(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENŢII ŞI MĂRCI
Bucureşti

ROMANIA

(11) Nr. brevet: 115149 B1
(51) Int.Cl.[6] C 01 B 31/00;

(12) BREVET DE INVENŢIE

Hotarârea de acordare a brevetului de invenţie poate fi revocată în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **94-00012**

(22) Data de depozit: **05.01.1994**

(30) Prioritate:

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.11.1999 BOPI nr. **11/1999**

(45) Data eliberării şi publicării brevetului:
BOPI nr.

(61) Perfecţionare la brevet:
Nr.

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(86) Cerere internaţională PCT:
Nr.

(87) Publicare internaţională:
Nr.

(56) Documente din stadiul tehnicii:
EP 0193716; 0227990

(71) Solicitant: **SOCIETATEA COMERCIALĂ "PETROSTAR" S.A. PLOIEŞTI, PLOIEŞTI, RO;**

(73) Titular: **SOCIETATEA COMERCIALĂ "PETROSTAR" S.A. PLOIEŞTI, PLOIEŞTI, RO;**

(72) Inventatori: **RĂDUCU MIHAELA, PLOIEŞTI, RO; RĂDUCU RADU, PLOIEŞTI, RO; PETRE OCTAVIAN, SUPLACU DE BARCĂU, RO; ILIESCU MONICA, PLOIEŞTI, RO; MIHAI D. CONSTANTIN, PLOIEŞTI, RO;**

(74) Mandatar:

(54) PROCEDEU ŞI INSTALAŢIE DE OBŢINERE A DIOXIDULUI DE CARBON ALIMENTAR

(57) Rezumat: Invenţia se referă la un procedeu şi o instalaţie, destinate obţinerii dioxidului de carbon alimentar din gazele de zăcământ cu conţinut ridicat de CO_2, prin condiţionarea gazelor brute, extrase din zăcământul de CO_2, încălzirea lor la 35°C, separarea impurităţilor solide, adsorbţia compuşilor nedoriţi pe cărbune vegetal, şi site moleculare, lichefierea CO_2 alimentar de înaltă presiune, la temperatura de 20°C şi presiunea de 7,6 MPa şi de medie presiune la temperatura de -20°C şi presiunea de 2,0 MPa şi apoi îmbutelierea şi depozitarea CO_2 alimentar, astfel obţinut. Instalaţia conform invenţiei este alcătuită din filtre de impurităţi solide, regulatoare de presiune, schimbător de căldură pentru condiţionarea gazelor extrase, separator de impurităţi lichide, adsorber, cu cărbune activ vegetal şi adsorber cu site moleculare, schimbătoare de căldură, cu rol de răcire, şi o linie de îmbuteliere a CO_2.

Revendicări: 2
Figuri: 1

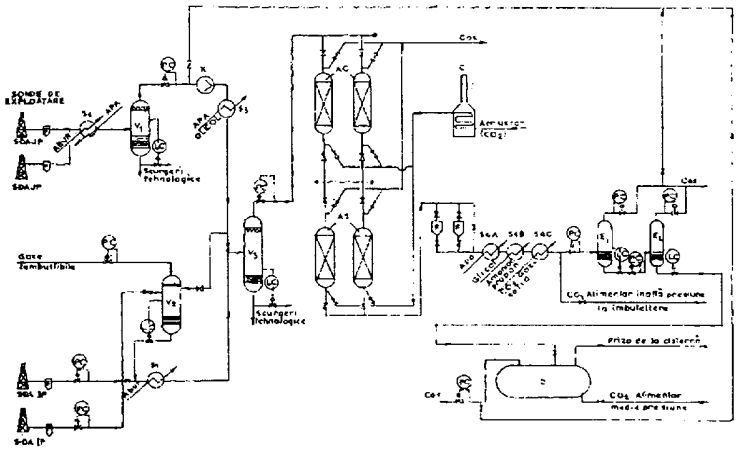


Fig. 1

RO 115149 B1

Invenția se referă la un procedeu și o instalație destinată obținerii dioxidului de carbon alimentar, din gazele de zăcământ, cu conținut ridicat de CO_2.

Sunt cunoscute procedee și instalații de obținere a CO_2 alimentar, din fermentațiile alcoolice, din gazele de ardere sau din gazele reziduale, de la fabricarea amoniacului, prin absorbție pe hidroxid de potasiu, de calciu, amină sau prin procedeul de separare cu membrane permeabile.

