

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 903 144**

51 Int. Cl.:

B01D 53/00 (2006.01)

B01D 53/22 (2006.01)

C10L 3/10 (2006.01)

F25J 3/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.11.2016 PCT/FR2016/052937**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.06.2017 WO17109305**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.11.2016 E 16809983 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.01.2022 EP 3393621**

54 Título: **Procedimiento de producción de biometano mediante la purificación de biogás de instalaciones de almacenamiento de desechos no peligrosos e instalación para la implementación del procedimiento**

30 Prioridad:

24.12.2015 FR 1563357

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
31.03.2022

73 Titular/es:

**WAGA ENERGY (100.0%)
2 Chemin du Vieux Chêne
38240 Meylan, FR**

72 Inventor/es:

**PRINCE, GUÉNAËL;
LEFEBVRE, MATHIEU;
BRIEND, PIERRE y
PAGET, NICOLAS**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 903 144 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de producción de biometano mediante la purificación de biogás de instalaciones de almacenamiento de desechos no peligrosos e instalación para la implementación del procedimiento

El objeto de la invención es un procedimiento de producción de biometano mediante la purificación de biogás de instalaciones de almacenamiento de desechos no peligrosos (ISDND). También se refiere a una instalación para la implementación de dicho procedimiento.

Más precisamente, la presente invención se refiere a un procedimiento de procesamiento al acoplar una permeación de membrana y una destilación criogénica de un flujo de gas que contiene al menos metano, dióxido de carbono, gases atmosféricos (nitrógeno y oxígeno) y contaminantes (Sulfuro de hidrógeno (H_2S) y compuestos orgánicos volátiles (COV)). El objetivo es producir una corriente gaseosa rica en metano cuyo contenido de metano cumple las necesidades de su uso y para limitar tanto como sea posible el impacto de las emisiones de metano (CH_4) en la atmósfera (gas de efecto invernadero fuerte).

La invención se refiere en particular a la purificación de biogás de instalaciones de almacenamiento de desechos no peligrosos, de aquí en adelante ISDND (Instalaciones de almacenamiento de desechos no peligrosos), con objeto de producir biometano que cumpla con la inyección en una red de gas natural o para uso local como un combustible para vehículo.

La digestión anaeróbica de desechos orgánicos presente en ISDND produce una cantidad importante de biogás a lo largo de la vida operacional entera de las ISDND y aún varios años después de cesar la operación y el cierre de las ISDND. Debido a sus constituyentes principales - metano y dióxido de carbono – el biogás es un gas de efecto invernadero poderoso; en paralelo, en el contexto de la escasez de combustibles fósiles, también es una fuente de energía renovable apreciable.

El biogás contiene diversos compuestos contaminantes y debe purificarse con objeto de ser valioso comercialmente. Existen diversos procedimientos que permiten la recuperación y purificación de biogás.

El biogás contiene predominantemente metano (CH_4) y dióxido de carbono (CO_2) en proporciones variables, que depende del procedimiento por el cual se obtiene. En el caso de biogás de ISDND, el gas contiene además una proporción de gases atmosféricos (nitrógeno y oxígeno) y en menor medida, agua, sulfuro de hidrógeno, y compuestos orgánicos volátiles (COV).

Dependiendo de la materia orgánica degradada, las técnicas utilizadas y las condiciones particulares (clima, tipología, etc.) de cada ISDND, las proporciones de los componentes del biogás difieren. No obstante, en promedio, el biogás comprende, con base en el gas seco, desde 30 hasta 60 % de metano, desde 15 % hasta 50 % de CO_2 , desde 0 hasta 30 % de nitrógeno, desde 0 hasta 6 % de oxígeno, desde 0 hasta 1 % de H_2S y unas pocas decenas hasta unos pocos miles de miligramos de COV por metro cúbico normal y un número de otras impurezas en pequeñas cantidades.

El biogás se valoriza de diferentes maneras. Este puede, después del tratamiento parcial, valorizarse cerca del sitio de producción para suministrar calor, electricidad o ambos combinados (cogeneración). El contenido de dióxido de carbono importante reduce su poder calorífico, incrementa los costes de compresión y transporte y limita el interés económico en su desarrollo para este uso cercano.

Una purificación adicional de biogás permite su uso más amplio. En particular, una purificación importante de biogás permite que se obtenga un biogás purificado con las especificaciones de gas natural y que puede sustituirse por este. El biogás purificado de esta manera se conoce como "biometano". El biometano de esta manera se agrega a los recursos de gas natural con una porción renovable producida regionalmente. Puede utilizarse para exactamente los mismos propósitos como el gas natural de origen de combustibles fósiles. Puede alimentar una red de gas natural o una estación de servicio para vehículos. También puede licuarse para almacenarse y transportarse en la forma de gas natural licuado (GNL).

