



NORGE

(12) **PATENT**

(19) **NO**

(11) **312819**

(13) **B1**

(51) **Int Cl⁷ B 01 D 53/14, C 07 C 7/11**

Patentstyret

(21) Søknadsnr	19961545	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	
(22) Inng. dag	1996.04.18	(85) Videreføringdag	
(24) Løpedag	1996.04.18	(30) Prioritet	1995.04.19, FR, 9504778
(41) Alm. tilgj.	1996.10.21		
(45) Meddelt dato	2002.07.08		

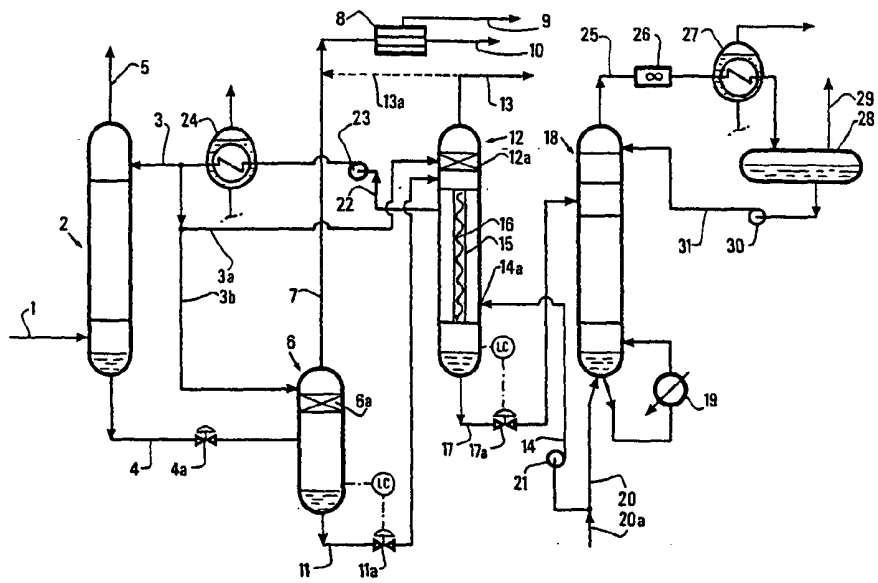
(71) Patenthaver	Institut Français du Pétrole, 1 & 4, avenue du Bois-Préau, F-92852 Rueil-Malmaison Cedex, FR
(72) Oppfinner	Ari Minkinen, Saint Nom la Breteche, FR Joseph Larue, Chambourcy, FR Pierre Capron, Briey, FR
(74) Fullmektig	Bryn & Aarflot AS, 0104 Oslo

(54) **Benevnelse** **Fremgangsmåte og anordning for fjerning av minst én sur gass fra naturgass ved hjelp av et løsemiddel**

(56) **Anførte publikasjoner** EP A 528709, US 4979966, NO B 173540

(57) **Sammendrag**

Fremgangsmåte som omfatter et kaldt absorpsjonstrinn 2 for naturgass ved anvendelse av en løsningsmiddelfase ved et trykk P_2 som leverer en rensset gass 5, et trinn for trykkavlastning og separering av en sur løsningsmiddelfase som inneholder hydrokarboner (ledninger 4, 11) ved et trykk P_{12} som er lavere enn trykk P_2 , i en kolonne-varmeveksler 12 som leverer et rensset, gassformig avløp 13 overhead og en ytterligere løsningsmiddelfase ved bunnen (ledning 17), som er anrikt på hydrogensulfid, og et løsningsmiddelfase-regenereringstrinn utført i en destillasjonskolonne 18 ved et trykk P_{18} som ikke er høyere enn trykk P_{12} . En gass 29 som inneholder i alt vesentlig hydrogensulfid som er utarmet på hydrokarboner, blir gjenvunnet fra kolonne, og er passende mating for et Claus-anlegg for fjerning av H_2S . Den regenererte, varme løsningsmiddelfase 20 veksler indirekte varme med den kalde, sure løsningsmiddelfase fra absorber 2 eller separator 6. Den blir deretter resirkulert til absorbenten etter avkjøling. Anvendelse for fjerning av sure gasser fra naturgass.



Oppfinnelsen vedrører en fremgangsmåte for behandling av en gassformig føde som inneholder hydrogensulfid eller som inneholder hydrogensulfid og karbondioksyd. Den vedrører også et apparat for utførelse av fremgangsmåten.

