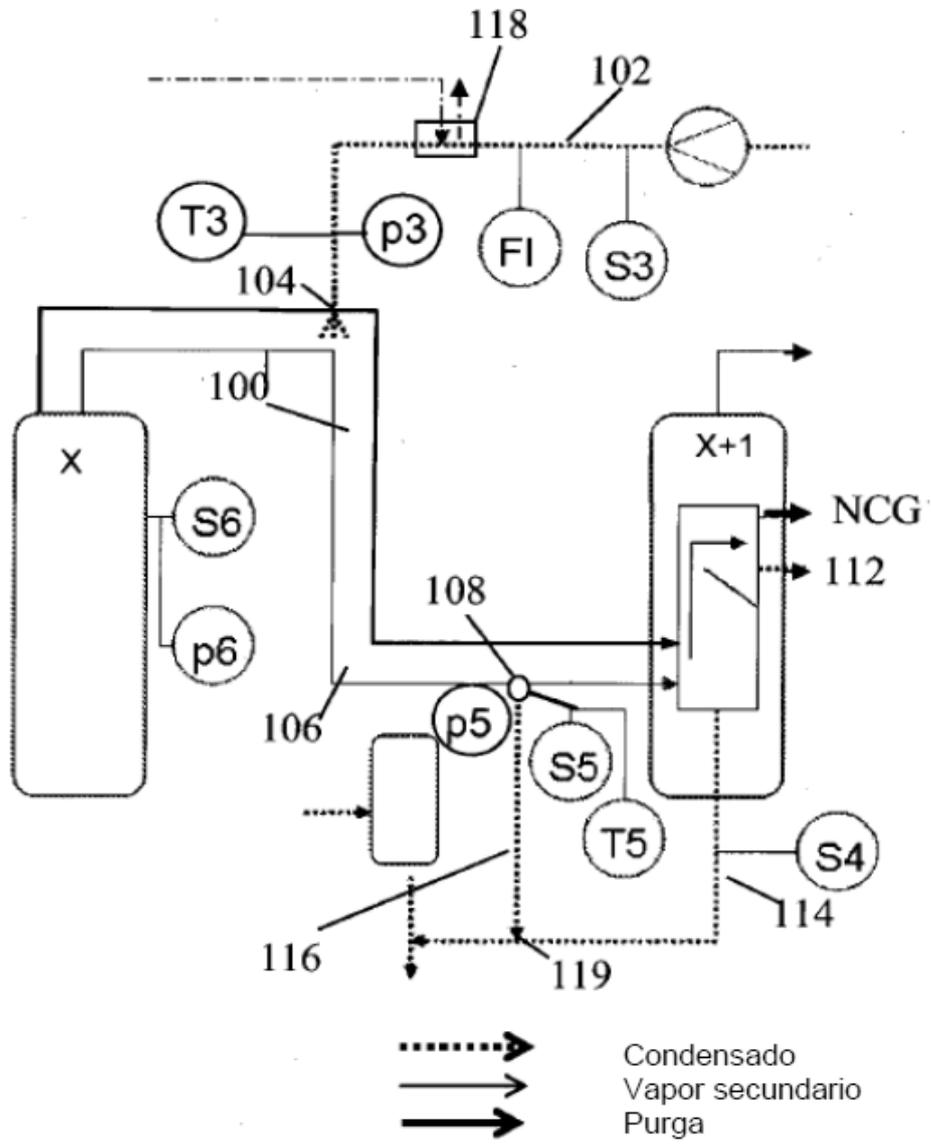


FIG. 3



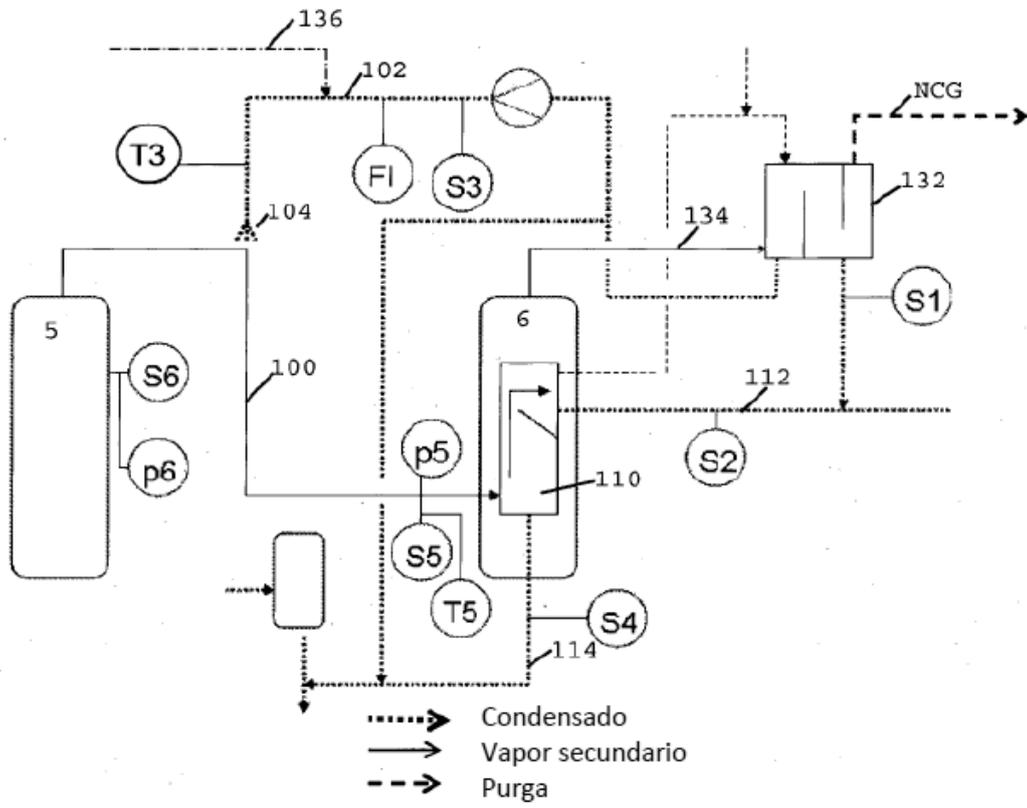


FIG. 5

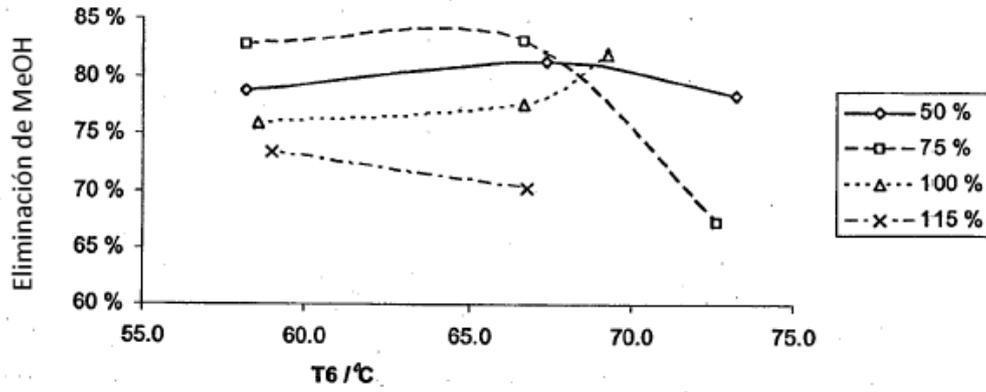


FIG. 6

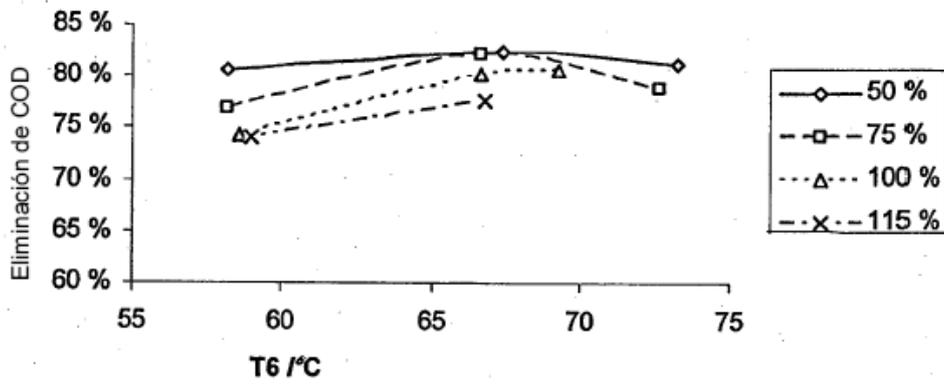


FIG. 7

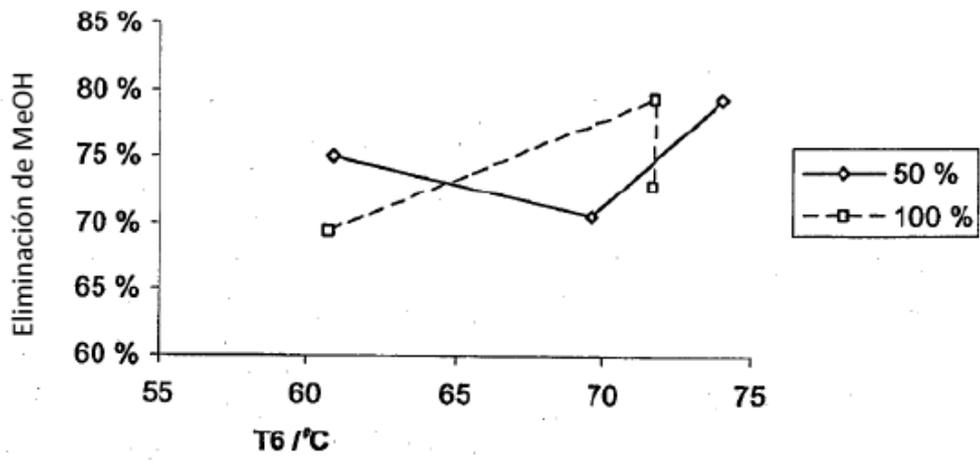


FIG. 8

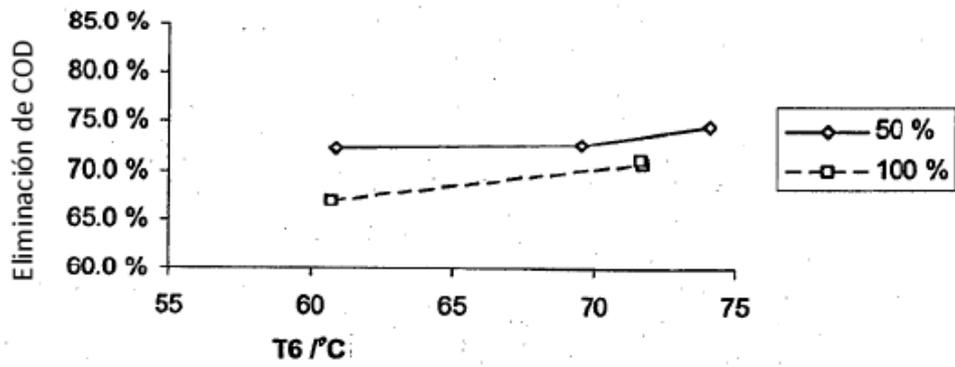


FIG. 9

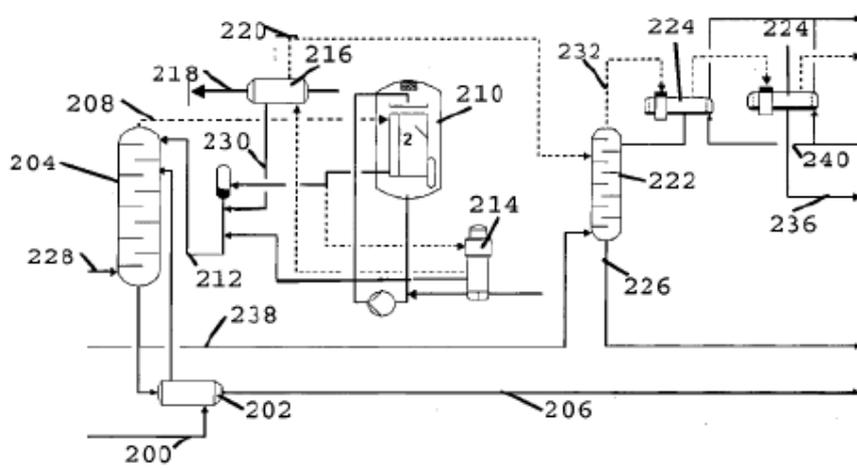


FIG. 10

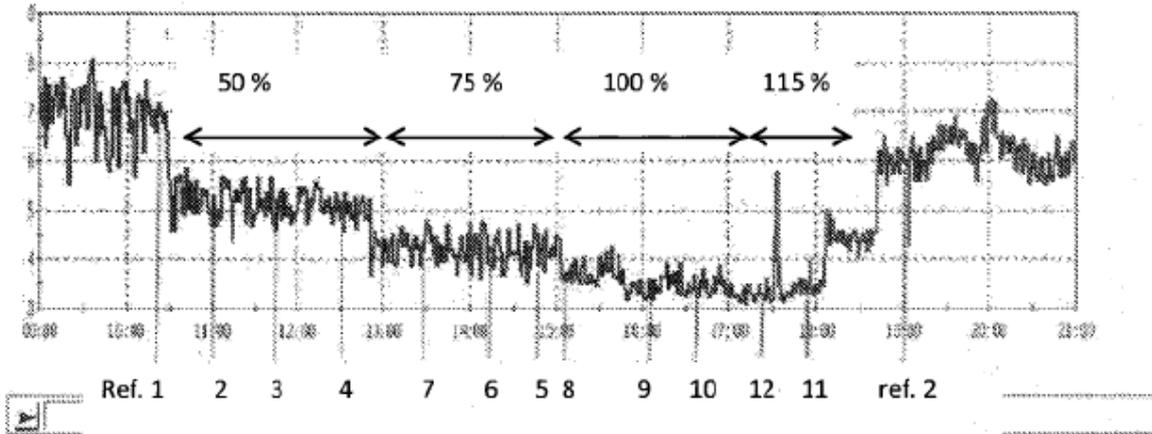


FIG. 11