Aceste procedee și instalații prezintă dezavantajul că nu pot fi aplicate pentru obținerea dioxidului de carbon din gaze de zăcământ, cu presiuni înalte și conținut ridicat de CO_2.

Este cunoscut, de asemenea, un proces de adsorbție și separare a dioxidului de carbon, dintr-un amestec de gaze. Conform acestei invenții, dioxidul de carbon poate fi obținut la un grad ridicat de recuperare și cu puritate mare, dintr-un amestec de gaze conținând 10 % sau mai mult dioxid de carbon, printr-o metodă de adsorbție sub presiune, în care amestecul de gaz este răcit pentru a se îndepărta umezeala și apoi încălzit înaintea adsorbției dioxidului de carbon, pe un adsorbant și anume site moleculare cu cărbune activ.

Instalația pentru realizarea procedeului este alcătuită dintr-o suflantă de aspirație pentru alimentarea amestecului gazos, un răcitor pentru îndepărtarea umidității din amestecul gazos, un schimbător de căldură pentru ridicarea temperaturii amestecului de gaz răcit, aparatură pentru desfășurarea adsorbției la presiune oscilantă, o coloană de adsorbție instalată în cadrul acestei aparaturi și o pompă de vid pentru desorbția dioxidului de carbon adsorbit pe adsorbant (**EP 0227990 A1**).

Se cunoaște un proces de separare a amestecurilor gazoase, ce conțin un component gazos principal și un component gazos secundar, prin adsorbția selectivă a componentului gazos secundar, printr-un proces de adsorbție ce cuprinde etapa de adsorbție pe cel puțin un strat adsorbant, spălarea straturilor adsorbante cu componentul secundar, depresurizarea și evacuarea stratului, fără spălare adițională și represurizarea numitului strat cu componentul gazos principal. Procedeul este folosit pentru recuperarea dioxidului de carbon și metanului din gazul de zăcământ. (**EP 0193716**).

Procedeul conform invenției elimină dezavantajele de mai sus, prin aceea că, în prima etapă, se condiționează gazele brute extrase din zăcământul de CO_2 pentru obținerea unui flux gazos cu conținut de CO_2 mai mare de 95% vol., la temperatura de 35°C și presiunea de 7,6 MPa, în a doua etapă, are loc adsorbția compușilor nedoriți, pe cărbune activ vegetal și site moleculare pentru obținerea unui flux gazos de CO_2 de concentrație mai mare de 99,5 % vol., la temperatura de 40°C, presiunea de 7,5 MPa și un punct de rouă de -70°C, în etapa a treia se lichefiază CO_2 alimentar de înaltă presiune, la temperatura de 20°C, presiunea de 7,6 MPa și cel de medie presiune, la temperatura de -20°C și presiunea de 2,0 MPa după care, în ultima etapă, se îmbuteliază și depozitează CO_2 alimentar de înaltă și medie presiune, în vederea livrării.

Instalația pentru realizarea procedeului conform invenției elimină dezavantajele prezentate anterior, prin aceea că, pentru cazul în care materia primă provine de la sonde de înaltă presiune, este alcătuită din niște filtre pentru curățirea fluidului de sondă, niște regulatoare de presiune, pentru reglarea presiunii în instalație, un separator gaz - lichid pentru separarea gazelor formate din hidrocarburi ușoare combustibile și a fazei

lichide, alcătuite din dioxid de carbon, un schimbător de căldură cu abur, pentru încălzirea fazei lichide de dioxid, un separator bifazic pentru prepararea dioxidului de carbon, în fază gazoasă, de impuritățile lichide, unul sau mai multe adsorbere cu cărbune activ, unul sau mai multe adsorbere cu site moleculare, niște filtre pentru înlăturarea particulelor de site antrenate, niște schimbătoare de căldură cu diferiți agenți frigorifici, vase de expansiune pentru producerea dioxidului de carbon alimentar, de presiune medie și vase de depozitare pentru acest dioxid de carbon, iar pentru cazul în care gazele de zăcământ provin de la sonde de joasă presiune, este alcătuită pornind de la separatorul de impurități solide din aceleași elemente constructive ca și în cazul anterior, iar până la acest vas separator, instalația este alcătuită din niște filtre pentru filtrarea impurităților solide, antrenate din sondă, un schimbător de căldură cu abur, un separator bifazic , niște regulatoare de presiune în vederea menținerii constante a presiunii de aspirație a unui compresor și un schimbător de căldură.