5 Fremgangsmåten er anvendbar på vannbehandlet gassformig føde som inneholder praktisk talt intet mer karbondioksyd.

Fremgangsmåten er spesielt anvendelig på behandling av naturgass som inneholder en vesentlig mengde av hydrogensulfid og karbondioksyd, spesielt når en foreløpig behandling har fjernet hoveddelen av sistnevnte. De sure gasser, som er konsentrert under forhåndsbehandlingen, kan reinjiseres inn i brønnen, som be-
10 skrevet i fransk patentsøknad FR 93/15675.

For å kunne selge en gass som inneholder mindre enn 3 ppm i volum av hydrogensulfid, må det anvendes separasjonsteknikker som må være selektive overfor en slik gift, siden samtidig fjerning av karbondioksyd og hydrogensulfid ikke krever de samme renhetsgrenser. 2-4 volum% CO₂ tolereres i en gass som er
15 ment for salg. Dette kan oppnås ved å anvende en fremgangsmåte med to trinn, ett trinn for delvis redusering av syreinnholdet ved anvendelse av en membran-separasjonsprosess, fulgt av et vasketrinn for den delvis rensede gass hvor det anvendes et selektivt amin eller løsningsmiddel. Selektive membraner er kjent for å tillate diffusjon av H₂S og CO₂ lettere enn hydrokarbonene (spesielt metan) som
20 inneholdes i naturgass. Denne tilsynelatende enkle prosess har alvorlige mangler, spesielt når den H₂S-rike, sure gass skal reinjiseres i reservoaret ved høyt trykk.

Hovedulempen ved forhåndsbehandling ved hjelp av membran-gjennomtrengning beror på det faktum at det H₂S- og CO₂-rike permeat må bli gjenvunnet nedstrøms for membranen ved et svært lavt trykk for at prosessen skal være
25 effektiv. Av dette følger at hvis gassen hverken brennes eller sendes til en svovel-gjenvinningsenhet, så må den bli rekomprimert til trykket i reservoaret, noe som fører til høye rekompresjonskostninger og høyt energiforbruk.

En annen ulempe ved membran-gjennomtrengningsprosessen kommer av det faktum at membranen ikke er helt ut selektiv for sure gasser, siden en betydelig
30 mengde av metan kan diffundere inn i permeatet. Tapet av markedsførbart metan kan være så høyt som 10-15% av den innførte føde.

Fransk patent FR-A-2 605 241, som herved inkorporeres ved referanse, beskriver en fremgangsmåte for behandling av en gass som inneholder hydrokarboner, CO₂ og H₂S ved hjelp av et løsningsmiddel som er blitt avkjølt, f.eks.
35 metanol, i nærvær av vann. Den er basert på prinsippet med absorpsjon av sure gasser ved nevnte løsningsmiddel.

Kontakt effektueres ved lav temperatur i en absorpsjonskolonne, og løsningsmidlet blir da varmt regenerert ved lavt trykk i en regenerator som er en

destillasjonskolonne. Ved å variere mengden av løsningsmiddel i absorpsjonskolonnen får man en rensset gass med den ønskede spesifisering.

Imidlertid ko-absorberer løsningsmidlet en vesentlig mengde av hydrokarboner, og de sure gasser som frigjøres etter regenerering, inneholder alt for meget hydrokarbon og CO₂ til at gassen kan anvendes som føde for et Claus-anlegg for gjenvinning av svovel og således for at H₂S skal bli fullstendig fjernet som elementært svovel.

Videre er derfor den kjøle-energi meget høyere som kreves for å kondensere løsningsmidlet som inneholdes i over topp-avløpet fra destillasjonskolonnen (regenerering), som virker som en reflux. Endelig observeres fall i gassproduksjonen.

Teknikkens stand er også illustrert i EP-A-0 528 709, EP-A-0 362 023, US-A-4 149 857, FR-A-2 479 701 og US-A-4 444 571.

Et første mål med oppfinnelsen er å overvinne de ulemper som er nevnt ovenfor, slik at man kan være i stand til å behandle den sure gass som forlater kjøletårnet, ved anvendelse av et Claus-anlegg.

Et ytterligere mål med oppfinnelsen er å valorisere den sure gass som inneholdes i løsningsmidlet i størst mulig grad.

Vi har vist at å sirkulere løsningsmiddelfasen som gjenvinnes fra absorberer til minst én separasjonssone ved et trykk som er lavere enn trykket i absorberer, muliggjør hydrokarbonene å bli fordampet og at hoveddelen kan bli gjenvunnet som brenselgass før løsningsmiddelfasen regenereres.