Los procedimientos de valorización del biometano se determinan de acuerdo con los contextos locales: requerimientos de energía local, posibilidades de valorización como combustible de biometano, existencia cerca de redes de transporte o distribución de gas natural cercanas en particular. Creando sinergias entre las diversas partes interesadas que operan en una región (agricultores, fabricantes, autoridades públicas), la producción de biometano ayuda a las regiones para obtener mayor independencia de energía.

Deberá señalarse que, dependiendo del país, las regulaciones ambientales a menudo imponen restricciones con respecto a las emisiones atmosféricas. De hecho, es necesario implementar tecnologías que puedan limitar los impactos de los gases de efecto invernadero (CH_4) y contaminantes (H_2S y COV) contenidos en el biogás. Por lo tanto, es importante tener un alto rendimiento de CH_4 (igual, en peso, a la cantidad de CH_4 valorizado con base en la cantidad de CH_4 contenido en el biogás) y proporcionar sistemas de tratamiento para H_2S y COV que eviten las emisiones atmosféricas.

Además, un problema adicional sigue siendo la presencia de O_2 , que, durante la separación de la mezcla, puede generar una atmósfera explosiva durante las varias etapas de enriquecimiento. Este riesgo de crear una mezcla explosiva hace al biogás de descarga particularmente difícil de purificar en una manera segura y económica.

El documento US 8 221 524 B2 describe un procedimiento para el enriquecimiento de CH_4 en un gas hasta 88 % por varias etapas de reciclaje. El procedimiento consiste en comprimir el flujo de gas, luego pasarlo sobre un adsorbente para eliminar los COV. El flujo de gas luego se somete a una etapa de separación de membrana luego a una etapa de adsorción de oscilación de presión (PSA, por sus siglas en inglés). El adsorbente utilizado en la PSA es del tipo CMS (tamiz molecular de carbono) y permite que se elimine N_2 y una pequeña cantidad de O_2 .

El documento EP1979446 describe un procedimiento de purificación de biogás que consiste en eliminar H_2S , que comprime el gas, y filtrarlo para eliminar las partículas. El gas luego se somete a una etapa de separación de membrana para eliminar el CO_2 y el O_2 , secado al pasar a través de un PSA luego en varios filtros finalmente luego en un PSA de nuevo para remover N_2 . El gas se licua finalmente.

El documento US2004/0103782 describe un procedimiento de purificación de biogás que consiste en eliminar el H_2S , que comprime el gas, filtrarlo para eliminar las partículas, someterlo a una etapa de adsorción de oscilación de presión (PSA) para eliminar los COV, luego a una separación de membrana para eliminar la mayoría de CO_2 así como una fracción de O_2 .

El documento US5486227 describe un procedimiento de licuefacción y purificación para una mezcla gaseosa que consiste en someter el flujo a adsorción de oscilación de temperatura (TSA) para eliminar notablemente el H_2S , luego a adsorción de oscilación de presión (PSA) para eliminar notablemente el CO_2 , luego finalmente a una separación criogénica para eliminar el nitrógeno y para retener sólo el metano.

Los documentos US5964923 y US5669958 describen un procedimiento de tratamiento para un efluente gaseoso que consiste en deshidratar el gas, condensarlo al pasarlo a través de un intercambiador, sometiendo el gas a separación de membrana, luego a separación criogénica.

El documento US2010/077796 describe un procedimiento de purificación que consiste en someter el flujo de gas a separación de membrana, tratar el permeado en una columna de destilación, luego mezclar el gas de metano de la columna, después vaporización, con el retenido obtenido al final de la separación de membrana.

Los documentos US3989478 y FR2917489 describen sistemas criogénicos para la purificación de un flujo rico en metano. Estos dos sistemas utilizan un PSA para eliminar el CO_2 , antes de la etapa de licuefacción. En el documento US3989478, la regeneración de los PSA se lleva a cabo por medio del destilado rico en nitrógeno recolectado en la cabeza de la columna de destilación. En el documento FR2917489, la regeneración del PSA se lleva a cabo por la retirada de metano líquido en el fondo de la columna de destilación.

El documento EP0772665 describe el uso de una columna de destilación criogénica para separar el gas de mina compuesto principalmente de CH_4 , CO_2 y N_2 .