Prin aplicarea invenției, se obțin următoarele avantaje :

- se obține CO_2 alimentar, din gaze de zăcământ, cu conținut ridicat de CO_2
- nu necesită cheltuieli mari de investiții ;
- procesul tehnologic se realizează cu consumuri specifice reduse și cheltuieli minime de exploatare.

Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a invenției în legătură cu figura care reprezintă schema tehnologică a instalației de obținere a dioxidului de carbon alimentar din gaze de zăcământ.

Faza I - cuprinde condiționarea gazelor brute, extrase din zăcământul de CO_2 pentru două linii de fabricație, legate de circuitul gazelor de sondă, de înaltă presiune și de circuitul gazelor de sondă ,de joasă presiune.

Astfel, circuitul gazelor de sondă, de înaltă presiune, este compus din colectoare de la sondele cu presiunea de exploatare (sonde I.P.) mai mare de 7,6 MPa și temperatura de aproximativ 10°C, la intrare în instalație, datorită transportului subteran la distanță. El se continuă cu filtre de impurități mecanice **F** și cu regulatoare de presiune **PC** pentru fiecare colector de la sondă, după care fluidul de zăcământ compus din hidrocarburi gazoase și o fază lichidă formată din CO_2 lichid, apă și eventual hidrocarburi lichide este separat la o presiune de 7,6 MPa și aproximativ 2 ÷ 10°C într-un separator vertical bifazic **V2**, cu demister.

Fracția gazoasă este eliminată continuu din separator, printr-un regulator de presiune **PC** și folosită drept gaze combustibile.

Fracția lichidă este evacuată printr-un regulator de nivel **LC**, într-un schimbător de căldură **S1** tip încălzitor (poate fi cu abur, apă caldă sau alt agent termic sau chiar cu rezistența electrică) și încălzită la 35 ÷ 40°C, în vederea vaporizării dioxidului de carbon.

Separatorul **V2** poate dispărea din proces, dacă compoziția gazelor de zăcământ are un conținut de dioxid de carbon mai mare de 90 ÷ 95 % vol.

După schimbătorul de căldură **S1**, dioxidul de carbon în formă de gaz se separă de apa liberă și alte impurități lichide în separatorul vertical bifazic **V3** prevăzut cu demister și regulator de nivel.

Debitul de dioxid de carbon gazos condiționat se va măsura și regla cu aparate de măsură și control notate cu **FIC**.

Circuitul gazelor de sondă, de joasă presiune, este compus din colectoare de la sondele cu presiunea de exploatare (sonda J.P.) mai mică decât presiunea critică a CO_2 (7,35 MPa) și cu temperatura mai mare de 2°C, funcție de regimul de funcționare al sondelor și de distanța față de instalație.

Când se pornește de la un regim static de exploatare, fluidul de sondă are temperatura apropiată de a mediului exterior și este, în cea mai mare parte (funcție de compoziție), lichid, iar când se exploatează în regim dinamic, temperatura fluidului este funcție de adâncimea stratului de zăcământ și este în cea mai mare parte, în formă de gaz.

Colectoarele de la sondele de joasă presiune sunt prevăzute cu filtre de impurități mecanice **F**, după care se unesc și intră într-un schimbător de căldură **S2** cu rol de încălzire - răcire, astfel încât să permită realizarea unei temperaturi de 35 ÷ 40°C pentru fluidul de sondă.

Urmează separarea acestuia, în separatorul vertical bifazic **V1**, în care sunt eliminate scurgerile tehnologice, formate din apa liberă de zăcământ și eventual hidrocarburi lichide ; se utilizează un regulator de nivel **LC**.

Gazele sunt trecute prin demisterul separatorului și printr-un regulator d epresiune **PC**, în aspirația compresorului **K**. Aici are loc comprimarea la presiunea de 7,6 MPa, după care se continuă circuitul prin schimbătorul de căldură **S3** tip răcitor.