Mer nøyaktig vedrører oppfinnelsen en fremgangsmåte for behandling av et gassformig føde som inneholder en blanding av hydrokarboner, hydrogensulfid og eventuelt karbondioksyd, som omfatter:

- et trinn (a) for kontakt ved et trykk P₂ med minst en del av en resirkulert polar løsningsmiddelfase som inneholder minst 50% av et løsningsmiddel i minst én absorpsjonssone (2), idet nevnte løsningsmiddel er et ikke-hydrokarbon-organisk løsningsmiddel som normalt er flytende, annet enn vann, idet løsningsmidlet er minst delvis blandbart med vann og kan destilleres ved en temperatur som er lavere enn destillasjonstemperaturen for vann, for å oppnå en rensset gass som inneholder hoveddelen av hydrokarbonene og som inneholder i alt vesentlig intet hydrogensulfid og en første flytende fase som omfatter løsningsmidlet, de gjenværende hydrokarboner, i alt vesentlig alt hydrogensulfidet og eventuelt i alt vesentlig alt karbondioksydet;
- et trinn (c) for regenerering av løsningsmiddelfasen i minst én destillasjonskolonne (18); og

- et trinn (d) for resirkulering og avkjøling av løsningsmidlet som er regenerert i absorpsjonssonen (2);

og fremgangsmåten er karakterisert ved at:

i et trinn (b), etter trinn (a), blir den første væskefase trykkavlastet til et trykk P_{12} , som er lavere enn trykk P_2 , og blir oppvarmet i minst én kolonne-varmeveksler (12), som er vertikal eller skråstilt, som indirekte veksler varme i sin innvendige del med en motstrøm av den oppvarmede regenererte løsningsmiddelfase fra trinn (c) og en andre gassfase blir gjenvunnet over topp, som inneholder i alt vesentlig alle de gjenvunnede hydrokarboner og hoveddelen av eventuelt karbondioksyd som inneholdes i den gassformige føde, og en andre oppvarmet væskefase blir gjenvunnet fra bunnen som inneholder løsningsmidlet, hoveddelen av hydrogensulfidet og eventuelt en mindre del av eventuelt karbondioksyd; i regenereringstrinn (c) blir løsningsmiddelfasen regenerert ved sirkulering av den annen væskefase, etter trykkavlastning om nødvendig, i en destillasjonskolonne (18) ved et trykk P_{18} som ikke er større enn trykk P_{12} i kolonne-varmeveksler (12), og minst en del av en tredje sur gassfase som inneholder hoveddelen av hydrogensulfidet og eventuelt gjenværende karbondioksyd blir gjenvunnet over topp, og den regenererte oppvarmede løsningsmiddelfase blir gjenvunnet fra bunnen, idet fremgangsmåten er ytterligere kjennetegnet ved at den oppvarmede regenererte løsningsmiddelfase blir avkjølt i den innvendige del av kolonne-varmeveksleren og løsningsmiddelfasen blir gjenvunnet som er resirkulert under trykk til absorpsjonssonen (2) etter avkjøling i overensstemmelse med trinn (d).

Regenerering av løsningsmiddelfasen ved høy temperatur etter fjerning av hydrokarbonene betyr at en sur gass gjenvinnes som inneholder i alt vesentlig hydrogen, som kan bli fjernet ved å innføre gassen i et Claus-anlegg for behandling av svovelholdige, gassformige avløp.

Det kan være fordelaktig, før trykkavlastings- og oppvarmingstrinnet (b)-før den første væskefase som inneholder løsningsmidlet, gjenværende hydrokarboner, i alt vesentlig hydrogensulfidet og i alt vesentlig alt av eventuelt karbondioksyd i føden, å utføre en foreløpig trykkavlastning av den første væskefase til et trykk P_6 som er lavere enn trykk P_2 i absorpsjonssonen i minst én intermedieær separator (6), fra hvilken en medieær gassfase, betegnet flash-gassen, blir gjenvunnet over topp, omfattende i alt vesentlig hydrokarboner, en liten mengde hydrogensulfid og eventuelt karbondioksyd, og en væskefase gjenvinnes fra bunnen som inneholder løsningsmidlet, hoveddelen av eventuelt karbondioksyd og i alt vesentlig alt hydrogensulfidet som er behandlet i overensstemmelse med trinn (b).

Det foreløpige trykkavlastningstrinn er generelt en enkel trykkavlastning, som f.eks. utføres ved anvendelse av en dam-ventil eller en trykkavlastnings-turbin i en konvensjonell intermedieær separator, fra hvilken en gassfraksjon som er praktisk talt tørr (flash-gass), som inneholder 50 vekt% hydrokarboner med hensyn til nevnte fraksjon f.eks., blir gjenvunnet. Kvaliteten på brenselgassen er god.

Enten gassfasen fra kolonne-utveksleren eller flash-gassen eller en blanding av de to blir fordelaktig sirkulert til en membranseparator for å gjenvinne et retentat som er rikt på hydrokarboner og bare inneholder spor av hydrogensulfid og et surt permeat som er rikt på H_2S og eventuelt CO_2 (av størrelsesorden f.eks. noen få prosent).

Generelt blir trykkavlastning av den første væskefase, med eller uten intermedieær separering, utført ved anvendelse av minst én trykkavlastnings-ventil eller trykkavlastnings-turbin til et trykk ved hvilket mengden av hydrogensulfid i det gassformige avløp som blir tatt over topp fra nedstrøms-separatoren, blir minimalisert.

I en første variant er trykket P_{12} i kolonne-varmeveksleren ikke høyere enn trykket P_6 i den intermedieære separator.

I en ytterligere variant er det høyere enn trykket P_6 i den intermedieære separator, men forblir lavere enn trykket P_2 i absorpsjonssonen. I dette tilfelle må en pumpe bli innført i overføringslinjen.

I hver av disse varianter må trykket av væskefasen enten bli hevet eller redusert ved anvendelse av en pumpe.

I et ytterligere trekk av oppfinnelsen er trykket P_6 i den intermedieære separator fordelaktig i området 10-50 bar, fortrinnsvis i området 15-30 bar.

Fordelaktige betingelser for kolonne-varmeveksleren er som følger:

- Trykk (P_{12}): 8-40 bar, fortrinnsvis 10-20 bar;
- Antall teoretiske bunner: 5-15;
- Rør- og skall- eller plate-varmeveksler.

Fordelaktige betingelser for destillasjonskolonnen (regenerering) for løsningsmiddelfasen er som følger:

- Trykk (P_{18}) lavere enn trykket P_{12} i kolonne-varmeveksleren, mer spesielt lavere enn 15 bar og fortrinnsvis i området 2-6 bar;
- Bunntemperatur: 100-150°C;
- Antall teoretiske bunner: 10-20 bunner.

Løsningsmiddelfasen inneholder generelt minst 50%, fortrinnsvis 70-80%, av minst ett løsningsmiddel, idet resten er vann. Løsningsmidlet blir generelt valgt fra gruppen som utgjøres av metanol, etanol, metylpropyleter, etylpropyleter, di-propyleter, metyl-tert-butyleter, dimetoksymetan, etanol, metoksyetanol og propanol.

Metanol er det foretrukne løsningsmiddel.

Den anbefalte mengde løsningsmiddel er generelt en funksjon av vanninnholdet i løsningsmidlet og spesielt av mengden av sur gass. Den er fordelaktig i området 0,8-3,5, som utgjør et godt kompromiss for begrensning av ko-absorpsjon av hydrokarboner og energiforbruk.

Gassen som skal behandles blir generelt innført i absorpsjonssonen ved et trykk på under 150 bar ved en temperatur på +10 til -100°C. Partialtrykket for hydrogensulfid og karbondioksydet, hvis det inneholdes noe, som f.eks. i naturgass, er høyere enn 3 bar, fortrinnsvis høyere enn 10 bar.

For å redusere H₂S-innholdet i den intermediære gassfase (flash-gassen) eller i den annen gassfase, utføres et gassfase-vasketrinn fordelaktig ved at det anvendes en porsjon av den regenererte og avkjølte løsningsmiddelfase i en vaskesone som inneholder en passende pakking (formede elementer f.eks.) plassert over topp for hhv. den intermediære separator eller kolonne-varmeveksleren.

Oppfinnelsen vedrører også et apparat for behandling av en gassformig føde som inneholder hydrokarboner, hydrogensulfid og eventuelt karbondioksyd, omfattende minst én absorber (2) som inneholder en pakking eller plater, en ledning (1) for tilførsel av en mating til bunnen av absorberen og en evakueringsledning (4) for en første væskefase fra bunnen av absorberen, en over topp-evakueringsledning (5) for rensset føde fra absorberen og en ledning (22) for tilførsel av en løsningsmiddelfase til toppen av absorberen, minst én destillasjonskolonne (18) for løsningsmiddelfasen, som omfatter en over topp-evakueringsledning for en gassformig, sur fase og minst ett resirkulerings-hjelpemiddel (20, 21) ved bunnen og minst ett hjelpemiddel (24) for avkjøling av den regenererte løsningsmiddelfase som er rettet mot absorberen (2); idet apparatet er kjennetegnet ved at det omfatter

- minst ett trykkavlastnings-hjelpemiddel (4a) beliggende i evakueringsledningen (4) for den første væskefase oppstrøms for en kolonne-varmeveksler (12), som beskrevet nedenunder;
- minst én kolonne-varmeveksler (12) med et dobbelt kammer, som i alt vesentlig er vertikalt eller skråstilt med et øvre side-innløp forbundet med trykkavlastnings-hjelpemidlet (4a), omfattende ved sitt indre indirekte varmeveksler-hjelpemiddel (16) for avkjøling av en regenerert løsningsmiddelfase i et første kammer og for oppvarming og separering av den første væskefase i et annet kammer, idet kolonne-varmeveksleren omfatter en over topp-evakueringsledning (13) for en annen gassfase som er anrikt på hydrokarboner og en bunn-evakueringsledning (17) for en annen væskefase, idet varmeveksler-hjelpemidlet (15) omfatter et nedre side-innløp (14a), som

slipper varmt, regenerert løsningsmiddel inn i det første kammer, og et øvre side-utløp (22), som slipper avkjølt, regenerert løsningsmiddel fra det første kammer som er forbundet med hjelpemidlet for avkjøling av nevnte fase;

- destillasjonskolonnen (18) som har et øvre innløp forbundet med evakueringsledningen (17) for den annen væskefase, et øvre utløp som leverer en tredje sur fase og et nedre utløp som leverer den regenererte løsningsmiddelfase, forbundet med side-innløpet i varmeveksler-hjelpemidlet.

Varmeveksler-hjelpemidlet i kolonneveksleren kan være en rør- og skallveksler eller en veksler som inneholder vertikale plater som danner et nettverk av alternerende kanaler, hvor både varmeveksling og masseoverføring inntreffer. Varme som er utvekslet mellom den varme regenererte løsningsmiddelfase som sirkulerer fra bunn til topp i det første kammer i varmeveksleren (f.eks. skallet) og avkjøles, og løsningsmiddelfasen som er anriket på hydrokarboner og i sure gasser som sirkulerer fra topp til bunn i det annet kammer i varmeveksleren (f.eks. rørene) og oppvarming mens den bringes i kontakt med en motstrøm i dampfasen som er generert, involverer samtidig masseoverføring mellom disse to faser og varmeoverføring med den regenererte løsningsmiddelfase som sirkulerer i det første kammer.

Oppfinnelsen vil bli bedre forstått ut fra den ledsagende figur som skjematisk illustrerer fremgangsmåten og apparatet i henhold til oppfinnelsen.

Naturgass ved en temperatur på -20°C ved et trykk $P_2 = 70$ bar, som inneholder metan, en liten mengde etan og propan, og en vesentlig mengde karbondioksyd og hydrogensulfid, blir innført i den nedre del av en absorber 2 via ledning 1. Denne absorber inneholder en pakking av formede elementer, f.eks. dannet av gas, strikket eller arkformig metall, som kan være perforert, tilsvarende 5-20 teoretiske bunner.

Naturgassen vaskes i en motstrøm av resirkulert og avkjølt løsningsmiddelfase som inneholder 70% metanol og 30% vann, som blir innført via ledning 3 inn i den øvre del av absorberen. Alt hydrogensulfidet, hoveddelen av karbondioksydet og en liten mengde av hydrokarbonene blir absorbert av den kolde væskestrøm på grunn av deres løseligheter i løsningsmiddel-løsningen under betingelsene i absorberen.

En rensset hydrokarbongass blir gjenvunnet over topp fra absorberen via ledning 5, i alt vesentlig ved samme temperatur og ved samme trykk som ved naturgass-innløpet, og som inneholder mindre enn 3 ppm i volum av H_2S og en forutbestemt mengde av CO_2 , vanligvis mindre enn 2 volum%.