El documento WO 2013/052325 A1 describe un procedimiento de producción de metano que combina una etapa de purificación de COV utilizando un PSA, luego una etapa de separación de CO_2 utilizando un TSA y finalmente una etapa de destilación criogénica que permite que el O_2 y N_2 se eliminen. La separación de membrana hace referencia a una separación de membrana que permite eliminar el CO_2 y de esta manera se sustituye por el TSA. Esto no permite que el O_2 se elimine y por lo tanto no resuelve el problema de explosividad en la columna de destilación.

El documento WO 2011/097162 A1 describe un procedimiento de producción de biometano que contiene al menos tres etapas, que son la eliminación de COV utilizando un PSA, la eliminación de CO_2 utilizando una membrana y la eliminación de CO_2 residual utilizando un TSA. El TSA es seguido además por una unidad de licuefacción. No se proporciona purificación de O_2 , particularmente ya que el gas purificado es tratado directamente en una unidad de licuefacción.

El documento FR 2971331 A1 describe la posibilidad de implementar una destilación criogénica para separar gases atmosféricos del metano y de esta manera disminuir los riesgos ligados a la presencia de oxígeno.

- 5 Ninguno de los documentos citados permite resolver el problema de proporcionar biometano sin riesgos ligados al O₂, con una concentración de metano mayor que 95 %, una concentración de CO₂ de menos de 2,5 % y con un rendimiento de metano mayor que 85 %.

10 El problema que la invención propone resolver es aquel de proporcionar un procedimiento de purificación de biogás respetando las restricciones anteriores, es decir un procedimiento que sea seguro, con un rendimiento óptimo, produciendo biometano de alta calidad que puede sustituirse por gas natural y que respeta los estándares ambientales relativo notablemente a la destrucción de compuestos contaminantes tales como COV y compuestos que tienen un efecto de invernadero fuerte tal como CH₄. El gas de esta manera producido deberá valorizarse en forma gaseosa ya sea inyectado en una red de gas o para aplicaciones de movilidad.

15 Para resolver este problema, el Solicitante ha acoplado 4 tecnologías, respectivamente purificación de COV por medio de PSA, una primera purificación de CO₂ y de O₂ por medio de una separación de membrana, una segunda purificación de CO₂ por medio de PTSA y finalmente una purificación de N₂ y O₂ por medio de separación criogénica.

20 Más precisamente, el objeto de la invención es un procedimiento para producir biometano gaseoso por purificación de biogás de instalaciones de almacenamiento de desechos no peligrosos (ISDND) según la reivindicación 1.

De acuerdo con una alternativa que no es de acuerdo con la invención y en el resto de la descripción, el PTSA puede sustituirse por un adsorbente regenerado por eliminación bajo vacío o presión reducida.

25 En una realización preferida, el PSA es regenerado por medio del permeado de una primera separación de membrana. Del mismo modo, el PTSA es regenerado por medio del flujo rico en CH₄ o destilado rico en N₂ de la separación criogénica. El permeado de una segunda separación de membrana se oxida después de haberlo mezclado opcionalmente con el destilado rico en nitrógeno de la separación criogénica.

30 De manera ventajosa, antes de la compresión, el gas que se debe purificar se seca y luego se somete a una etapa de desulfuración.

35 La etapa de secado consiste en presurizar el gas desde 20 hasta unos pocos cientos hectopascales (500 hPa (desde 20 hasta unos pocos cientos milibares (500 mbar)) máximo relativo), además prevenir la entrada de aire en la tubería. La presurización permite llevar a cabo un secado preliminar al enfriar el biogás hasta entre 0,1 y 10 °C, para condensar el vapor de agua. El flujo de gas que sale por lo tanto tiene una presión de entre 20 y 500 hPa (entre 20 y 500 mbar) y un punto de condensación de entre 0,1 °C y 10 °C en la presión de salida.

40 La etapa de desulfuración permite asegurar la captura de H₂S con objeto de cumplir los requerimientos de calidad de la red y para evitar una degradación demasiado rápida de los materiales en el resto del proceso. Además, es importante tener una etapa de captura que fija el H₂S en una forma estable (tal como azufre sólido) para evitar cualquiera de las emisiones nocivas para la salud o el ambiente (molestia olfativa, formación de SO_x). Este tratamiento se lleva a cabo preferiblemente con carbón activado o hidróxidos de hierro en recipientes de tamaño adecuado para la cantidad de H₂S que se debe tratar. El H₂S de esta manera se transforma en azufre sólido. El flujo de gas que sale contiene en práctica
45 menos de 5 mg/Nm³ de H₂S.

De acuerdo con el procedimiento, el gas que se debe tratar luego se comprime. La compresión se lleva a cabo a una presión de entre 0,8 y 2,4 MPa (entre 8 y 24 bares). Esta presión es necesaria para permitir que las etapas posteriores se lleven a cabo y para disminuir el tamaño del equipo. La compresión ventajosamente se lleva a cabo con un compresor de tornillo lubricado. La implementación de este tipo de compresor da la posibilidad de recolectar opcionalmente el calor
50 sobre el circuito enfriamiento de aceite. En una realización preferida y como se apreciará en el resto del documento, el calor se recolecta para calentar el gas que se utilizará para regenerar el PTSA.

55 La siguiente etapa consiste en purificar el flujo de gas de COV. Con objeto de hacer esto, el flujo de gas que se debe purificar se pasa sobre al menos un adsorbente de oscilación de presión (PSA) cargado con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente los COV. Esta etapa permite purificar el biogás de COV (hidrocarburos ligeros, mercaptanos, siloxanos, etc.), que son incompatibles con los requerimientos de calidad de la red, y que ponen en riesgo de contaminar las siguientes etapas de la purificación (notablemente las membranas).

De manera ventajosa, dos PSA se utilizan a fin de ser capaces de implementar el proceso continuamente. Efectivamente, cuando el primer PSA se satura con COV, se sustituye por el segundo PSA que se ha regenerado previamente por sí mismo.

Preferiblemente, los PSA se regeneran por el permeado de la separación de membrana. Este permeado se compone principalmente de CO₂ y tiene un contenido de CH₄ muy bajo. En la práctica, el flujo de gas en la salida de regeneración se oxida. En una realización ventajosa, se mezcla de antemano con el destilado rico en N₂ de la separación criogénica, la mezcla luego se oxida. Alternativamente, el flujo de gas en la salida de regeneración del PSA y el destilado rico en N₂ de la separación criogénica se oxidan separadamente.

En la siguiente etapa del procedimiento de la invención, el CO₂ se elimina del flujo de gas. Para hacer esto, el flujo de gas reducido en COV que sale del PSA se somete a al menos una separación de membrana para separar parcialmente el CO₂ y O₂ del flujo de gas. Más precisamente, la separación de membranas selectiva permite una primera purificación efectiva del biogás que se realiza separando una parte grande del CO₂ (más de 90 %) así como una parte del O₂ (alrededor de 50 % y generalmente al menos 30 %, ventajosamente entre 30 y 70 %). Los rendimientos de la separación de membrana en relación con el CO₂ y el O₂ dependerán de la permeabilidad de la membrana en relación con estos gases. Una persona experimentada en la técnica será capaz de seleccionar la membrana que cumple los objetivos anteriores. En particular, de manera ventajosa, se elegirán las membranas de poliimida. La purificación de membrana puede componerse de 1, 2, 3 o 4 etapas de membranas dependiendo de las características del biogás. Esta etapa permite que se produzca un gas con menos de 3 % de CO₂ y con un rendimiento de CH₄ mayor que 90 %.

En una realización particular, dos separaciones de membrana sucesivas se llevan a cabo. Más específicamente:

- el flujo de gas reducido en COV que sale del PSA se somete a una primera separación de membrana,
- el PSA es regenerado por medio del permeado de la primera separación de membrana,
- el retenido de la primera separación se somete a una segunda separación de membrana,
- el permeado de la segunda separación de membrana se reintroduce precedente a la compresión.

La recirculación del permeado de la segunda separación de membrana, que todavía contiene CO₂ y CH₄, mejora de esta manera el rendimiento de CH₄. En la práctica, el permeado se reintroduce entre el recipiente de desulfuración y el compresor.

La siguiente etapa en el proceso de la invención consiste de llevar a cabo una purificación adicional del CO₂ todavía presente en el flujo de gas. Efectivamente, la separación de membrana solo no es suficiente para lograr un contenido de CO₂ en el gas purificado de 50 ppm antes de la etapa de separación criogénica. El valor de 50 ppm constituye el valor límite arriba del cual existe un riesgo de formar cristales de CO₂, que pueden bloquear los intercambiadores criogénicos.

Esta etapa se lleva a cabo por un PTSA. La elección de un PTSA permite que el tamaño del recipiente y los tiempos de ciclo se reduzcan.

El adsorbente notablemente se seleccionará del grupo que comprende zeolitas.

De manera ventajosa, 2 PTSA se utilizan para ser capaces de implementar el proceso continuamente. Efectivamente, cuando el primer PTSA se satura con CO₂, se sustituye por el segundo PTSA que se ha regenerado previamente por sí mismo.

La manera de regenerar los PTSA depende de la naturaleza líquida o gaseosa del producto final valorizado, rico en metano final.

Cuando el procedimiento apunta a valorizar el metano en forma líquida, que no es objeto de la invención, los PTSA pueden regenerarse por medio de un caudal de nitrógeno que resulta de la vaporización de una fuente externa del nitrógeno líquido. El vapor es en este caso producido al enfriar el flujo de gas reducido en CO₂, que sale del PTSA. Esta realización, aunque es capaz de implementarse, no es óptima ya que requiere una fuente adicional de nitrógeno líquido.

El procedimiento encuentra interés adicional cuando intenta producir metano en forma gaseosa. Bajo estas condiciones:

- el flujo rico en CH₄ de la separación criogénica se vaporiza,
- los PTSA se regeneran utilizando un flujo de gas rico en CH₄ vaporizado.

Ya sea dentro del alcance de producir metano gaseoso, otra alternativa consiste de regenerar los PTSA por el destilado rico en N₂ de la separación criogénica, donde este destilado puede mezclarse con nitrógeno vaporizado utilizado para enfriar la cabeza de la columna por vaporización de nitrógeno líquido viniendo de una fuente externa.

- 5 De manera ventajosa, el calor generado al comprimir el flujo de gas inicial se recolecta para precalentar el flujo de gas utilizado para regenerar el PTSA. El precalentamiento de esta manera permite que la temperatura del flujo de gas se incremente por 30 hasta 40 °C a un valor de 80 hasta 90 °C.

- 10 El flujo de regeneración de PTSA puede por lo tanto ser el flujo de gas rico en CH₄ vaporizado o el destilado rico en N₂ de la separación criogénica, el último estando opcionalmente mezclado en la columna con el nitrógeno vaporizado utilizado para enfriar la cabeza de la columna.

- 15 Los PTSA se dimensionan para evitar que el biometano producido contenga más de 2,5 % de CO₂ con objeto de garantizar una calidad compatible con los requerimientos para la comercialización.

- La siguiente etapa del procedimiento de la invención consiste en separar el nitrógeno y el O₂ luego recolectar el flujo rico en CH₄ que resulta de esta separación. Para hacer esto, el flujo de gas reducido en CO₂ que sale del PTSA se somete a una separación criogénica en una columna de destilación.

- 20 En una primera realización que no forma parte de la invención, el producto final, es decir, el flujo rico en metano, se recolecta en estado líquido.

Bajo estas condiciones:

- 25 - el flujo de gas reducido en CO₂ se enfría,
- el flujo enfriado se envía a la columna de destilación,
- el líquido rico en metano se extrae de la columna de destilación.

- 30 El flujo se enfría dentro de un intercambiador de calor con contacto con una fuente externa de nitrógeno líquido por ejemplo.

Según la invención, el producto final, es decir, el flujo rico en metano, se recolecta en estado gaseoso.

Bajo estas condiciones y según una característica esencial:

- 35 - el flujo de gas reducido en CO₂ se enfría por intercambio de calor con el CH₄ líquido extraído de la columna de destilación,
- el flujo de gas enfriado resultante se envía a la columna de destilación,
- el líquido rico en metano se extrae de la columna de destilación,
40 - el líquido rico en metano se vaporiza por intercambio de calor con el flujo de gas reducido en CO₂ que proviene del PTSA.

- 45 Otro objeto de la invención es una instalación para producir biometano gaseoso mediante la purificación de biogás de instalaciones de almacenamiento de desechos no peligrosos (ISDND) implementando el procedimiento descrito anteriormente.

En una realización particular, la instalación comprende:

- 50 - una fuente de biogás,
- un compresor capaz de comprimir el biogás a una presión de 0,8 y 2,4 MPa (8 y 24 bares),
- 2 adsorbentes, ventajosamente PSA cargado con adsorbentes capaces de adsorber de manera reversible los COV,
- 2 etapas de membranas de separación capaces de separar parcialmente el CO₂ y el O₂ del flujo de gas,
- 2 adsorbentes, ventajosamente PTSA cargados con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente la mayoría del CO₂ que permanecen en el flujo de gas,
55 - un intercambiador de calor capaz de enfriar el flujo de gas reducido en CO₂ y de vaporizar el líquido (69) rico en metano,
- una columna de destilación.

- 60 Los elementos que constituyen la instalación están en comunicación fluida por medio de tuberías apropiadas.