Dacă compoziția gazului rezultat de la comprimare (este gaz deoarece temperatura după comprimare este mai mare decât temperatura critică a dioxidului de carbon 31°C) are mai mult de 95 % vol. CO_2, atunci acesta se răcește la 35 ÷ 40°C și intră în separatorul **V3**, al cărui rol a fost arătat, odată cu descrierea circuitul gazelor de înaltă presiune.

Dacă compoziția gazelor rezultată de la comprimare are o cantitate mai mare de 5% vol. hidrocarburi ușoare de tipul gazelor combustibile (metan + etan) atunci ele se răcesc în schimbătorul **S3** la o temperatură cât mai mică (funcție de compoziție) O ÷20°C după care se separă în separatorul vertical bifazic **V2**, așa cum a fost arătat în circuitul de înaltă presiune.

O aplicare industrială a procesului poate să cuprindă numai circuitul gazelor de la sondele de înaltă presiune, de la sondele de joasă presiune sau combinat.

De asemenea ea poate să cuprindă secvența de separare gaze combustibile în separatorul **V2**, dacă acestea sunt în cantități mici și se pot separa prin adsorbția pe site moleculare.

Calculele de dimensionare a proceselor și aparatelor sunt specifice industriei chimice și extractive și se bazează pe calculul separării fazelor : gazoase, lichide și solide în procesele fizice, pe calculul echilibrelor de faze funcție de o anumită temperatură, presiune și compoziție, pe calculul proceselor de transport fluide prin conducte, precum și pe calculul proceselor de transfer termic.

Faza II - cuprinde adsorbția compușilor nedoriți pe cărbune activ vegetal și site moleculare.

Deci, gazele de zăcământ, indiferent de presiunea sursei de alimentare (sonde I.P., sonde J.P.), din separatorul **V3**, au circuit comun pentru producerea dioxidului de carbon alimentar, de înaltă sau medie presiune prin adsorberele cu cărbune activ **AC**.

Aici sunt reținute hidrocarburile de tipul C_{3+} (cu conținut mai mare de trei atomi de carbon) sau compușii chimici cu masa moleculară mai mare de 44 - prin calcularea timpilor de reținere necesari.

Purificarea dioxidului de carbon gazos se face apoi în adsorberele cu sită moleculară **AS**, având dimensiunea sitei de 3Å.

În sită are loc reținerea compușilor cu masa moleculară mai mică de 30, inclusiv a apei aflată la echilibru cu faza gazoasă, până la punctul de rouă dorit.

Pentru regenerarea stratului de cărbune activ vegetal cu capacitate mare de adsorbție și a sitelor moleculare se va folosi aer sau dioxid de carbon uscat și încălzit la o temperatură de 200°C.

Regenerarea adsorberelor se va face după ce a fost realizată depresurizarea acestora într-un timp corespunzător, care să nu ducă la căderi bruște de temperatură și presiune, ce ar afecta calitatea cărbunelui și a sitei moleculare.

De asemenea, adsorbția pe cărbune sau sită moleculară se va face după ce a fost realizată presurizarea lentă a adsorberelor.

O aplicare industrială se poate realiza prin comutarea automată a ciclurilor de : presurizare, adsorbție, regenerare la adsorberele cu cărbune și sită moleculară.

Procesul de adsorbție pe cărbune activ vegetal și sită moleculară se dimensionează în funcție de fluxul de gaz, cantitatea de adsorbant în lucru, capacitatea de adsorbție a acestuia, nivelul de impurități în gazul de alimentare, modul de regenerare a patului adsorbant, prin metodele cunoscute de calcul.

Dioxidul de carbon curățat de impurificatori și uscat este trecut prin niște filtre **F** de impurități solide pentru separarea particulelor de sită antrenată .

Faza III - cuprinde lichefierea dioxidului de carbon alimentar de înaltă și medie presiune.

După filtrare, dioxidul de carbon la presiunea de 7,5 MPa și temperatura de 40°C este răcit în schimbătoarele de căldură **S.4A ÷ S.4C**, cu apa, glicol, amoniac, propan, amestec gaz -zăpadă carbonică în funcție de disponibilul de pe platforma industrială și de calculul economic în momentul realizării instalației.