I en ledning 4 ved den nedre ekstremitet av absorberen blir det gjenvunnet en første væskefase som omfatter løsningsmidlet, de sure gasser og de gjenværende hydrokarboner ved en temperatur som er i alt vesentlig høyere enn ved

innløpet, og innfører det til innløpet i en intermediær separator 6 (flash-trommel) etter at væskefasen er blitt trykkavlastet til et trykk P_6 ved hjelp av en dam-ventil 4a oppstrøms for separatorene, noe som resulterer i et fall i temperaturen til løsningen med flere grader, f.eks. 5°C . En gass-vaskeseksjon 6a, som er beliggende i den øvre del av separator 6, omfatter løse pakkeelementer, f.eks. Pall- eller Raschig-ringer, over hvilke det sirkulerer en porsjon av den regenererte og avkjølte løsningsmiddelfase som er innført via ledning 3b, som er forbundet med resirkuleringsledning 3.

En kald gassfase, flash-gassen, blir gjenvunnet over topp for separator 6 via en ledning 7 ved et trykk på ca. 20-30 bar. Den kan bli rensert i minst én membrangjennomtrengnings-separasjonsmodul 8, type Medal (Air Liquide, Frankrike), hvorfra et permeat som er rikt på H_2S og CO_2 kan gjenvinnes ved et lavere trykk via ledning 9, og et hydrokarbonrikt retentat kan gjenvinnes via ledning 10. Den sure gass kan kombineres med det endelige sure avløp som vil bli innført i et Claus-anlegg for behandling av svovelholdige avløp. I motsetning til dette, kan hydrokarbonstrømmen bli gjenvunnet ved et trykk som i alt vesentlig er det samme som i den intermediære separator (6) og bli anvendt som brenselgass.

Gassfasen som forlater separator (6) via ledning 7 kan også bli rekomprimert og blandet på nytt med gass-strømmen som sirkulerer i ledning 1.

Fra bunnen av den intermediære separator gjenvinnes en kald væskefase, f.eks. ved -20°C , som blir trykkavlastet ved hjelp av en dam-ventil 11a, og sendt til den øvre del av en dobbeltkammerkolonne-varmeveksler 12, som er i alt vesentlig vertikal ved et tilstrekkelig høyt trykk P_{12} til å frigi en sur gass-strøm som er rik på CO_2 og gjenværende hydrokarboner og forhindrer frigjøring av H_2S fra strømmen.

Toppen av kolonne-veksleren omfatter en vaskeseksjon 12a, som er identisk med den i den intermediære separator. En del av den avkjølte, regenererte løsningsmiddelfase blir innført over denne seksjon via ledning 3a. Den kalde væskefase blir innført under vaskeseksjonen.

Den sentrale del av kolonne-veksleren omfatter en indirekte varmevekslingsseksjon 16 med et skall, ved hvis basis en varm løsningsmiddelfase, f.eks. ved 100°C , blir innført lateralt via ledning 14 for resirkulering til absorber 2. Denne fase utveksler varme med den kalde væskefase, som blir innført og sirkulerer i flere rør 15, som er i alt vesentlig vertikale og parallelle. Hvert rør kan være pakket med et pakke-element 15a, f.eks. Hiltram, utformet for å øke varme- og masseoverføring. En ledning 22, som er forbundet med en pumpe 23 fra et øvre side-utløp 22 i skallet, tilføres delvis avkjølt, regenerert løsningsmiddelfase til en avkjølede varmeveksler 24, som er forbundet med den øvre del av absorber 2 via ledning 3.

Over topp-gasstrømmen som forlater kolonne-utveksleren via ledning 13 ved en temperatur på f.eks. -10°C ved 15 bar, omfatter kald, trykkavlastet damp blandet med damp fra den indirekte oppvarming i selve rørene i varmeveksleren 16; denne gass-strøm er en blanding som inneholder i alt vesentlig alle de gjenværende hydrokarboner og hoveddelen av karbondioksydet, og kan anvendes som reinjeksjonsfluid for forsterket gjenvinning av hydrokarboner.

Denne blanding kan også bli innført via en ledning 13a inn i membran-separasjonsmodul 8 for rensning. En ledning 17 gjenvinner en annen oppvarmet væskefase som inneholder løsningsmiddel, hoveddelen av hydrogensulfidet og en liten del av karbondioksydet, som innledningsvis er til stede fra bunnen av kolonne-varmeveksleren, og innfører den i øvre del av en destillasjonskolonne 18 via en trykkavlastningsventil 17a, for å regenerere løsningsmiddelfasen. Denne destillasjonskolonne opererer ved et innløpstrykk P_{18} som er litt høyere enn det er i et Claus-anlegg, og gjenvinner over topp et gassformig avløp fra destillasjonen ved et trykk av størrelsesorden f.eks. 2 bar. Dette over topp-gassavløp, som inneholder hoveddelen av hydrogensulfidet og det gjenværende karbondioksyd og løsningsmiddel, blir evakuert via en ledning 25 og passerer suksessivt gjennom en vann- eller luftavkjølt kjøler 26 og en avkjølt kondensator 27 før kondensering i et kondenseringskammer 28. En ledning 31, som er forbundet med basis i kammeret, og en tilbakeløpspumpe innfører en væskefase som inneholder løsningsmiddel, inn i øvre del av destillasjonskolonne 18. En tørr, sur gass-strøm som inneholder hydrogensulfid, karbondioksyd og en konsentrasjon på mindre enn 2% hydrokarboner i gass-strømmen, blir gjenvunnet over topp fra kammer 28 via ledning 29. Gass-strømmen kan derfor bli behandlet som en egnet føde for fullstendig fjerning av H_2S ved anvendelse av Claus-prosessen.