La invención y los beneficios resultantes se volverán claros del siguiente ejemplo soportado por la figura anexa 1.

La Figura 1 es una representación esquemática de una instalación de la invención de acuerdo con una realización particular.

- 5 De acuerdo con esta realización particular, el procedimiento de la invención tiene como objetivo producir biometano gaseoso mientras optimiza el gasto de energía tanto como sea posible.

10 La instalación comprende una fuente de biogás que se debe tratar (1), una unidad de secado (2), una unidad de desulfuración (3), una unidad de compresión (4), una unidad de purificación de COV (5), una primera unidad de purificación de CO₂ (6), una segunda unidad de purificación de CO₂ (7), una unidad de criodestilación (8), una unidad de almacenamiento de nitrógeno líquido (9), una unidad de oxidación (10) y finalmente una unidad de recuperación de gas de metano (11). Todos los aparatos se conectan uno con el otro por tubos.

15 La unidad de secado (2) comprende un supresor (12), un intercambiador de calor (13) y un frasco separador (14). Como ya se mencionó, esta etapa permite al gas presurizarse desde 20 hasta unos pocos cientos hectopascales (500 hPa (desde 20 hasta unos pocos cientos milibares (500 mbar) máximo relativo). El enfriamiento del gas entre 0,1 y 10 °C permite su secado. El flujo de gas que sale (15) por lo tanto tiene una presión de entre 20 y 500 hPa (entre 20 y 500 mbar) y un punto de condensación de entre 0,1 °C y 10 °C en la presión de salida.

20 La unidad de desulfuración (3) está en la forma de un tanque (16) cargado con carbón activado o hidróxidos de hierro. Esta unidad permite capturar el H₂S y transformarse en azufre sólido. El flujo de gas que sale (17) contiene en la práctica menos de 5 mg/Nm³ de H₂S.

25 La unidad de compresión (4) está en la forma de un compresor de tornillos lubricados (18). Este compresor comprime el flujo de gas (17) a una presión de entre 0,8 y 2,4 MPa (entre 8 y 24 bares). La unidad comprende además un módulo (19) para recuperar el calor generado por el circuito de enfriamiento de aceite. El flujo que sale se muestra en la Figura 1 como referencia (20).

30 La unidad de purificación de COV (5) comprende 2 PSA (21, 22). Se cargan con adsorbentes específicamente seleccionados para permitir la adsorción de los COV, y la última desorción durante la regeneración. Los PSA funcionan en modo de producción y regeneración alternativamente.

35 En modo de producción, los PSA (21, 22) se suministran con flujo de gas en su parte inferior. El tubo en el cual el flujo de gas (20) circula se divide en dos tubos (23, 24), cada uno equipado con una válvula (25, 26) y suministrando la parte inferior del primer PSA (21) y del segundo PSA (22) respectivamente. Las válvulas (25, 26) se cerrarán alternativamente dependiendo del nivel de saturación de los PSA. En la práctica, cuando el primer PSA se satura con COV, la válvula (25) se cierra y la válvula (26) se abre para iniciar la carga del segundo PSA (22). De la parte superior de cada uno de los PSA conduce a un tubo (27 y 28) respectivamente. Cada uno de ellos se divide en 2 tubos (29, 30) y (30, 31) respectivamente. El flujo purificado por COV que viene del primer PSA que circula en la tubería (29) mientras que el flujo purificado por COV que viene del segundo PSA circula en el tubo (31). Los dos tubos se unen a fin de formar un tubo sencillo (51) suministrando la unidad de purificación CO₂ (6).

45 En modo de regeneración, el gas regenerado circula en los tubos (30, 32). Esto emerge en la parte inferior del PSA. De esta manera, un tubo (33) equipado con una válvula (35) se conduce desde el primer PSA (21). Un tubo (34) equipado con una válvula (36) se conduce desde el segundo PSA (22). Los tubos (33, 34) se unen precedente a las válvulas (35, 36) para formar un tubo común (37). Este tubo se conecta a la unidad de oxidación (10).

50 La primera unidad de purificación de CO₂ (6) combina dos etapas de separación de membrana (38, 39). Las membranas se seleccionan para permitir la separación de alrededor de 90 % del CO₂ y alrededor de 50 % del O₂.

55 El permeado cargado con CO₂, O₂ y una proporción muy pequeña de CH₄ que proviene de la primera separación de membrana se utiliza para regenerar los PSA (21, 22). Esto circula en el tubo (40) luego alternativamente en los tubos (30, 32) dependiendo del modo de operación de los PSA. El retenido de la primera separación luego se dirige hacia la segunda separación de membrana (39). El permeado de la segunda separación de membrana se recicla por medio de un tubo conectado al circuito principal precedente al compresor (18). Esta etapa permite producir un gas (42) con menos de 3 % de CO₂ y con un rendimiento de CH₄ mayor que 90 %.

60 La segunda unidad de purificación de CO₂ (7) combina 2 PTSA (43, 44). Se cargan con adsorbentes tipo zeolita. Están cada uno conectados a los tubos de acuerdo con un modelo idéntico a aquel de los PSA descritos previamente. También funcionan de acuerdo con un modo de producción o un modo de regeneración. En modo de producción, el flujo de gas (42) alternativamente suministra los PTSA (43, 44) por medio de tubos (45, 46) cada uno equipado con una válvula (47,

48). El flujo de gas purificado por CO₂ del PTSA (43) luego circula en el tubo (49). El flujo de gas purificado con CO₂ del PTSA (44) luego circula en el tubo (50). Los dos tubos (49, 50) se conectan a un tubo sencillo (52) conectado en la siguiente unidad.

5 En modo de regeneración, el gas regenerado circula en los tubos (53, 54). Esto emerge en la parte inferior de los PTSA. De esta manera, un tubo (55) equipado con una válvula (56) se conduce desde el primer PTSA (43). Un tubo (57) equipado con una válvula (58) se conduce desde el segundo PTSA (44). Los tubos (55, 57) se unen precedente a las válvulas (56, 58) para formar un tubo común (59). Este tubo se conecta a la unidad de recuperación del gas metano (11).

10 La unidad de criodestilación (8) se suministra por el tubo (52) en el cual circula el gas que se debe purificar. Esta contiene 3 elementos: un intercambiador de calor (60), un evaporador (61), una columna de destilación (62).

15 El intercambiador (60) es un intercambiador de placas soldadas con acero inoxidable o aluminio. Este enfría el flujo de gas (52) por intercambio térmico con el flujo de metano líquido (69) retirado de la columna de destilación (62). El flujo de gas (52) está parcialmente licuado (63). El flujo de 2 fases (63) asegura la evaporación del evaporador de recipiente (61) de la columna (62) y el calor producido (64) se transfiere al recipiente de columna (62). El flujo (63) se enfría en el evaporador (61) y parcialmente se condensa (65). El fluido parcialmente condensado (65) se mantiene por medio de una válvula (66) a una presión de entre 0,11 y 0,5 MPa (entre 1,1 y 5 bares) absolutos. El fluido luego en el estado líquido (67) se envía a la cabeza de la columna (62). La temperatura debe ser mayor que 90,7 K para evitar la solidificación del metano.

20 El líquido (67) luego se separa en la columna (62) para formar un gas (68) por medio del condensador (71). El enfriamiento del condensador (71) se asegura al cargarse con nitrógeno líquido que proviene de una fuente externa (9). El nitrógeno líquido se transforma en nitrógeno vaporizado (72). El gas (68) proporciona su energía fría en el intercambiador (60) en contacto con el flujo de gas (52) que proviene de los PTSA (43, 44). El flujo de gas obtenido (70) cargado con CO₂ y O₂ se envía a la unidad de oxidación (10). En la realización ilustrada, el flujo de gas (70) se oxida en una unidad de oxidación común (10) con el flujo (37) que resulta de la regeneración de los PSA, cargado con CO₂, O₂ y COV. Alternativamente, la oxidación se lleva a cabo en unidades separadas.

30 En otra realización no mostrada, el destilado rico en N₂ (68) de la separación criogénica se mezcla con el nitrógeno vaporizado (72) utilizado para enfriar la cabeza de la columna (62) para regenerar los PTSA.

35 El líquido (69) del recipiente de la columna de destilación (62) se envía al evaporador (61) donde se vaporiza parcialmente. El gas formado (64) se envía al recipiente de columna (62). El líquido restante (69) se vaporiza en el intercambiador (60) para formar un gas metano puro (73).

40 En la realización mostrada, el flujo de gas (73) se utiliza para regenerar los PTSA (43, 44). El flujo (73) se precalienta además gracias al calor generado por el circuito de enfriamiento de aceite del compresor (18), que se transfiere del módulo (19) por medio de un tubo (74).