Dacă se dorește obținerea de dioxid de carbon alimentar de înaltă presiune, răcirea în schimbătoarele **S.4A ÷ S.4C** se poate realiza până la 20°C, presiunea fiind de aproximativ 7,5 MPa, după care produsul se expediază la încărcat în tuburi de tipul buteliilor.

Dacă se dorește obținerea de dioxid de carbon alimentar de medie presiune, răcirea în schimbătoarele **S.4A ÷ S.4C** se poate realiza până la temperatura de 0 ÷ 5°C, după care urmează o primă treaptă de detentă în robinetul de reglare presiune **PC** la 4,5 MPa, cu separarea fazelor în vasul de expansiune **E1** și o a doua treaptă de detentă în robinetul de reglarea presiune **PC** la 2,0 MPa, cu separarea fazelor în vasul de expansie **E2** și depozitarea lichidului în vasul de depozit **D** pentru dioxid de carbon alimentar la medie presiune 1,8 ÷ 2,0 MPa și o temperatură de -18 ÷ -20°C.

În vasele de expansie **E1**, **E2** și în vasul de depozit **D** gazele rezultate din proces se elimină prin intermediul regulatoarelor de presiune **PC** la coș, sau se recirculă în instalație în aspirația compresorului **K**.

Faza IV - cuprinde îmbutelierea și depozitarea dioxidului de carbon alimentar în tuburi de tipul buteliilor de diferite greutăți (20 ÷ 70 kg) sau în cisterne auto (de aproximativ 12000 kg produs).

Dioxidul dse carbon alimentar de înaltă presiune 7,5 MPa și o temperatură de 20°C este îndreptat într-o secțiune de umplere tuburi de tipul buteliilor.

Dioxidul de carbon alimentar la medie presiune 2,0 MPa și o temperatură de -20°C este încărcat în cisterne auto din vasul de depozit **D**.

Încărcarea în tuburi și cisterne CF se va face pe cântare, respectând gradul de umplerere prevăzut de normele.

Revendicări

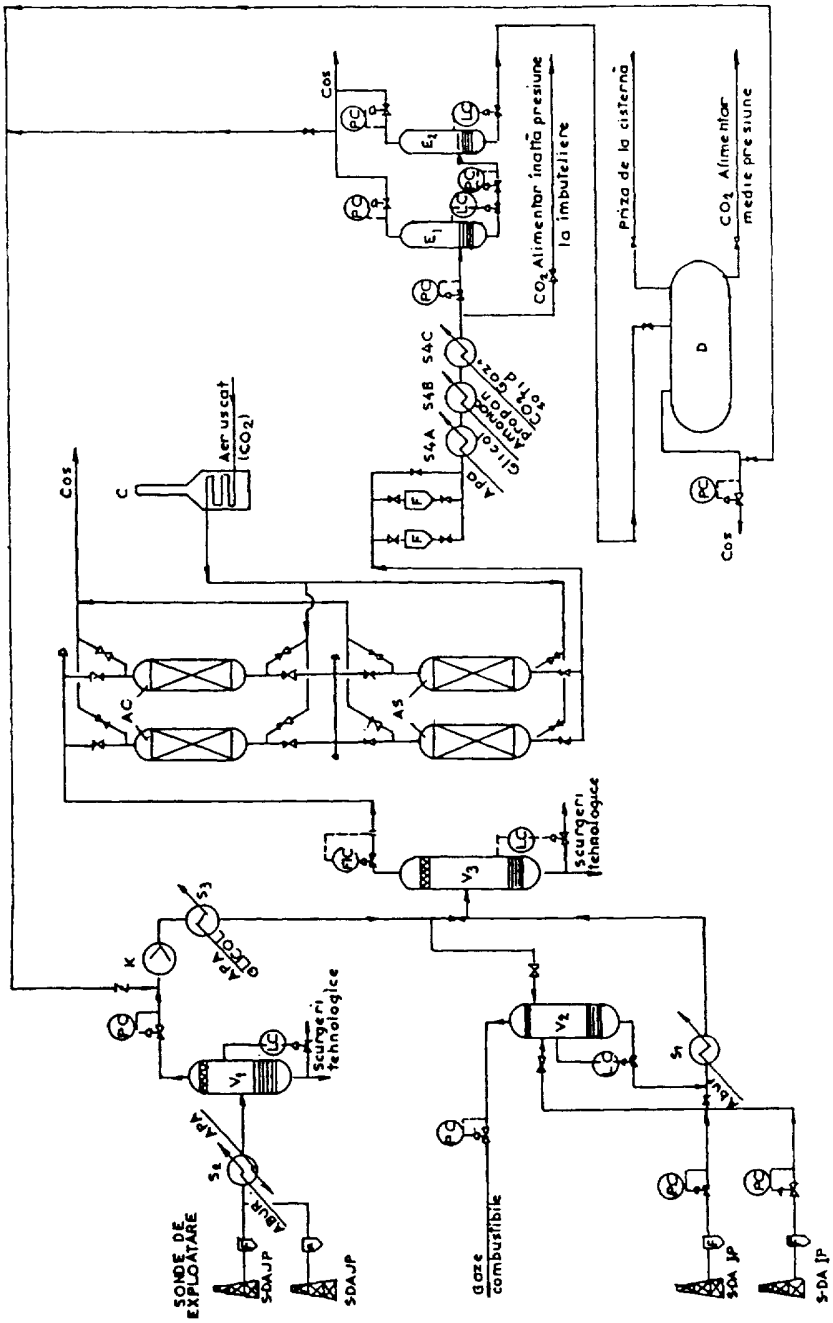
1. Procedeu de obținere a dioxidului de carbon alimentar,din gaze de zăcământ bogate în CO_2, **caracterizat prin aceea că**, în prima etapă, se condiționează gazele brute extrase din zăcământul de CO_2 pentru obținerea unui flux de CO_2 gazos cu conținut de CO_2 mai mare de 95% vol., la temperatura de 35°C și presiunea de 7,6 MPa, în a doua etapă are loc adsorbția compușilor nedoriți pe cărbune activ vegetal și site moleculare pentru obținerea unui flux gazos de CO_2 de concentrație mai mare de 99,5 % vol. la temperatura de 40°C, presiunea de 7,5 MPa și un punct de rouă de -70°C, în etapa a treia se lichefiază CO_2 alimentar de înaltă presiune la temperatura de 20°C, presiunea de 7,6 MPa și cel de medie presiune la temperatura de -20°C și presiunea de 2,0 MPa după care în ultima etapă se îmbuteliază și depozitează CO_2 alimentar de înaltă și medie presiune în vederea livrării.

