



Republik
Österreich
Patentamt

(11) Nummer: **AT 394 953 B**

(12)

PATENTCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 1543/90

(51) Int.Cl.⁵ : **B01D 53/14**

(22) Anmeldetag: 23. 7.1990

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 1.1992

(45) Ausgabetag: 10. 8.1992

(56) Entgegenhaltungen:

DE-OS3439165 GB-PS2133717 GB-PS1203103 US-PS4606741
US-PS4430316

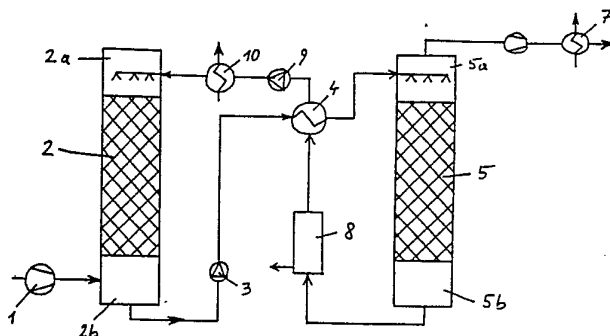
(73) Patentinhaber:

SCHMID PETER J. ING.
A-1070 WIEN (AT).

(54) VERFAHREN ZUR ABTRENUNG VON SCHWEFELWASSERSTOFF AUS GASGEMISCHEN

(57) Verfahren zur Abtrennung von Schwefelwasserstoff aus Gasgemischen, bei dem das Gasgemisch in einer Absorptionskolonne (2) mit einer kalten Waschflüssigkeit in Kontakt gebracht wird, welche in einer Desorptionskolonne (5) bei erhöhter Temperatur vom Schwefelwasserstoff befreit und regeneriert wird. Eine besonders hohe Qualität des Schwefelwasserstoffs wird dadurch erreicht, daß als Waschflüssigkeit ein Niedrigalkylalkohol vorgesehen ist.

Der Druck in der Absorptionskolonne beträgt zwischen 4 und 8 bar.



AT 394 953 B

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Abtrennung von Schwefelwasserstoff aus Gasgemischen, bei dem das Gasgemisch in einer Absorptionskolonne mit einer kalten Waschflüssigkeit in Kontakt gebracht wird, welche in einer Desorptionskolonne bei erhöhter Temperatur vom Schwefelwasserstoff befreit und regeneriert wird, wobei als Waschflüssigkeit ein Niedrigalkylalkohol, vorzugsweise Methanol vorgesehen ist. Niedrigalkylalkohole weisen nicht nur eine gute Selektivität in Bezug auf Schwefelwasserstoff auf, sondern ermöglichen auch gute Ausbeuten, bzw. Reinigungsgrade. Die Alkohole können sowohl in reiner Form, als auch in wäßriger Lösung eingesetzt werden. Als Gasgemisch, von dem der Schwefelwasserstoff abgetrennt werden soll ist insbesondere das saure Gas vorgesehen, das bei der Erdöl- und Erdgasgewinnung anfällt.

Aus der DE-OS 34 39 165 ist ein Verfahren zum Auswaschen saurer Gase aus Gasgemischen bekannt. Bei der Wäsche wird Methanol verwendet. Das Verfahren arbeitet mit einer niedrigen Absorptionstemperatur, was in vielen Fällen unerwünscht und energetisch ungünstig ist.

Es sind ferner Verfahren bekannt, die zur Entschwefelung von Kokereigas, Erdgas und Raffineriegasen dienen. Der Gehalt an Schwefelwasserstoff kann in diesen Gasen zwischen 0,2 und 5 Vol. % betragen. Eines dieser Verfahren ist das Heißregenerationsverfahren, bei dem der Schwefelwasserstoff über eine Waschflüssigkeit aus dem Gasgemisch entfernt wird. Die Waschflüssigkeit wird dabei in einer Absorptionskolonne bei Normaltemperatur oder einer niedrigeren Temperatur mit Schwefelwasserstoff beladen. Sie geht anschließend über einen Wärmetauscher in die Desorptionskolonne, wo sie durch Erhitzen von den aufgenommenen Gasen befreit wird. Über einen Kühler wird die wiedergewonnene Waschflüssigkeit zur Absorptionskolonne zurückgeleitet. Als Chemikalien, die in der Waschflüssigkeit verwendet werden, sind Salze mehrbasiger Säuren, wasserlösliche, Sulfide bildende Basen und Salze schwacher Säuren bekannt.

Nachteilig ist bei diesen bekannten Verfahren, daß neben dem Schwefelwasserstoff auch andere Gase, wie z. B. Kohlendioxid von der Waschflüssigkeit aufgenommen werden. Dieser Nachteil spielt wenig Rolle, solange es bei dem Verfahren lediglich auf die Reinigung des Gasgemisches ankommt. Es hat sich jedoch in letzter Zeit immer mehr herausgestellt, daß Schwefelwasserstoff in passender Konzentration und Reinheit ein wertvolles Ausgangsmaterial für andere Verfahren darstellt. Insbesondere kann mit Schwefelwasserstoff aus dem in Rauchgasreinigungsanlagen anfallendem Schwefeldioxid elementarer Schwefel gewonnen werden, wie dies in der österreichischen Patentanmeldung 1234/90 des Anmelders beschrieben ist.

Aufgabe der Erfindung ist es, die Nachteile der bekannten Verfahren zu vermeiden und ein Verfahren zu schaffen, das es erlaubt Schwefelwasserstoff in reiner Form aus Gasgemischen abzutrennen.