De acuerdo con el procedimiento ilustrado, el metano gaseoso se recolecta después de regenerar los PTSA.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de producción de biometano gaseoso mediante la purificación de biogás de instalaciones de almacenamiento de desechos no peligrosos (ISDND), según el cual:
 - el flujo de gas inicial se comprime,
 - el flujo de gas que se debe purificar se introduce en al menos un adsorbente cargado con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente los COV,
 - el flujo de gas reducido en COV que sale del adsorbente cargado con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente los COV se somete a al menos una separación de membrana que implementa 1 hasta 4 etapas de membrana cuya permeabilidad separa más de 90 % del CO₂ y al menos 30 % del O₂ del flujo de gas,
 - el retenido de la separación de membrana se introduce en al menos un adsorbente de oscilación de temperatura y de presión cargado con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente la mayoría del CO₂ restante,
 - el flujo de gas reducido en CO₂ que sale del adsorbente cargado con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente la mayoría del CO₂ restante se somete a una separación criogénica en una columna de destilación para separar el O₂ y el N₂ del flujo de gas, según la cual:
 - o se enfría el flujo de gas reducido en CO₂ por intercambio de calor con el CH₄ líquido retirado de la columna de destilación,
 - o se envía el flujo de gas enfriado de esta manera a la columna de destilación,
 - o se retira el líquido rico en metano de la columna de destilación,
 - o se vaporiza el líquido rico en metano por intercambio de calor con el flujo gaseoso reducido en CO₂ que proviene del PTSA.
2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que se regenera el adsorbente cargado con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente los COV por medio del permeado de la separación de membrana.
3. El procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que:
 - el flujo de gas reducido en COV que sale del adsorbente cargado con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente los COV se somete a una primera separación de membrana,
 - el adsorbente cargado con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente los COV es regenerado por medio del permeado de la primera separación de membrana,
 - el retenido de la primera separación se somete a una segunda separación de membrana,
 - el permeado de la segunda separación de membrana se reintroduce precedente a la compresión.
4. El procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el o los adsorbente(s) de oscilación de temperatura y de presión cargado(s) con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente la mayoría del CO₂ restante se regenera(n) por medio del flujo de gas rico en CH₄ vaporizado.
5. El procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el adsorbente de oscilación de temperatura y de presión cargado con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente la mayoría del CO₂ restante se regenera con el destilado rico en N₂ de la separación criogénica.
6. El procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la cabeza de la columna de destilación se mantiene fría por vaporización de nitrógeno líquido de una fuente externa.
7. El procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 5 y 6, caracterizado por que en la columna, el destilado rico en N₂ de la separación criogénica se mezcla con el nitrógeno vaporizado utilizado para enfriar la cabeza de la columna, y a continuación el adsorbente cargado con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente la mayoría del CO₂ restante se regenera con dicha mezcla.
8. El procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que se oxida el flujo de gas de la regeneración del adsorbente cargado con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente los COV.
9. El procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que se oxida el destilado rico en N₂ de la separación criogénica.
10. El procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 8 y 9, caracterizado por que los 2 flujos de gas se mezclan antes de la oxidación.

11. El procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por que el calor generado por la compresión del flujo de gas inicial se recolecta para precalentar el flujo de gas utilizado para regenerar el adsorbente cargado con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente la mayoría del CO₂ restante.
- 5 12. El procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la etapa de compresión se precede por una etapa de desulfuración.
13. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12, caracterizado por que antes de la etapa de desulfuración, el flujo de gas se seca.
- 10 14. Una instalación para la producción de biometano mediante la purificación de biogás de instalaciones de almacenamiento de desechos no peligrosos (ISDND) que implementa el procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes.
- 15 15. La instalación para la producción de biometano mediante la purificación de biogás de instalaciones de almacenamiento de desechos no peligrosos (ISDND) de acuerdo con la reivindicación 14, que comprende sucesivamente:
- 20 - una fuente de biogás (1)
 - un compresor (18) capaz de comprimir el biogás a una presión de 0,8 y 2,4 MPa (8 y 24 bares),
 - 2 adsorbentes (21, 22) cargados con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente los COV,
 - 2 etapas de membrana de separación (38, 39) capaces de separar parcialmente el CO₂ y el O₂ del flujo de gas,
 - 2 adsorbentes (43, 44) de oscilación de temperatura y de presión cargados con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente la mayoría del CO₂ restante en el flujo de gas,
- 25 - un intercambiador de calor (60) capaz de enfriar el flujo de gas reducido en CO₂, y de vaporizar el líquido (69) rico en metano,
 - una columna de destilación (62).
- 30 16. El procedimiento o instalación de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el adsorbente cargado con adsorbentes capaces de adsorber reversiblemente los COV es un adsorbente de oscilación de presión (PSA).

FIG.1