2. Instalație pentru realizarea procedeului de la revendicarea 1, **caracterizată prin aceea că**, pentru cazul în care materia primă provine de la sonde de înaltă presiune, este alcătuită din niște filtre **(F)** pentru curățirea fluidului de sondă, niște regulatoare de presiune **(PC)** pentru reglarea presiunii în instalație, un separator gaz - lichid **(V_2)** pentru separarea gazelor formate din hidrocarburi ușoare combustibile și a fazei lichide alcătuite din dioxid de carbon, un schimbător de căldură cu abur **(S_1)** pentru încălzirea fazei lichide de dioxid, un separator bifazic **(V_2)** pentru separarea dioxidului de carbon în fază gazoasă de impuritățile lichide, unul sau mai multe adsorbere **(AC)** cu cărbune activ, unul sau mai multe adsorbere **(AS)** cu site moleculare, niște filtre **(F)** pentru înlăturarea particulelor de site antrenate, niște schimbătoare de căldură **(S4A ÷ S4 C)** cu diferiți agenți frigorifici, vase de expansiune **(E_1,E_2)** pentru producerea dioxidului de carbon alimentar de medie presiune și vas de depozitare **(D)** pentru acest dioxid de carbon, iar pentru cazul în care gazele de zăcământ provin de la sonde de joasă presiune este alcătuită pornind de la separatorul de impurități solide **(V_3)** din aceleași elemente constructive ca și în cazul anterior,iar până la acest vas separator **(V_3)** instalația este alcătuită din niște filtre **(F)** pentru filtrarea impurităților solide antrenate din sondă, un schimbător de căldură cu abur **(S_2)**, un separator bifazic **(V_1)**, niște regulatoare de presiune **(PC)** în vederea menținerii constante a presiunii de aspirație a unui compresor **(K)** și un schimbător de căldură **(S_3)**.

Președintele comisiei de invenții : **chim. Hăulică Mariela**

Examinator : **ing. Georgescu Mirela**

(51) Int.Cl.[6] C 01 B 31/00;



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci