

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 624 775**

51 Int. Cl.:

B01D 53/22 (2006.01)

C10L 3/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.05.2011 PCT/EP2011/058636**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.01.2012 WO12000727**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.05.2011 E 11722404 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.02.2017 EP 2588217**

54 Título: **Procedimiento para la separación de gases**

30 Prioridad:

01.07.2010 EP 10168121

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

17.07.2017

73 Titular/es:

**EVONIK FIBRES GMBH (100.0%)
Gewerbepark 4
4861 Schörfling am Attersee, AT**

72 Inventor/es:

**UNGERANK, MARKUS;
BAUMGARTEN, GOETZ;
PRISKE, MARKUS y
ROEGL, HARALD**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 624 775 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 para la separación de gases

5 La invención se refiere a un procedimiento bajo empleo de un dispositivo con concatenación de módulos de membrana de separación de gases para la separación de mezclas gaseosas en dos fracciones de pureza elevada respectivamente.

10 Por medio de una membrana de separación de gases se pueden separar mezclas gaseosas en base a diferentes permeabilidades (= corriente másica por unidad de tiempo, área, diferencia de presión y grosor de capa) de los gases aislados en un material sintético. En general, los materiales sintéticos se elaboran para dar fibras huecas o membranas planas. Las membranas se distinguen por una capa separadora muy delgada en la superficie de la membrana, de modo que la permeación (= corriente másica por unidad de tiempo, área y diferencia de presión) de la membrana es lo mayor posible.

El resultado de separación obtenible con una membrana en paso simple es dependiente, además de la selectividad de la membrana, de la relación de presión entre punto de alta presión y de baja presión de la membrana. Cuanto mayor es la relación de presión, tanto mejor es el resultado de medida alcanzable como máximo.

15 En el intervalo de relaciones de presión reducidas, las curvas para las diversas selectividades transcurren en posición estrechamente adyacente (véase la figura 1). El resultado de separación se determina mediante la relación de presión en este intervalo. Por lo tanto, este intervalo se denomina "limitado por presión". En el intervalo de relaciones de presión elevadas, el resultado de separación apenas es influenciado por la relación de presión. Este intervalo se denomina "limitado por selectividad".

20 Por la literatura son conocidas una serie de conexiones de membrana para la separación de gases. En Baker, IndEngChemRes, Natural Gas Processing with Membranes, 47 (2008) se encuentra una relación detallada de diversas conexiones conocidas. En el ejemplo de separación de metano (gas retentado) y CO₂ (gas permeado) se obtienen ciertamente purezas elevadas en la corriente de producto (98 % de CH₄) con un paso de separación de membrana simple de una etapa según la fig. 2. No obstante, en este caso, la calidad de la corriente de gas de escape del lado del permeado no es influenciado y es de baja calidad (44% de CO₂). La fuga, o bien la pérdida de metano es correspondientemente grande.

25

En el caso de una conexión de una etapa con recirculación (fig. 3) se pueden aumentar ligeramente las purezas. No obstante, el problema básico del bajo rendimiento en gas retentado y la calidad de gas de permeado no se pueden solucionar con la misma.

30 Para purezas de permeado más elevadas y rendimientos más elevados del componente retenido son conocidas una serie de conexiones de varias etapas. En una conexión simple escalonada con recompresión y recirculación del primer permeado (fig. 4) se pueden mejorar pureza de permeado (86 %) y rendimiento de metano.

35 Si el componente de mayor permeación se presenta en concentraciones elevadas (30 %), según la literatura puede ser ventajosa una conexión conforme a la fig. 5. Se generan dos corrientes ricas en gas permeado (82 % de CO₂, 93 % de CO₂) y una corriente rica en gas retentado (82 % de CH₄).

40 Bhide (MemSci, Hybrid processes for the removal of acid gases from natural gas, 1998) muestra un proceso de tres etapas para la eliminación de gases ácidos a partir de gas natural (fig. 6). La corriente gaseosa a tratar se somete a una purificación gruesa en una membrana conectada previamente. El gas natural purificado previamente que queda del lado de presión se conduce a través de una membrana ulterior. Del lado del retentado se produce la corriente de producto objetivo, el gas natural empobrecido en los gases ácidos. La corriente del lado del permeado, enriquecida en gas ácido, se comprime y se alimenta a una etapa de membrana ulterior. El retentado de esta etapa se compacta al nivel de presión de la etapa conectada previamente, y se recircula antes de la misma. Con este gasto energético y financiero adicional se debe aumentar el rendimiento de metano. En esta conexión son desfavorables las conexiones para los compresores, así como las purezas insuficientes de la corriente enriquecida en gas ácido.

45 Chenar (MemSci Application of Cardo-type polyimide (PI) and polyphenylene oxide (PPO) hollow, 2008) describe un proceso escalonado en permeado con recompresión (fig. 7). En esta conexión son desfavorables las purezas del gas retentado, limitadas en gran medida, así como el gasto adicional para la recompresión.

El documento EP 0 799 634 da a conocer una conexión según la fig. 8. No obstante, es desfavorable una entrada potencial adicional de aceite o agua como agente de sellado y engrasante, costes de inversión elevados adicionales,

consumo de energía elevado debido a compresión adicional, así como probabilidad de avería elevada debida a las partes móviles.

5 En los procedimientos citados anteriormente son desfavorables la recompresión adicional y las purzas, claramente demasiado reducidas, de gas retentato en la corriente de retentato total, así como los rendimientos insuficientes del gas retentato en la corriente de retentato.

La fig. 9 muestra una tecnología, en especial propuesta frecuentemente para la elaboración de biogas, y también tecnología aplicada (Air Liquide y Harasek). Se da a conocer una conexión escalonada en retentato con recirculación de permeato de la segunda etapa.

10 La UT Eindhoven desarrolló una conexión escalonada internamente, que posibilita purzas de metano de más de un 90 % (véase la fig. 10). En esta conexión es desfavorable la pureza insuficiente del gas retentato.

En el documento EP 0 603 798 se da a conocer una conexión de varias etapas para la generación de nitrógeno. El inconveniente en este procedimiento es la pureza insuficiente del componente permeante, así como el empleo de al menos dos compresores.

15 El documento EP0695574 da a conocer una conexión con utilización parcial de una corriente de permeato como corriente de barrido para la generación de un retentato lo más puro posible. En este procedimiento es desfavorable la calidad insuficiente del permeato total.

En el documento US5753011 se da a conocer un procedimiento en el que se obtienen purzas elevadas para dos corrientes de producto mediante combinación de pasos de separación de membrana escalonados en permeato y adsorción por cambio de presión PSA. En este procedimiento es desfavorable el empleo de una PSA costosa.

20 En el documento EP1634946 se da a conocer un procedimiento para la elaboración de biogas. En éste se describe una utilización térmica de metano a partir de la corriente empobrecida en metano. Son desventajosos los costes elevados y la pérdida de gas.

En el documento EP0596268 se dan a conocer finalmente diversas conexiones para la generación de tres composiciones de gas diferentes.

25 En el documento US 6 168 649 B1 se dan a conocer procedimientos de separación de membrana con tres etapas de separación de membrana, devolviéndose una corriente de retentato y una corriente de permeato de las etapas 2, o bien 3, a la corriente gaseosa cruda.

30 El documento US 6 565 626 B1 da a conocer un procedimiento para la separación de gases de una corriente gaseosa cruda, que se lleva a cabo en una instalación que comprende una etapa de separación de corriente de alimentación, una etapa de separación de retentato y una etapa de separación de permeato, respectivamente como etapas separadoras de membrana, así como al menos un compresor, separándose en la etapa de separación de corriente de alimentación una corriente de alimentación, constituida por al menos dos componentes A y B, siendo A el componente de más fácil permeación, en una primera corriente de permeato y una primera corriente de retentato, dividiéndose en la etapa de separación de retentato la primera corriente de retentato en una segunda corriente de permeato, que se alimenta a la corriente gaseosa cruda, y una segunda corriente de retentato, que se extrae como producto enriquecido en componente B, dividiéndose en la etapa de separación de permeato la primera corriente de permeato en una tercera corriente de retentato, que se alimenta a la corriente gaseosa cruda, y una tercera corriente de permeato, que se extrae como segundo producto enriquecido en componente A, no sometándose la primera corriente de permeato a una recompresión, ascendiendo el volumen de gas recirculado en la segunda corriente de permeato y en la tercera corriente de retentato en suma al menos a un 60 % en volumen del volumen de corriente gaseosa cruda, y siendo necesaria la concentración de componente del ejemplo en la elaboración y alimentación de biogas en la red de gas natural debido a los elevados requisitos en pureza de metano y debido a la limitación de la fuga de metano, no existiendo procedimientos que no requieran una unidad de recompresión o una purificación ulterior de la corriente de permeato o retentato (por ejemplo combustión térmica subsiguiente de la corriente de permeato o adsorción por cambio de presión para la corriente de retentato).

45 Partiendo de este estado de la técnica, la tarea de la presente invención consistía en poner a disposición procedimientos para la separación y purificación de mezclas gaseosas, que no presentaran, o presentaran en medida apenas reducida los inconvenientes de los procedimientos del estado de la técnica. En especial se deben poner a disposición procedimientos y dispositivos que proporcionaran simultáneamente gas permeato y gas retentato en purzas elevadas. En otra tarea especial, este procedimiento y este dispositivo debe ser ventajoso y/o posibilitar un control de procedimiento más sencillo por parte de los costes de inversión y operación.

En una siguiente tarea especial se debe poner a disposición un procedimiento/dispositivo empleable lo más universalmente posible para cualquier mezcla gaseosa. En especial debe ser posible separar corrientes de gases que se producen en la obtención de biogas y gas natural, o bien que contienen dióxido de carbono y metano en presencia de otros gases, como agua, hidrógeno, sulfuro de hidrógeno.

5 Otra tarea especial de la presente invención era poner a disposición un procedimiento que posibilitara purificar corrientes gaseosas crudas que contienen metano, con una emisión de metano reducida – en comparación con los procedimientos del estado de la técnica, con el mismo rendimiento – y, por consiguiente, una carga medioambiental reducida mediante este fuerte gas de efecto invernadero.

10 Otras tareas no citadas explícitamente resultan del contexto total de las siguientes reivindicaciones, descripción, ejemplos y figuras.

15 Sorprendentemente, ahora se descubrió que el procedimiento según la reivindicación 1 puede proporcionar corrientes puras de permeato y retentato, sin que se requiera más de un compresor, o la corriente de permeato o retentato se deba purificar adicionalmente mediante otros métodos. Por consiguiente, el procedimiento según la invención posibilita simultáneamente obtener corrientes de permeato y retentato en pureza elevada. Los costes de inversión para la instalación son reducidos, ésta no requiere procedimientos de purificación adicionales conectados posteriormente. Por consiguiente, las tareas planteadas se pueden solucionar con un procedimiento de separación de membrana puro.

20 La presente invención se describe en detalle a continuación. Previamente se definen algunos conceptos importantes. El cociente de permeaciones de gases aislados proporciona la selectividad de la membrana para la separación respecto a los dos gases, y por consiguiente indica en qué medida la membrana puede separar una mezcla gaseosa respecto a ambos componentes. Se denomina permeato la corriente total producida en el lado de baja presión de la membrana, de módulos de membrana o pasos de separación de membrana.

25 Se denomina/denominan gas permeato el/los componente/componentes enriquecidos respectivamente en la membrana, en el módulo de membrana o en el paso de separación de membrana en la corriente de permeato frente a la respectiva corriente de entrada.

30 Se denomina retentato la corriente total producida en el lado de alta presión de la membrana, del módulo de membrana o del paso de separación de membrana, que no pasa a través de la membrana. Se denomina/denominan gas retentato el/los componente/componentes enriquecidos respectivamente en la membrana, en el módulo de membrana, o en el paso de separación de membrana en la corriente de retentato frente a la corriente de entrada respectiva.

Gas crudo, o bien mezcla gaseosa cruda, o bien corriente gaseosa cruda (17), designa una mezcla gaseosa constituida por al menos dos gases, o bien una corriente de esta mezcla gaseosa, que se debe separar por medio del procedimiento según la invención.

35 Corriente de alimentación (5) designa una corriente gaseosa que se alimenta a la etapa de separación de corriente de alimentación (1). Esta corriente puede corresponder a la corriente gaseosa cruda (17) para la puesta en práctica del procedimiento, o bien a la corriente gaseosa cruda comprimida a través de un compresor. Tras recirculación de la segunda corriente de permeato (9), o bien de la tercera corriente de retentato (10), la corriente de alimentación (5) se compone de los gases de la corriente gaseosa cruda (17), de la segunda corriente de permeato (9), y de la tercera corriente de retentato (10). En este caso, la corriente de alimentación (5) se puede generar mezclándose las corrientes (9) y (10), ya sea ambas con la corriente gaseosa cruda no comprimida (17), o ambas con la corriente gaseosa cruda comprimida, o una con la corriente gaseosa cruda no comprimida y una con la corriente gaseosa cruda comprimida, o mezclándose las corrientes (9) y/o (10) en el compresor con la corriente gaseosa cruda (17). En la presente invención están incluidas combinaciones de las variantes descritas previamente.

45 Etapa de separación de corriente de alimentación (1) designa una etapa de separación de membrana para la separación de la corriente de alimentación (5) en una primera corriente de permeato y una primera corriente de retentato (6), o bien (7).

50 Etapa de separación de retentato (2) designa una etapa de separación de membrana que puede presentar estructura igual o diferente a la etapa de separación de corriente de alimentación (1), para la separación de la primera corriente de retentato (7) en una segunda corriente de permeato y una segunda corriente de retentato (9), o bien (8).

Etapa de separación de permeato (3) designa una etapa de separación de membrana que puede presentar estructura igual o diferente a la etapa de separación de corriente de alimentación (1), o bien etapa de separación de retentato (2), para la separación de la primera corriente de permeato (6) en una tercera corriente de permeato y una tercera corriente de retentato (11), o bien (10).

- 5 Por medio de las formas preferentes y especiales de realización del procedimiento según la invención descritas a continuación, así como de las realizaciones preferentes y especialmente apropiadas, así como de los dibujos y descripciones de los dibujos, la invención explica con más detalle de manera únicamente ejemplar, es decir, no está limitada a estos ejemplos de realización y aplicación, o a las respectivas combinaciones de características dentro de ejemplos de realización aislados.
- 10 Las diferentes características, que son indicadas y/o descritas en relación con ejemplos de realización concretos, no están limitadas a estos ejemplos de realización o a la combinación con las características restantes de estos ejemplos de realización, sino que se pueden combinar con cualquier otra variante en el ámbito de posibilidades técnicas, también si no son tratadas de manera aislada en el presente documento. Signos de referencia iguales en las diferentes figuras y representaciones de los dibujos designan componentes iguales o similares, o de la misma o similar acción. Por medio de las representaciones en el dibujo se aclaran también aquellas características que no están provistas de signos de referencia, independientemente de que tales características se describan a continuación o no. Por otra parte, para un especialista son comprensibles sin mayor problema también otras características, que están contenidas en la presente descripción, pero no son visibles o son representadas en el dibujo.
- 15 El procedimiento según la invención comprende el empleo de una concatenación de tres etapas de separación de membrana. Cada etapa está constituida por uno o varios módulos físicos de separación de gases, que están conectados en paralelo y/o en serie dentro de una etapa. Como fuerza propulsora para la separación de gases en los módulos se genera una diferencia de presión parcial entre el lado del retentato y el lado del permeato en las respectivas etapas de separación de membrana. La diferencia de presión parcial se puede generar por medio de un compresor (4), que está dispuesto en el lado de alimentación de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) y/o por medio de al menos una, preferentemente una o dos bombas de vacío (no representadas en las figuras 11 a 13), preferentemente en el lado del permeato de la columna de separación de retentato (2) en la segunda corriente de permeato (9) y/o en el lado del permeato de la etapa de separación de permeato (3) en la tercera corriente de permeato (11). En caso dado, en una o varias de las etapas de separación de membrana puede ser ventajoso generar, o bien intensificar la diferencia de presión parcial mediante una corriente de gas de lavado del lado del permeato.
- 20
- 25
- 30

En una forma preferente de acondicionamiento de la presente invención, un compresor (4) lleva la mezcla gaseosa cruda, o bien la mezcla gaseosa de la corriente gaseosa cruda (17) y la segunda corriente de permeato (9) y/o la tercera corriente de retentato (10), a la presión deseada en el intervalo de 5 a 100 bar, pero preferentemente a una presión de 9 a 75 bar. La corriente de alimentación obtenida (5) se introduce en la etapa de separación de corriente de alimentación (1). En la etapa de separación de corriente de alimentación (1) se obtiene una separación previa de la mezcla gaseosa cruda en componentes de mayor permeación (gas permeato), que llegan en una gran parte al permeato de la primera etapa, y componentes de permeación menos rápida (gas retentato), que se retienen predominantemente por la membrana y se concentran en el retentato.