Erfindungsgemäß beträgt der Druck in der Absorptionskolonne zwischen 4 und 8 bar. Überraschenderweise hat sich herausgestellt, daß bei diesen Drücken das Verfahren energetisch begünstigt ist.

Das erfindungsgemäße Verfahren läuft unter den folgenden Bedingungen optimal ab:

Absorptionskolonne:	Temperatur:	5	bis	10 °C
	Druck:	4	bis	8 bar
Desorptionskolonne:	Temperatur:	30	bis	50 °C
	Druck:	1	bis	3 bar

Da das anfallende Gasgemisch im allgemeinen eine höhere Temperatur aufweist, als in der Absorptionskolonne erwünscht ist, wird die Waschflüssigkeit gekühlt eingedüst, sodaß sich in der Absorptionskolonne im Mittel die optimale Temperatur von 5 bis 10 °C einstellt.

Eine unerwünschte Verdünnung der Waschflüssigkeit kann verhindert werden, wenn die aus der Desorptionskolonne rückgewonnene Waschflüssigkeit vor der Eindüsung in die Absorptionskolonne entfeuchtet wird.

Energetisch ist es besonders günstig, wenn die mit Schwefelwasserstoff beladene Waschflüssigkeit in einem Wärmetauscher im Gegenstrom von der aus der Desorptionskolonne rückgewonnenen Waschflüssigkeit erwärmt wird.

Zur Lösung der gestellten Aufgabe dienen erfindungsgemäß die Merkmale der Patentansprüche.

Im folgenden wird die Erfindung anhand eines in der Figur dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Das saure Gas wird über den Verdichter (1) oder gegebenenfalls mit Eigendruck in die Absorptionskolonne (2) eingebracht. Dabei beträgt die Temperatur etwa 15 °C. Der Druck wird auf 6 bar geregelt. Die Absorptionskolonne (2) ist als Füllkörperkolonne ausgebildet. In den Kopf (2a) der Absorptionskolonne (2) wird Methanol als Waschflüssigkeit bei einer Temperatur von 6 bis 8 °C eingedüst. Im Gegenstrom wird das Methanol mit Schwefelwasserstoff beladen. Im Sumpf (2b) der Absorptionskolonne (2) fällt eine 15 bis 17 %ige Lösung von Schwefelwasserstoff in Methanol an. Diese wird mittels der Pumpe (3) über den Wärmetauscher (4) in den Kopf (5a) der Desorptionskolonne (5) eingedüst. Dabei beträgt die Temperatur etwa 45 °C. Die Waschflüssigkeit rinnt über die Füllkörper nach unten, wobei der Schwefelwasserstoff frei wird. Dieser wird am Kopf (5a) der Desorptionskolonne (5) abgezogen. Im Kondensator (7) wird der Schwefelwasserstoff gekühlt und kondensiert. Das flüssige Endprodukt

kann in Flaschen abgefüllt werden. Alternativ ist es auch möglich, den Schwefelwasserstoff in einer Rohrleitung zu einem in der Nähe gelegenen Verbraucher zu leiten. Im Sumpf (5b) der Desorptionskolonne (5) fällt die Waschflüssigkeit an. In einer Rektifikationskolonne (8) wird diese entfeuchtet und dem Wärmetauscher (4) zugeführt, wo sie die beladene Waschflüssigkeit im Gegenstrom erwärmt. Das entladene Methanol wird dabei abgekühlt. In weiterer Folge wird das Methanol über die Pumpe (9) und einen weiteren Kühler (10) in den Kopf (2a) der Desorptionskolonne (2) eingedüst.

Bei einem durchgeführten Versuch betrug die Konzentration von Schwefelwasserstoff im sauren Gas 230 g/m^3 . Die Durchmesser der Absorptionskolonne und der Desorptionskolonne betrugen jeweils 600 mm. Die Höhe dieser Kolonnen betrug 6 m. Es wurde eine Gasmenge von $146 \text{ m}^3/\text{h}$ durchgesetzt. Der Lösungsmittelstrom betrug $2 \text{ m}^3/\text{h}$. Das aus der Anlage austretende Gas wies eine Konzentration von 2 ppm Schwefelwasserstoff auf.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Abtrennung von Schwefelwasserstoff aus Gasgemischen, bei dem das Gasgemisch in einer Absorptionskolonne mit einer kalten Waschflüssigkeit in Kontakt gebracht wird, welche in einer Desorptionskolonne bei erhöhter Temperatur vom Schwefelwasserstoff befreit und regeneriert wird, wobei als Waschflüssigkeit ein Niedrigalkylalkohol, vorzugsweise Methanol vorgesehen ist, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Druck in der Absorptionskolonne zwischen 4 und 8 bar beträgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Temperatur in der Absorptionskolonne zwischen 5 und 10°C beträgt, wobei vorzugsweise die Waschflüssigkeit bei einer Temperatur zwischen 5 und 8°C eingedüst wird.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Temperatur in der Desorptionskolonne zwischen 30 und 50°C beträgt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Druck in der Desorptionskolonne zwischen 1 und 3 bar beträgt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß die aus der Desorptionskolonne rückgewonnene Waschflüssigkeit vor der Eindüsung in die Absorptionskolonne entfeuchtet wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß die mit Schwefelwasserstoff beladene Waschflüssigkeit in einem Wärmetauscher im Gegenstrom von der aus der Desorptionskolonne rückgewonnenen Waschflüssigkeit erwärmt wird.

Hiezu 1 Blatt Zeichnung