Løsningsmiddelfasen blir regenerert ved oppvarming av bunnen av kolonnen til en passende temperatur, vanligvis under 150°C , ved anvendelse av en gjenkoker 19 med et lavt nivå av oppvarmingsfluid, f.eks. varmt vann eller den damp som resulterer fra forbrenning av avfall.

Den varme, regenererte, flytende løsningsmiddelfase blir evakuert via en ledning 20 ved den nedre del av destillasjonskolonne 18, og blir sendt via resirkuleringspumpe 21 og ledning 14 til det nedre innløp 14a i skall 16 i varmeveksleren i separator 12. Rent løsningsmiddel kan tilsettes til ledning 20 via ledning 20a. Den regenererte og delvis avkjølte løsningsmiddelfase som forlater skallet via utløp 22 og ledning 22, blir deretter resirkulert mot absorber 2 via pumpe 23 og kjøledeksler 24, via ledning 3.

Oppfinnelsen vil bli bedre forstått ut fra det følgende eksempel som illustrerer en foretrukket utførelsesform. Henvisningstallene er tatt fra figuren.

En kald, sur gass ved -23°C og 52,3 bar absolutt med sammensetning som angitt nedenunder (tabell I) ble innført i absorber 2 og brakt i kontakt med en motstrøm av 6884 kmol av en løsning av 85 vekt% metanol i vann ved samme temperatur og trykk.

5

TABELL I

Forbindelse	Ledning 1 10^3 mol/time	Ledning 5 10^3 mol/time
N ₂	175,0	168,7
H ₂ S	54,0	0,0
CO ₂	1242,0	33,0
CH ₄	1465,0	1337,4
C ₂ H ₆	183,0	124,5
C ₃ H ₈	3,5	0,9
Totalt	3122,5	1664,5

Den rensede gass (ledning 5) hadde den sammensetning som er vist i tabell I. Den første løsningsmiddelrike væskefase ved en temperatur på -6°C (ledning 4) ble trykkavlastet gjennom en dam-ventil 4a og innført absolutt i intermedieær separator 6 ved -8°C og 30 bar.

10

Den flash-gass som ble gjenvunnet over topp (ledning 7) hadde den sammensetning som er vist i tabell II. Flash-gassen kunne bli rensed gjennom en gjennomtrengningsmembran 8 (f.eks. av type Medal, solgt av Air Liquide) for å gjenvinne et gassformig avløp (ledning 10), som inneholdt 90% hydrokarboner som kunne bli anvendt som brenselgass, og et permeat som var rikt på sure gasser (ledning 9) med de sammensetninger som er vist i tabell II.

15

TABELL II

Forbindelser	Ledning 7 10 ³ mol/time	Ledning 9 10 ³ mol/time	Ledning 10 10 ³ mol/time
N ₂	4,80	0,800	4,000
H ₂ S	1,00	0,996	0,004
CO ₂	99,00	90,570	8,430
CH ₄	71,00	8,000	63,000
C ₂ H ₆	13,00	0,400	12,600
C ₃ H ₈	0,30	0,000	0,300
CH ₃ OH	0,16	0,100	0,060
Totalt	189,26	100,866	88,394

Væskefasen (ledning 11), som inneholdt løsningsmiddelfasen og de gjenværende sure gasser ved -8°C og 30 bar absolutt, ble trykkavlastet i en dam-ventil til 15 bar absolutt og innført til toppen av skall- og rør-kolonne-varmeveksler 12. Det resulterende over topp-avløp hadde en temperatur på -10°C ved 15 bar absolutt (ledning 13), og hadde følgende sammensetning (tabell III).