35

- 40 El procedimiento según la invención se distingue por que está configurado de modo que la concentración de al menos un gas permeato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1), tras recirculación de la segunda corriente de permeato (9) y de la tercera corriente de retentato (10), se aumenta en la corriente de alimentación (5), preferentemente en al menos un 2 %, de modo especialmente preferente en al menos un 3 %, y de modo muy especialmente preferente en al menos un 3 a un 40 %, respectivamente en comparación con la concentración en la corriente gaseosa cruda (17). El aumento puede depender de la composición de la corriente gaseosa cruda (17), y está especialmente marcado a bajas concentraciones de un gas permeato (un 10 a un 20 %). Por regla general, el aumento de concentración de uno de los gases permeato se sitúa entre un 2 y un 15 %, de modo especialmente preferente entre un 3 y un 8 %, si el contenido del gas permeato en la corriente gaseosa cruda (17) se sitúa entre un 30 y un 70 %. Por lo tanto, los inventores han descubierto que el rendimiento del proceso total en gas de retentato aumenta, y con ello la pérdida de gas retentato desciende si la concentración del gas permeato se aumenta en la etapa de separación de corriente de alimentación (1). En el mismo promedio de separación escalonada (= relación corriente de permeato respecto a corriente de alimentación de la etapa considerada) llega claramente menos gas permeato al permeato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) si en la corriente de alimentación (5) se aumenta la concentración de al menos un componente A de más fácil permeación o de un gas permeato A en la etapa de separación de corriente de alimentación (1). Análogamente se verificó una reducción cuando se reduce la concentración del componente A o de un gas permeato A en la corriente de alimentación a purificar (5). De este modo, el promedio de separación escalonada para una concentración de un 50 % de un componente A o de un gas permeato A en la corriente de alimentación a purificar (5) se sitúa entre un 10 y un 60 %, preferentemente entre un
- 45
- 50
- 55

15 y un 55 %, y de modo especialmente preferente entre un 20 y un 50 %. Por lo tanto, en una forma especialmente preferente de realización de la presente invención, el procedimiento según la invención está configurado de modo que el contenido en gas(es) permeato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) en la corriente de alimentación (5) es mayor o igual a un 40 % en volumen, preferentemente se sitúa en más de un 50 % en volumen, y de modo especialmente preferente en más de un 55 % en volumen, referido al volumen de la corriente de alimentación (5), tras recirculación de la segunda corriente de permeato (9) y de la tercera corriente de retentato (10).

Mediante este aumento de concentración de los gases permeato en la corriente de alimentación (5), como ya se ha explicado, se aumenta la eficiencia de la etapa de separación de corriente de alimentación (1), lo que tiene por consecuencia a su vez que llegue menos gas retentato B a la primera corriente de permeato (6). Esto aumenta a su vez la eficiencia de la etapa de separación de permeato (3), y asegura que también en este caso llegue menos gas retentato no deseado a la tercera corriente de permeato (10). En especial en el caso de una separación de gases crudos que contienen metano, esto conduce a la ventaja de poder reducir claramente las emisiones no deseadas de metano, nocivo desde el punto de vista climático.

Generalmente se puede decir que en la etapa de separación de corriente de alimentación (1) preferentemente un 20 a un 100 %, de modo especialmente preferente un 40 a un 70 % del componente A o de un gas permeato A, pasa de la corriente de alimentación (5) al permeato.

El retentato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1), opcionalmente con reducción de presión a través de una válvula reductora de presión (12) presente opcionalmente, o con aumento de presión por medio de la primera corriente de retentato (7), se alimenta a la etapa de separación de retentato (2), en la que se efectúa la purificación fina. En el lado del retentato de la etapa de separación de retentato (2), es decir, en la segunda corriente de retentato (8), se encuentra preferentemente una válvula reductora de presión (13), por medio de la cual se puede obtener y mantener constante la presión en el sistema. El contenido de los componentes de menor permeación o de un gas retentato B se aumenta adicionalmente en la etapa de separación de retentato (2), de modo que el contenido en componente B o un gas retentato B en la segunda corriente de retentato (8) asciende a más de un 90 %, preferentemente más de un 95 %, y de modo especialmente preferente al menos un 97 %. Por consiguiente, en una variante especialmente preferente, el procedimiento según la invención se distingue por que se esclusa al menos un 95 %, preferentemente al menos un 97 %, de modo especialmente preferente al menos un 99 %, y de modo muy especialmente preferente al menos un 99,5 % de componente de retentato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1), introducido en el dispositivo con la corriente gaseosa cruda (17), a través de la segunda corriente de retentato (8).

El promedio de separación escalonada de la etapa de separación de retentato (2) se sitúa entre un 10 y un 60 %, preferentemente entre un 20 y un 50 %, en el caso de una concentración de componente A o de un gas permeato A de un 50 % en la primera corriente de retentato (7).

El permeato de la etapa de separación de retentato (2) se recircula por medio de la segunda corriente de permeato (9), se conduce a la corriente de alimentación (5) y se reprocesa. Esto se puede efectuar – como ya se ha explicado previamente en la definición del concepto “corriente de alimentación” – de diferente manera según se emplee un compresor (4) o incluso un compresor de varias etapas (4). En el caso de un compresor de una etapa (4), la segunda corriente de permeato (9) se alimenta preferentemente al lado de succión del compresor (4) (véase la fig. 11). Si se emplea un compresor de varias etapas, es preferente que la segunda corriente de permeato (9) se introduzca en el compresor entre dos etapas de compresión.

El permeato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1), enriquecido en gran medida con el componente A o un gas permeato A, se alimenta a la etapa de separación de permeato (3) por medio de la primera corriente de permeato (6). En caso necesario, por medio de una válvula de reducción de presión (14) en la corriente de retentato de la etapa de separación de permeato (3), es decir, la tercera corriente de retentato (10), se puede impedir que la presión del permeato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) descienda a presión atmosférica (véase la fig. 11). De este modo se puede mantener la fuerza propulsora para la etapa de separación de permeato (3). La etapa de separación de permeato (3) produce un permeato con un contenido en componente A o un gas permeato A mayor que un 95 %, preferentemente mayor que un 97 %, y de modo especialmente preferente mayor que un 99 %, que se esclusa del dispositivo a través de la tercera corriente de permeato (11). En una forma de realización especialmente preferente, el dispositivo está configurado de tal manera que se escluse como máximo un 5 %, preferentemente como máximo un 3 %, de modo especialmente preferente como máximo un 1 %, y de modo muy especialmente preferente como máximo un 0,5 % de componente de retentato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1), introducido en el dispositivo con la corriente gaseosa cruda (17), a través de la tercera corriente de permeato (11).

El promedio de separación escalonada de la etapa de separación de permeato (3) se sitúa entre un 50 y un 95 %, preferentemente entre un 70 y un 93 %.

5 La tercera corriente de retentato (10) se recircula, se conduce a la corriente de alimentación (5) y se reprocesa. Como ya se ha explicado anteriormente, esto se puede efectuar de diversas maneras y puede depender, por ejemplo, de que se emplee un compresor (4) o incluso un compresor de varias etapas (4). En el caso de un compresor de una etapa (4), la tercera corriente de retentato (10) se alimenta preferentemente al lado de succión del compresor (4) (véase la fig. 11). Si se emplea un compresor de varias etapas, es preferente que la tercera corriente de retentato (10) se introduzca en el compresor entre dos etapas de compresión.

10 En una forma preferente de realización del dispositivo empleado según la invención, el retentato de la etapa de separación de permeato (3) se devuelve a una etapa de compresión incrementada del compresor (4) sin descompresión total.

En otra forma preferente de realización del dispositivo empleado según la invención, el retentato de la etapa de separación de permeato (3), así como el permeato de la segunda etapa de separación, se devuelve a una etapa de compresión incrementada del compresor (14) sin descompresión total.

15 El procedimiento según la invención se distingue especialmente por que está configurado de modo que el volumen de gas recirculado en la segunda corriente de permeato (9) y en la tercera corriente de permeato (10) asciende en suma a menos de un 60 % en volumen, preferentemente un 10 a un 50 % en volumen, de modo muy especialmente preferente un 20 a un 40 % en volumen del volumen de corriente gaseosa cruda (17). El control de la cantidad de corrientes de gas retentato a recircular se puede efectuar, por ejemplo, mediante selección del respectivo módulo de membrana en las etapas de separación de membrana (1) a (3), o mediante las presiones en el sistema, o mediante los flujos. Por consiguiente, el procedimiento según la invención se distingue por que, a pesar de corrientes de recirculación muy reducidas, se asegura el aumento de la concentración del componente de permeato en la corriente de alimentación (5) explicado anteriormente con más detalle. Esto aumenta claramente la eficiencia del procedimiento total.

25 La primera corriente de permeato (6) se conduce preferentemente de modo que la presión de alimentación de la etapa de separación de permeato (3), preferentemente por medio de una válvula de reducción de presión (14) del lado del retentato de la etapa de separación de permeato (3), se sitúe entre 1 y 30 bar, preferentemente entre 2 y 20 bar, y de modo especialmente preferente entre 3 y 10 bar.

30 Como ya se ha explicado, es especialmente ventajoso emplear un compresor de varias etapas (4). En este caso se puede prescindir de una descompresión completa del retentato de la etapa de separación de permeato (3), ya que el retentato de la etapa de separación de permeato (3) se puede alimentar entre dos etapas de compresión del compresor (4).

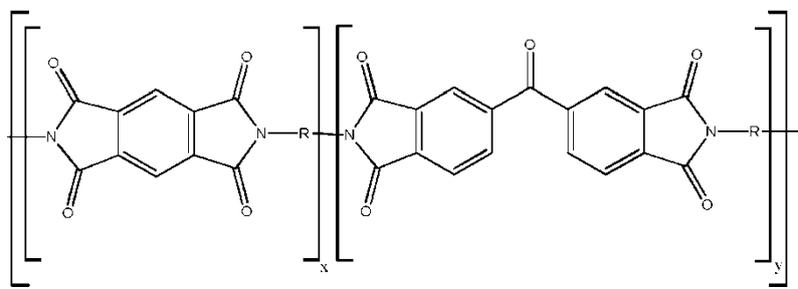
35 Ya que la etapa de separación de retentato (2), en el caso de descompresión a presión de alimentación, se accionaría generalmente en medio limitado por selectividad, puede ser razonable descomprimir la segunda corriente de permeato (9) únicamente a un nivel de presión más elevado de una unidad de aumento de presión de varias etapas, es decir, un compresor de varias etapas (4), ya que con ello se reducen los costes de operación de la unidad de compresión sin empeorar claramente el resultado de la separación. Por lo tanto, en una forma especialmente preferente de realización de la presente invención se emplea un compresor de varias etapas (4), y las corrientes gaseosas (9) y (10) se alimentan a este compresor entre dos etapas de compresión respectivamente. La fig. 12 muestra tal conexión.

40 Como ya se ha mencionado, el dispositivo puede comprender una o varias válvulas de reducción de presión (12), (13) o (14). En una forma de realización preferente, preferentemente por medio de una válvula de reducción de presión (14), se asegura que el descenso de presión a través de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) se limite a 1 y 30 bar, preferentemente entre 2 y 20 bar, y de modo especialmente preferente entre 3 y 10 bar. De manera simultánea o alternativa, preferentemente por medio de una válvula de reducción de presión (13), se asegura que el descenso de presión se limite a 1 y 100 bar, preferentemente entre 5 y 80 bar, y de modo especialmente preferente entre 10 y 70 bar, a través de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) y la etapa de separación de retentato (2).

50 En principio, el procedimiento según la invención se puede realizar con todas las membranas que son aptas para separar mezclas gaseosas binarias o mezclas multigaseosas. Como materiales de membrana entran en consideración preferentemente, pero de modo no exclusivo, materiales sintéticos. Como materiales sintéticos en la capa con actividad separadora entran en consideración de modo especialmente preferente poliimididas, poliamidas, polisulfonas, acetatos de celulosa y derivados, óxidos de polifenileno, polisiloxanos, polímeros con microporosidad

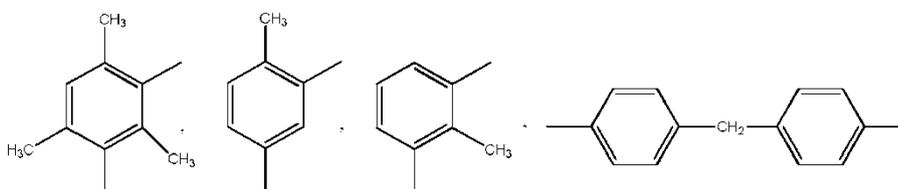
intrínseca, membranas de matriz mixta, membranas de transporte facilitado, óxidos polietileno, óxidos de polipropileno, membranas de carbono o zeolitas, o mezclas de las mismas.

Membranas especialmente preferentes presentan como materiales para la capa con actividad separadora, o bien como material para la membrana completa, una poliimida de la fórmula general



5

R se selecciona a partir del grupo constituido por



x, y: fracción molar con $0 < x < 0,5$ y $1 > y > 0,5$.

10 Tales membranas se encuentran disponibles por la firma Evonik Fibres GmbH bajo el nombre poliimida P84 y poliimida P84 TH. En el documento WO 2011/009919 A1 se da a conocer un procedimiento para la obtención de estas membranas preferentes. Todas las membranas dadas a conocer en esta solicitud de patente sin examinar se pueden emplear preferentemente en el procedimiento según la invención. Para evitar simples repeticiones, en este caso se hace referencia al contenido de esta solicitud de patente en su totalidad. Se descubrió que con estas membranas se pueden obtener los mejores resultados de separación.

15 Las membranas se emplean preferentemente en forma de membranas de fibras huecas y/o membranas planas. Las membranas se transforman en módulos que se emplean entonces en la tarea de separación. Como módulos se pueden emplear todos los módulos de separación de gases conocidos en la técnica, como por ejemplo, pero no exclusivamente, módulos de separación de gases de fibras huecas, módulos de separación de gases de arrollamiento en espiral, módulos de separación de gases de almohadilla, o módulos de separación de gases de haz de tubos.

25 Según la invención, los módulos de membrana de separación de gases tienen una selectividad de gas mixto de los componentes A y B (= relación de la corriente másica A respecto a la corriente másica B a través de la membrana) de al menos 30, preferentemente al menos 35, de modo especialmente preferente al menos 40, de modo muy especialmente preferente de al menos 45, y de modo especialmente preferente de al menos 45 a 80. Membranas más altamente selectivas tienen la ventaja de que la separación se vuelve más efectiva y se debe recircular menos permeato de la etapa de separación de retentato (2), o bien menos retentato de la etapa de separación de permeato (3). Por consiguiente, en especial en el caso de empleo de un compresor de una etapa (4) se debe comprimir doblemente menos gas, lo que trae consigo ventajas económicas en el funcionamiento de la instalación. En el caso de módulos de membrana muy selectivos, con una selectividad de 45, solo aproximadamente un 35 % del gas introducido como gas crudo en la etapa de separación de corriente de alimentación (1) se debe comprimir doblemente, con un modulo de membrana con una selectividad de solo 10 puede ser que la compresión doble ascienda a hasta un 300 %. Los datos 35 %, o bien 300 %, se refieren a ensayos en los que se alimentaría una mezcla gaseosa con cantidades equimolares de componente A y B (= alimentación), estando contenido un 98,5 % de componente B en el gas retentato de la etapa (2) y un 99 % de componente B en la corriente de permeato de la etapa (3).

Es evidente que el proceso según la invención se puede llevar a cabo de modo sensiblemente más rentable con membranas más selectivas, y se pueden reducir el tamaño de compresor necesario y la energía requerida.

5 El procedimiento según la invención tiene en especial la ventaja de ser un procedimiento de membrana puro y no necesitar purificación adicional de las corrientes de permeato y/o retentato (11), o bien (8), para muchas aplicaciones. Por ejemplo, en la purificación de biogas o gas natural (= separación de dióxido de carbono a partir de metano) ya no se requiere una adsorción por cambio de presión o lavado con amina para la purificación fina del retentato, de modo que éste se puede alimentar a la red de gas natural.

10 Además, con el procedimiento según la invención se puede obtener simultáneamente una corriente de retentato pura (8) y una corriente de permeato pura (11) en la purificación de biogas y gas natural. Por lo tanto, ésta se puede liberar a la atmósfera sin grandes pérdidas de metano y sin gran deterioro del medio ambiente, sin que el gas se deba tratar ulteriormente mediante una combustión catalítica subsiguiente o una utilización en una central termoeléctrica. Por lo tanto, se suprime la inversión en otras piezas de instalación, lo que conduce a un proceso de purificación más rentable para biogas y gas natural.

15 Se debe considerar otra ventaja que el procedimiento según la invención requiera un gasto técnico y energético claramente más reducido que los procedimientos conocidos del estado de la técnica. En especial, mediante la combinación de las características según la invención selectividad de gas mixto, control de la cantidad de corrientes de retentato recirculadas, y aumento del componente de permeato en la corriente de alimentación (5), se puede poner a disposición un procedimiento que es claramente superior a los procedimientos del estado de la técnica.

20 El procedimiento según la invención se puede emplear en especial para la separación de mezclas gaseosas con al menos dos gases, separándose como mezcla gaseosa de modo muy especialmente preferente una mezcla de dióxido de carbono y metano de modo predominante, pero no exclusivamente, o hidrógeno y metano de modo predominante, pero no exclusivo, o monóxido de carbono e hidrógeno de modo predominante, pero no exclusivo, o biogas crudo o gas natural crudo.

25 Los siguientes ejemplos deben explicar la presente invención más detalladamente, aunque éstos no limitan la misma de ningún modo.

En los siguientes ejemplos se pudo mostrar que, en el caso de empleo de la conexión de módulos según la invención y aplicación de presiones determinadas, se pudo obtener simultáneamente metano con una pureza de más de un 96 % y dióxido de carbono con una pureza de más de un 97 % a partir de una mezcla de dióxido de carbono y metano en relación 50 a 50.

30 Ejemplo comparativo 1: separación de una mezcla de metano y dióxido de carbono con una relación de mezcla de 50 a 50 con una membrana de poliimida moderadamente selectiva

35 La fig. 11 representa la conexión empleada. Cada etapa estaba constituida por un módulo de membrana de fibras huecas constituida por fibras huecas de poliimida de la firma UBE (tipo NM B01A). Se introducen 1,78 m³/h de una mezcla gaseosa cruda constituida por un 50 % de metano y un 50 % de dióxido de carbono, lo que corresponde aproximadamente a una mezcla gaseosa de biogas, en una cámara de mezclado (no mostrada en la fig. 11), y después se comprime a 25 bar junto con gas recirculado de las corrientes gaseosas (9) y (10). El gas comprimido y refrigerado a 20°C se aplica a la etapa de separación de corriente de alimentación (1). El retentato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) se conduce a continuación a la etapa de separación de retentato (2) a través de la primera corriente de retentato (7). Una válvula de reducción (13) en el lado del retentato de la etapa de separación de retentato (2) se ajusta a 18,2 bara, y de este modo ésta determina la fuerza propulsora a través de la membrana de las etapas de separación de membrana (1) y (2). El retentato de la etapa de separación de retentato (2) tiene un contenido de un 98,5 % de metano y un 1,5 % de dióxido de carbono. 0,895 m³/h de esta mezcla abandonan la etapa de separación de retentato (2). El permeato de la etapa de separación de retentato (2) tiene una corriente volumétrica de 0,743 m³/h con un contenido en metano de un 34,5 % y un contenido en dióxido de carbono de un 65,5 %, y se devuelve a la cámara de mezclado a través de la segunda corriente de permeato (9), y se comprime de nuevo por el compresor (4).

40 El permeato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) tiene una corriente volumétrica de 1,67 m³/h con un contenido en dióxido de carbono de un 91,0 % y un contenido en metano de un 9,0 %, y se conduce como alimentación a la etapa de separación de permeato (3) a través de la primera corriente de permeato (6). El descenso de presión a través de la membrana de la etapa (1) no se efectúa hasta presión ambiental, sino que se limita a 4,2 bara mediante una válvula de reducción (14) en el lado del retentato de la etapa de separación de permeato (3). Esto proporciona una tercera corriente de permeato (11) a partir de la etapa de separación de permeato (3) de 0,885 m³/h con una composición de un 99,0 % de dióxido de carbono y solo un 1,0 % de metano. La tercera corriente de

retentato (10) de la etapa de separación de permeato (3) asciende a 0,801 m³/h con una composición de un 17,9 % de metano y un 82,1 % de dióxido de carbono, y se devuelve a la cámara de mezclado y se comprime de nuevo. Por lo tanto, la suma de corrientes gaseosas recirculadas (9) y (10) asciende a 1,544 m³/h o a un 86,7 %, referido a la cantidad alimentada de gas a separar. Se obtienen corrientes de producto puras con una tasa de compresión doble relativamente elevada. Las membranas empleadas muestran una selectividad de gas mixto moderada de dióxido de carbono sobre metano de 20.

Ejemplo 1: separación de una mezcla de metano y dióxido de carbono con una proporción de mezcla de 50 a 50 con una membrana de poliimida altamente selectiva

La fig. 11 representa la conexión empleada. Cada etapa estaba constituida por un módulo de membrana de fibras huecas constituida por fibras huecas de poliimida altamente selectivas, con un área de separación de aproximadamente 5 m² por módulo. Estas fibras de poliimida se obtuvieron según el ejemplo 19 de la solicitud de patente austríaca A1164/2009, pero trabajándose con una temperatura de baño de precipitación de 40°C en lugar de 10°C. Se introduce en una cámara de mezclado 1 m³/h de una mezcla gaseosa cruda constituida por un 50 % de metano y un 50 % de dióxido de carbono, lo que corresponde aproximadamente a una mezcla gaseosa de biogas, y después se comprime a 25 bar junto con gas recirculado de las corrientes gaseosas (9) y (10). El gas comprimido y refrigerado a 20°C se aplica a la etapa de separación de corriente de alimentación (1). El retentato de esta etapa se alimenta a la etapa de separación de retentato (2) por medio de la primera corriente de retentato (7). Una válvula de reducción (13) en el lado del retentato de la etapa de separación de retentato (2) se ajusta a 18,4 bara, y de este modo ésta determina la fuerza propulsora a través de la membrana de las etapas de separación de membrana (1) y (2). El retentato de la etapa de separación de retentato (2) tiene un contenido de un 98,5 % de metano y un 1,5 % de dióxido de carbono. 0,503 m³/h de esta mezcla abandonan la etapa de separación de retentato (2). El permeato de la etapa de separación de retentato (2) tiene una corriente volumétrica de 0,262 m³/h con un contenido en metano de un 24,6 % y un contenido en dióxido de carbono de un 75,4 %, y se devuelve a la cámara de mezclado a través de la segunda corriente de permeato (9), y se comprime de nuevo por el compresor (4).

El permeato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) tiene una corriente volumétrica de 0,547 m³/h con un contenido en dióxido de carbono de un 92,4 % y un contenido en metano de un 7,6 %, y se conduce como alimentación a la etapa de separación de permeato (3) a través de la primera corriente de permeato (6). No obstante, el descenso de presión a través de la membrana de la etapa (1) no se efectúa hasta presión ambiental, sino que se limita a 5,0 bara mediante una válvula de reducción (14) en el lado del retentato de la etapa de separación de permeato (3). Esto proporciona una tercera corriente de permeato (11) a partir de la etapa de separación de permeato (3) de 0,497 m³/h con una composición de un 99,0 % de dióxido de carbono y solo un 1,0 % de metano. La tercera corriente de retentato (10) de la etapa de separación de permeato (3) asciende a 0,050 m³/h. Por lo tanto, la suma de corrientes gaseosas recirculadas (9) y (10) asciende a 0,312 m³/h o a un 31,2 %, referido a la cantidad alimentada de gas a separar. Se obtienen corrientes de producto puras con una tasa de compresión doble moderada. Las membranas empleadas muestran una selectividad de gas mixto moderada de dióxido de carbono sobre metano de 45. Por lo tanto, la selectividad elevada, de 45 frente a 20 en el ejemplo comparativo, posibilita un proceso más conveniente desde el punto de vista económico mediante una menor recompresión de un 31,2 % en peso, en lugar de un 86,7 %.

Ejemplo 2: separación de una mezcla de metano y dióxido de carbono con una proporción de mezcla de 50 a 50 con una membrana de poliimida altamente selectiva con un contenido en metano en la corriente de permeato de menos de un 0,5 %

Para satisfacer a diversos legisladores, es necesario mantener la pérdida de metano en la atmósfera lo más reducida posible. La fig. 11 representa la conexión empleada y para reducir la concentración de metano a menos de un 0,5 % en volumen en la tercera corriente de permeato (11). Cada etapa estaba constituida por un módulo de membrana de fibras huecas constituida por fibras huecas de poliimida altamente selectivas, con un área de separación de aproximadamente 5 m² por módulo. Estas fibras de poliimida se obtuvieron según el ejemplo 19 de la solicitud de patente austríaca A1164/2009, pero trabajándose con una temperatura de baño de precipitación de 40°C en lugar de 10°C. Se introduce en una cámara de mezclado 1 m³/h de una mezcla gaseosa cruda constituida por un 50 % de metano y un 50 % de dióxido de carbono, lo que corresponde aproximadamente a una mezcla gaseosa de biogas, y después se comprime a 25 bar junto con gas recirculado de las corrientes gaseosas (9) y (10). El gas comprimido y refrigerado a 20°C se aplica a la etapa de separación de corriente de alimentación (1). El retentato de esta etapa se alimenta a la etapa de separación de retentato (2) por medio de la primera corriente de retentato (7). Una válvula de reducción (13) en el lado del retentato de la etapa de separación de retentato (2) se ajusta a 18,1 bara, y de este modo ésta determina la fuerza propulsora a través de la membrana de las etapas de separación de membrana (1) y (2). El retentato de la etapa de separación de retentato (2) tiene un contenido de un 98,5 % de metano y un 1,5 % de dióxido de carbono. 0,505 m³/h de esta mezcla abandonan la etapa de separación de retentato (2). El permeato de la etapa de separación de retentato (2) tiene una corriente volumétrica de 0,244 m³/h con un contenido en metano de un 26,1 % y un contenido en dióxido de carbono de un 73,9 %, y se devuelve a la

cámara de mezclado a través de la segunda corriente de permeato (9), y se comprime de nuevo por el compresor (4).

El permeato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) tiene una corriente volumétrica de 0,607 m³/h con un contenido en dióxido de carbono de un 93,1 % y un contenido en metano de un 6,9 %, y se conduce como alimentación a la etapa de separación de permeato (3) a través de la primera corriente de permeato (6). No obstante, el descenso de presión a través de la membrana de la etapa (1) no se efectúa hasta presión ambiental, sino que se limita a 4,4 bara mediante una válvula de reducción (14) en el lado del retentato de la etapa de separación de permeato (3). Esto proporciona una tercera corriente de permeato (11) a partir de la etapa de separación de permeato (3) de 0,495 m³/h con una composición de un 99,5 % de dióxido de carbono y solo un 0,5 % de metano. La tercera corriente de retentato (10) de la etapa de separación de permeato (3) asciende a 0,112 m³/h, y tiene una composición de un 35 % de metano y un 64 % de dióxido de carbono, y se devuelve a la cámara de mezclado y se comprime de nuevo. Por lo tanto, la suma de corrientes gaseosas recirculadas (9) y (10) asciende a 0,356 m³/h o a un 35,6 %, referido a la cantidad alimentada de gas a separar. Se obtienen corrientes de producto puras con una tasa de compresión doble moderada. Las membranas empleadas muestran una selectividad de gas mixto moderada de dióxido de carbono sobre metano de 45.

Ejemplo 3: separación de una mezcla de metano y dióxido de carbono con una proporción de mezcla de 50 a 50 con una membrana de poliimida altamente selectiva con un contenido en metano en la corriente de permeato de menos de un 0,5 %, con ayuda de una bomba de vacío para el permeato de la etapa 2

Para satisfacer a diversos legisladores, es necesario mantener la pérdida de metano en la atmósfera lo más reducida posible. La fig. 11 representa la conexión que se empleó, ampliada en una bomba de vacío, que no está representada en la fig. 11, para reducir la concentración de metano a menos de un 0,5 % en volumen en la tercera corriente de permeato (11). Cada etapa estaba constituida por un módulo de membrana de fibras huecas constituida por fibras huecas de poliimida altamente selectivas, con un área de separación de aproximadamente 5 m² por módulo. Estas fibras de poliimida se obtuvieron según el ejemplo 19 de la solicitud de patente austríaca A1164/2009, pero trabajándose con una temperatura de baño de precipitación de 40°C en lugar de 10°C. Se introduce en una cámara de mezclado 1 m³/h de una mezcla gaseosa cruda constituida por un 50 % de metano y un 50 % de dióxido de carbono, lo que corresponde aproximadamente a una mezcla gaseosa de biogas, y después se comprime a 25 bar junto con gas recirculado de las corrientes gaseosas (9) y (10). El gas comprimido y refrigerado a 20°C se aplica a la etapa de separación de corriente de alimentación (1). El retentato de esta etapa se alimenta a la etapa de separación de retentato (2) por medio de la primera corriente de retentato (7). Una válvula de reducción (13) en el lado del retentato de la etapa de separación de retentato (2) se ajusta a 14,5 bara, y de este modo ésta determina la fuerza propulsora a través de la membrana de las etapas de separación de membrana (1) y (2). El retentato de la etapa de separación de retentato (2) tiene un contenido de un 98,5 % de metano y un 1,5 % de dióxido de carbono. 0,505 m³/h de esta mezcla abandonan la etapa de separación de retentato (2). El permeato de la etapa de separación de retentato (2) tiene una presión de 0,2 bara, obtenida mediante una bomba de vacío, y tiene una corriente volumétrica de 0,371 m³/h con un contenido en metano de un 13,3 % y un contenido en dióxido de carbono de un 86,7 %. La corriente gaseosa se devuelve a la cámara de mezclado a través de la segunda corriente de permeato (9) desde el lado de presión de la bomba de vacío, y se comprime de nuevo por el compresor (4).

El permeato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) tiene una corriente volumétrica de 0,542 m³/h con un contenido en dióxido de carbono de un 94,8 % y un contenido en metano de un 5,2 %, y se conduce como alimentación a la etapa de separación de permeato (3) a través de la primera corriente de permeato (6). No obstante, el descenso de presión a través de la membrana de la etapa (1) no se efectúa hasta presión ambiental, sino que se limita a 4,4 bara mediante una válvula de reducción (14) en el lado del retentato de la etapa de separación de permeato (3). Esto proporciona una tercera corriente de permeato (11) a partir de la etapa de separación de permeato (3) de 0,495 m³/h con una composición de un 99,5 % de dióxido de carbono y solo un 0,5 % de metano. La tercera corriente de retentato (10) de la etapa de separación de permeato (3) asciende a 0,047 m³/h, y tiene una composición de un 54,9 % de metano y un 45,1 % de dióxido de carbono, y se devuelve a la cámara de mezclado y se comprime de nuevo. Por lo tanto, la suma de corrientes gaseosas recirculadas (9) y (10) asciende a 0,417 m³/h o a un 41,7 %, referido a la cantidad alimentada de gas a separar. Se obtienen corrientes de producto puras con una tasa de compresión doble moderada. Las membranas empleadas muestran una selectividad de gas mixto moderada de dióxido de carbono sobre metano de 45. En contrapartida al anterior ejemplo 2 se requiere menos presión (14,5 bar en lugar de 18,1 bar = 80,1 % de presión) y sólo un 6,1 % más de compresión doble, lo que conduce a un ahorro en la compresibilidad.

Ejemplo 4: separación de una mezcla de metano y dióxido de carbono con una proporción de mezcla de 50 a 50 con una membrana de poliimida altamente selectiva con un contenido en metano en la corriente de permeato de menos de un 0,5 % con ayuda de una bomba de vacío para el permeato de la etapa 2 y pureza de retentato mejorada

Para satisfacer a diversos legisladores, es necesario mantener la pérdida de metano en la atmósfera lo más reducida posible.

5 La fig. 11 representa la conexión que se empleó, ampliada en una bomba de vacío, que no está representada en la fig. 11, para aumentar la concentración de metano en la segunda corriente de retentato (8). A través del vacío se mejora la relación de presión en la etapa de separación de retentato (2) mediante reducción de la presión en la segunda corriente de permeato (9), de modo que se aumenta la fuerza propulsora y se pueden obtener purezas más elevadas en la segunda corriente de retentato (8).

10 Cada etapa estaba constituida por un módulo con un área de separación de aproximadamente 5 m² por módulo. Estas fibras de poliimida se obtuvieron según el ejemplo 19 de la solicitud de patente austríaca A1164/2009, pero trabajándose con una temperatura de baño de precipitación de 40°C en lugar de 10°C. Se introduce en una cámara de mezclado 1 m³/h de una mezcla gaseosa cruda constituida por un 50 % de metano y un 50 % de dióxido de carbono, lo que corresponde aproximadamente a una mezcla gaseosa de biogás, y después se comprime a 25 bar junto con gas recirculado de las corrientes gaseosas (9) y (10). El gas comprimido y refrigerado a 20°C se aplica a la etapa de separación de corriente de alimentación (1). El retentato de esta etapa se alimenta a la etapa de separación de retentato (2) por medio de la primera corriente de retentato (7). Una válvula de reducción (13) en el lado del retentato de la etapa de separación de retentato (2) se ajusta a 18,1 bara, y de este modo ésta determina la fuerza propulsora a través de la membrana de las etapas de separación de membrana (1) y (2). El retentato de la etapa de separación de retentato (2) tiene un contenido de un 99,7 % de metano y un 0,3 % de dióxido de carbono. 0,499 m³/h de esta mezcla abandonan la etapa de separación de retentato (2). El permeato de la etapa de separación de retentato (2) tiene una presión de 0,2 bara, obtenida mediante una bomba de vacío, y tiene una corriente volumétrica de 0,258 m³/h con un contenido en metano de un 25,8 % y un contenido en dióxido de carbono de un 74,2 %. La corriente gaseosa se devuelve a la cámara de mezclado a través de la segunda corriente de permeato (9) desde el lado de presión de la bomba de vacío, y se comprime de nuevo por el compresor (4).

25 El permeato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) tiene una corriente volumétrica de 0,608 m³/h con un contenido en dióxido de carbono de un 93,2 % y un contenido en metano de un 6,8 %, y se conduce como alimentación a la etapa de separación de permeato (3) a través de la primera corriente de permeato (6). No obstante, el descenso de presión a través de la membrana de la etapa (1) no se efectúa hasta presión ambiental, sino que se limita a 4,4 bara mediante una válvula de reducción (14) en el lado del retentato de la etapa de separación de permeato (3). Esto proporciona una tercera corriente de permeato (11) a partir de la etapa de separación de permeato (3) de 0,501 m³/h con una composición de un 99,5 % de dióxido de carbono y solo un 0,5 % de metano. La tercera corriente de retentato (10) de la etapa de separación de permeato (3) asciende a 0,107 m³/h, y tiene una composición de un 36,2 % de metano y un 63,8 % de dióxido de carbono, y se devuelve a la cámara de mezclado y se comprime de nuevo. Por lo tanto, la suma de corrientes gaseosas recirculadas (9) y (10) asciende a 0,366 m³/h o a un 36,6 %, referido a la cantidad alimentada de gas a separar. Se obtienen corrientes de producto puras con una tasa de compresión doble moderada. Las membranas empleadas muestran una selectividad de gas mixto moderada de dióxido de carbono sobre metano de 45. En contrapartida al anterior ejemplo 3, mediante empleo de una bomba de vacío en el lado del permeato de la etapa de separación de retentato (2) se obtiene un retentato claramente más puro con el mismo rendimiento de compresor. (Un 99,7 % de metano en lugar de un 98,5 %).

Lista de figuras

40 Fig. 1: influencia de la relación de presión y la selectividad sobre el resultado de separación

Fig. 2: etapa de separación de membrana de una etapa sin recirculación

Fig. 3: etapa de separación de membrana de una etapa con recirculación

Fig. 4: etapa de separación de membrana de dos etapas con recompresión y recirculación

45 Fig. 5: gradiente de retentato y permeato con recompresión y recirculación en la segunda etapa de retentato antes de la primera etapa de retentato

Fig. 6: gradiente de retentato y permeato con recompresión y recirculación en la segunda etapa de retentato antes de la segunda etapa de retentato

Fig. 7: gradiente de permeato con recompresión

50 Fig. 8: gradiente de retentato con recirculación de permeato de la segunda etapa y gradiente de permeato con recompresión

Fig. 9: gradiente de retentato con recirculación de permeato de la segunda etapa

Fig. 10: conexión escalonada en permeato internamente

Fig. 11: conexión ejemplar de varios módulos de membrana según la invención

Lista de signos de referencia:

- 5 1: etapa de separación de corriente de alimentación
- 2: etapa de separación de retentato
- 3: etapa de separación de permeato 3
- 4: compresor de una etapa o de varias etapas
- 5: corriente de alimentación
- 10 6: primera corriente de permeato
- 7: primera corriente de retentato
- 8: segunda corriente de permeato
- 9: segunda corriente de retentato
- 10: tercera corriente de permeato
- 15 11: tercera corriente de retentato
- 12: válvula de reducción de presión opcional en la primera corriente de retentato 7
- 13: válvula de reducción de presión opcional en la segunda corriente de retentato 8
- 14: válvula de reducción de presión opcional en la tercera corriente de retentato 10
- 17: corriente gaseosa cruda

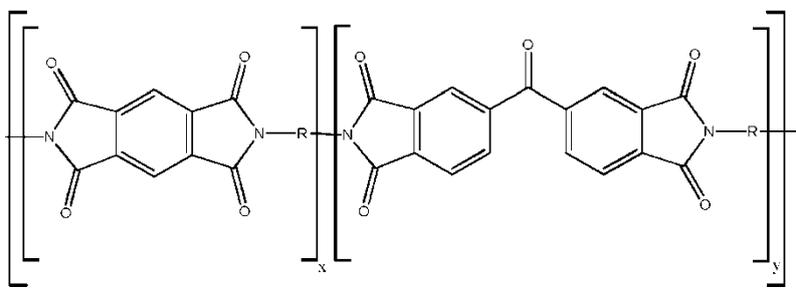
20

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la separación de una corriente gaseosa cruda (17),
que se lleva a cabo en una instalación que comprende una etapa de separación de corriente de alimentación (1), una etapa de separación de retentato (2) y una etapa de separación de permeato (3), respectivamente como etapas
5 separadoras de membrana, así como al menos un compresor (4), y/o al menos una, preferentemente dos o tres bombas de vacío,
- separándose en la etapa de separación de corriente de alimentación (1) una corriente de alimentación (5), constituida por al menos dos componentes A y B, siendo A el componente de más fácil permeación, en una primera corriente de permeato (6) y una primera corriente de retentato (7), dividiéndose en la etapa de separación de
10 retentato (2) la primera corriente de retentato (7) en una segunda corriente de permeato (9), que se alimenta a la corriente gaseosa cruda (17), y una segunda corriente de retentato (8), que se extrae como producto enriquecido en componente B,
- dividiéndose en la etapa de separación de permeato (3) la primera corriente de permeato (6) en una tercera corriente de retentato (10), que se alimenta a la corriente gaseosa cruda (17), y una tercera corriente de permeato (11), que
15 se extrae como segundo producto enriquecido en componente A,
- no sometándose la primera corriente de permeato (6) a una recompresión,
- ascendiendo el volumen de gas recirculado en la segunda corriente de permeato (9) y en la tercera corriente de retentato (10) en suma al menos a un 60 % en volumen del volumen de corriente gaseosa cruda (17),
- aumentándose la concentración del componente A, tras recirculación de la segunda corriente de permeato (9) y de
20 la tercera corriente de retentato (10), en la corriente de alimentación (5), preferentemente en al menos un 2 %, de modo especialmente preferente en al menos un 3 %, y de modo especialmente preferente en un 3 a un 40 %, respectivamente en comparación con su concentración en la corriente gaseosa cruda (17), y
- empleándose en la etapa de separación de corriente de alimentación (1), pero preferentemente en las tres etapas de separación de membrana (1) a (3), módulos de membrana de separación de gases con una selectividad de gas mixto respecto a los componentes A y B de al menos 30.
25
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la segunda corriente de permeato (9) y la tercera corriente de retentato (10) en el lado de succión del compresor (4) se conducen al reprocesamiento.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que se emplea un compresor de varias etapas (4).
- 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por que la segunda corriente de permeato (9) y/o la
30 tercera corriente de retentato (10) se introducen en el compresor (4) entre dos etapas de compresión.
- 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que la primera corriente de retentato (7) y/o la segunda corriente de retentato (8) y/o la tercera corriente de retentato (10) se conducen a través de una válvula de reducción de presión.
- 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que en al menos una de las etapas de
35 separación de membrana (1) a (3) se emplea un módulo de membrana de separación de gases con una selectividad de gas mixto respecto a los componentes A y B de al menos 35, preferentemente al menos 40, de modo especialmente preferente al menos 45.
- 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que al menos una de las etapas de separación de membrana (1) a (3) comprende más de un módulo de membrana de separación de gases, que están conectados en paralelo y/o en serie.
40
- 8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que el/los módulo(s) de membrana de separación de gases está(n) constituido(s) por membranas de fibras huecas y/o membranas planas.
- 9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que como materiales para la capa con actividad separadora de las membranas se emplean materiales sintéticos amorfos o parcialmente cristalinos, como
45 por ejemplo, pero exclusivamente, poliimididas, poliamidas, polisulfonas, acetatos de celulosa y derivados, óxidos de

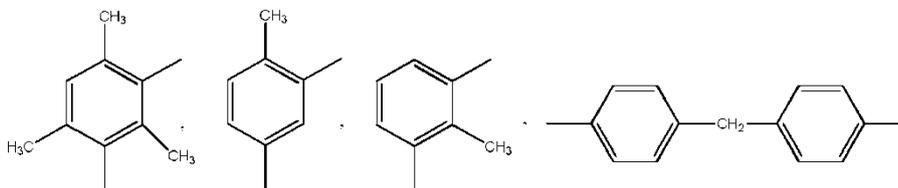
polifenileno, polisiloxanos, polímeros con microporosidad intrínseca, membranas de matriz mixta, membranas de transporte facilitado, óxidos de polietileno, óxidos de polipropileno, o mezclas de los mismos.

10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por que como material para la capa con actividad separadora de las membranas se emplea una poliimida de la fórmula general



5

R se selecciona a partir del grupo constituido por



x, y: fracción molar con $0 < x < 0,5$ y $1 > y > 0,5$.

10 11.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por que, en el caso de los componentes A y B, se trata de dióxido de carbono y metano, o hidrógeno y metano, o monóxido de carbono e hidrógeno.

12.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque como mezcla gaseosa se emplea biogas crudo o gas natural crudo, o una mezcla que contiene de modo predominante, pero no exclusivamente, los componentes A y B.

15 13.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado por que la presión del lado del permeato (6) de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) se ajusta a 1 hasta 30 bar, preferentemente a 2 hasta 20 bar, y de modo especialmente preferente a 3 hasta 10 bar, preferentemente por medio de una válvula de reducción de presión (14) en el lado del retentato de la etapa de separación de permeato (3).

20 14.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado por que la presión de la primera y de la segunda corriente de retentato (7) y (8) se ajusta a 1 hasta 100 bar, preferentemente a 5 hasta 80 bar, y de modo especialmente preferente a 10 hasta 70 bar, preferentemente por medio de una válvula de reducción de presión (13) en la segunda corriente de retentato (8).

25 15.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado por que, como fuerza propulsora para la tarea de separación, se emplea una diferencia de presión parcial entre el lado de retentato y el lado de permeato en las respectivas etapas de separación de membrana, generándose la diferencia de presión parcial mediante un compresor en la corriente de alimentación (5) y/o a través de una bomba de vacío (15) en la segunda y/o tercera corriente de permeato (9) y/u (11) y/o a través de una corriente de gas de lavado del lado del permeato.

30 16.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado por que la presión del permeato de la etapa de separación de corriente de alimentación (1) es igual o es más elevada frente a la presión ambiental, de modo que existe aún una diferencia de presión parcial entre retentato y permeato de la etapa de separación de permeato (3) y, por consiguiente, se da una fuerza propulsora para el caso en el que el permeato de la etapa de separación de permeato (3) se aplica a presión ambiental o bajo vacío.

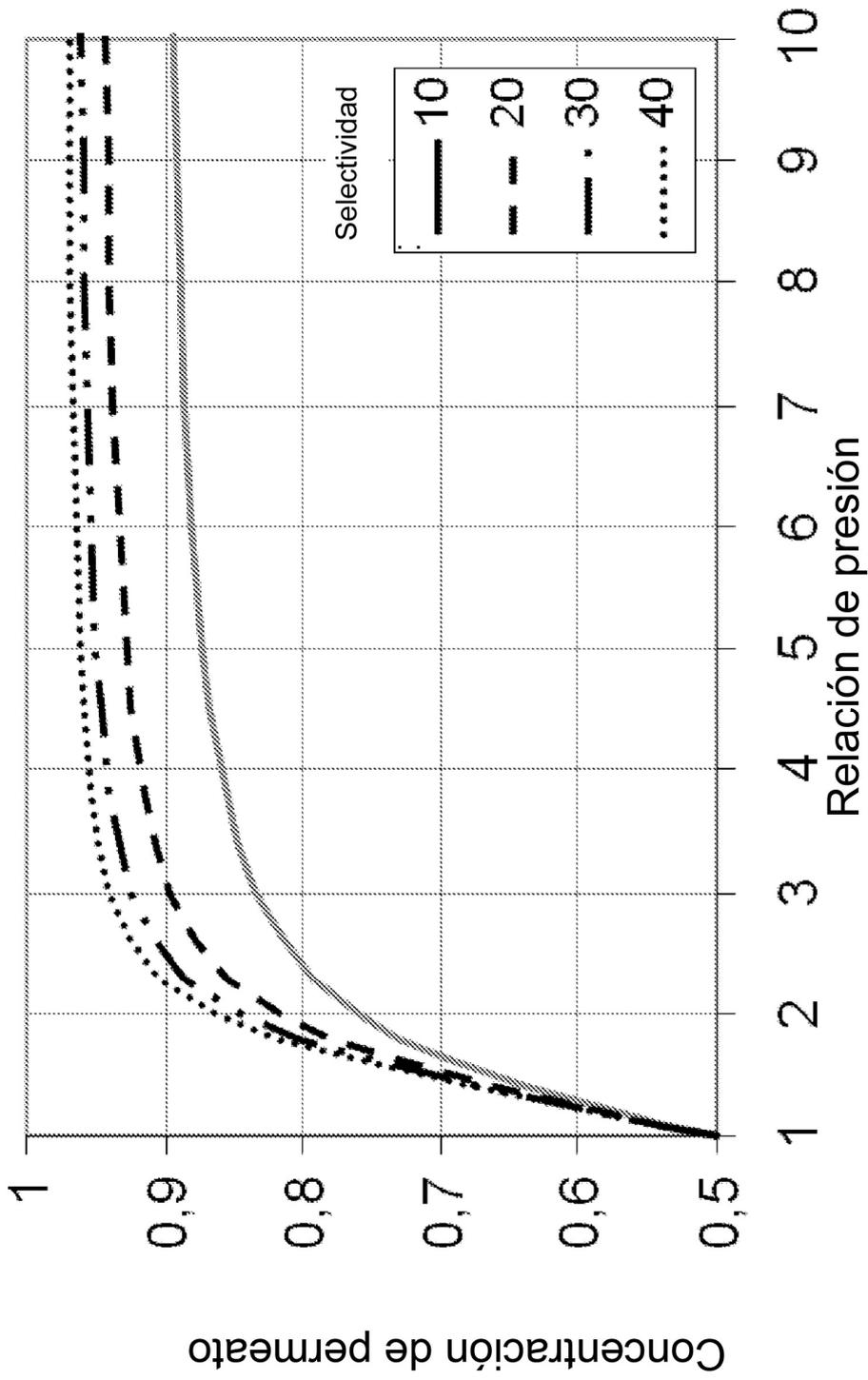


Fig 1: influencia de la relación de presión y de la selectividad sobre el resultado de separación

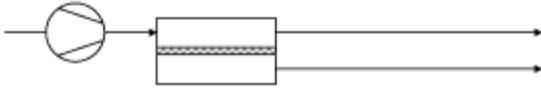


Fig. 2: etapa de separación de membrana de una etapa sin recirculación

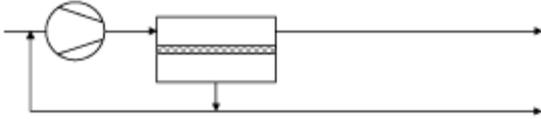


Fig. 3: etapa de separación de membrana de una etapa con recirculación

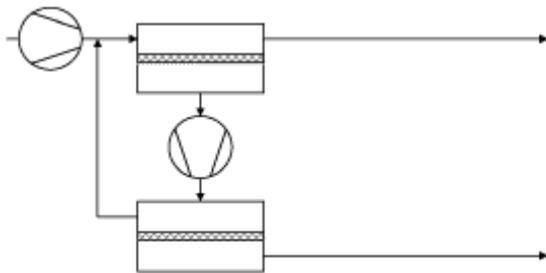


Fig. 4: etapa de separación de membrana de dos etapas con recompresión y recirculación

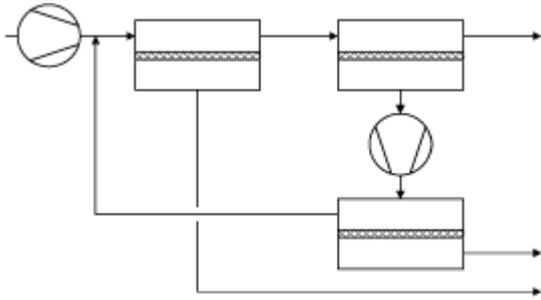


Fig. 5: gradiente de retentato y permeato con recompresión y recirculación en la segunda etapa de retentato antes de la primera etapa de retentato

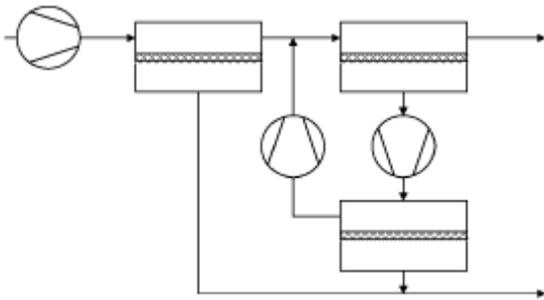


Fig. 6: gradiente de retentato y permeato con recompresión y recirculación en la segunda etapa de retentato antes de la segunda etapa de retentato

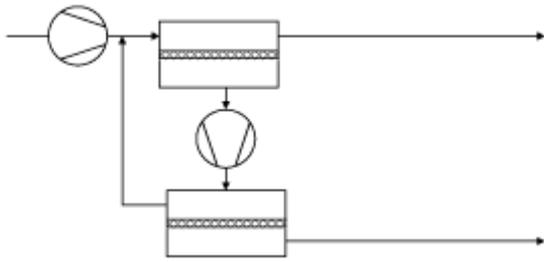


Fig. 7: gradiente de permeato con recompresión

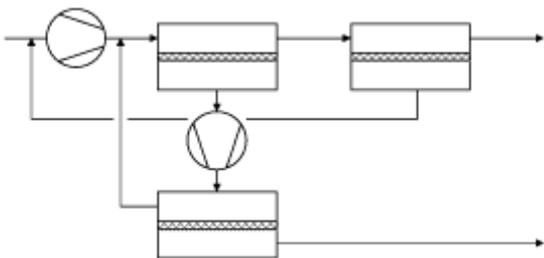


Fig. 8: gradiente de retentato con recirculación de permeato de la segunda etapa y gradiente de permeato con recompresión

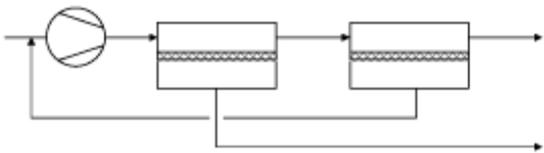


Fig. 9: gradiente de retentato con recirculación de permeato de la segunda etapa

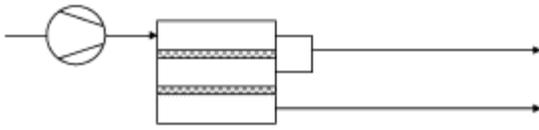


Fig. 10: conexión escalonada en permeato internamente

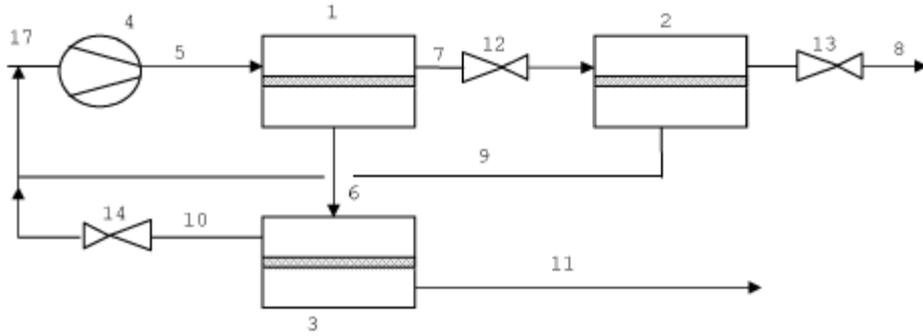


Fig. 11: conexión ejemplar de varios módulos de membrana según la invención