TABELL III

Forbindelser	Ledning 13 10 ³ mol/time	Ledning 29 10 ³ mol/time
N ₂	1,30	0,2
H ₂ S	3,00	50,0
CO ₂	1060,00	50,0
CH ₄	56,00	0,6
C ₂ H ₆	45,00	0,5
C ₃ H ₈	1,30	1,0
CH ₃ OH	1,06	1,0
Totalt	1167,66	103,3

10

Væskefasen som forlot kolonne-varmevekselen ble gjenvunnet (ledning 17) ved ca. 80°C ved 15 bar absolutt og trykkavlastet ved hjelp av dam-ventil 17a til 2 bar absolutt før innføring i destillasjonskolonne 18. Denne hadde en rektifiseringsseksjon med to teoretiske bunner som bestod av en formet pakking. Antall teoretiske bunner i destillasjonskolonnen var 5.

15

Det H₂S-anrikede, gassformige, sure avløp som ble gjenvunnet over topp fra kolonnen etter kjøling og kondensering av løsningsmiddelfasen, hadde den sammensetning som er gitt i tabell III ovenfor (ledning 29). Det kunne anvendes som føde for et Claus-anlegg på grunn av sitt svært lave hydrokarbon-innhold.

5 Varmtvannskokeren ved bunnen av kolonnen produserte en temperatur på 100°C ved 2,5 bar absolutt. Det regenererte løsningsmiddel inneholdt mindre enn 1 ppm H₂S.

Materialbalansen i dette eksempel (ledning 1 og ledninger 5, 7, 13 og 29) uten metanol, indikerer viktigheten av denne prosess.

10 Endelig ble det vist at den energi som kreves for å gjenkoke løsningsmiddelfasen i destillasjonskolonnen var lavere enn den som kreves for å kondensere den sure gassfase, og således er prosessen svært økonomisk.

Patentkrav:

15 1. Fremgangsmåte for behandling av en gassformig føde som inneholder en blanding av hydrokarboner, hydrogensulfid og eventuelt karbondioksyd, omfattende:

- et trinn (a) for kontakt ved et trykk P₂ med minst en del av en resirkulert polar løsningsmiddelfase som inneholder minst 50% av et løsningsmiddel i 20 minst én absorpsjonssone (2), idet løsningsmidlet er et ikke-hydrokarbonorganisk løsningsmiddel som normalt er flytende, forskjellig fra vann, idet løsningsmidlet er minst delvis blandbart med vann og kan destilleres ved en temperatur som er lavere enn ved destillasjon av vann, for å oppnå en 25 rensset gass som inneholder hoveddelen av hydrokarbonene og som i alt vesentlig ikke inneholder noe hydrogensulfid, og en første flytende fase som omfatter løsningsmidlet, de gjenværende hydrokarboner, i alt vesentlig alt hydrogensulfidet og eventuelt i alt vesentlig alt karbondioksydet;
- et trinn (c) for regenerering av løsningsmidlet i minst én destillasjonskolonnē 30 (18); og
- et trinn (d) for resirkulering og avkjøling av løsningsmidlet som er regenerert i absorpsjonssonen (2);

og fremgangsmåten er

karakterisert ved at:

35 i et trinn (b), etter trinn (a), blir den første væskefase trykkavlattet til et trykk P₁₂, som er lavere enn trykk P₂, og blir oppvarmet i minst én kolonne-varmeveksler (12), som er vertikal eller skråstilt, som indirekte veksler varme i sin innvendige del med en motstrøm av den oppvarmede regenererte løsningsmiddelfase fra trinn (c), og en andre gassformig fase blir gjenvunnet over topp, som inneholder i alt vesent-

lig alle de gjenvunne hydrokarboner og hoveddelen av eventuelt karbondioksyd som inneholdes i den gassformige føde, og en andre oppvarmet væskefase blir gjenvunnet fra bunnen som inneholder løsningsmidlet, hoveddelen av hydrogensulfidet og eventuelt en mindre del av eventuelt karbondioksyd; i regenereringstrinn (c) blir løsningsmiddelfasen regenerert ved sirkulering av den annen væskefase, etter trykkavlastning om nødvendig, i en destillasjonskolonne (18) ved et trykk P_{18} som ikke er større enn trykk P_{12} i kolonne-varmeveksler (12), og minst en del av en tredje sur gassfase som inneholder hoveddelen av hydrogensulfidet og eventuelt gjenværende karbondioksyd blir gjenvunnet over topp, og den regenererte oppvarmede løsningsmiddelfase blir gjenvunnet fra bunnen; idet fremgangsmåten er ytterligere kjennetegnet ved at den oppvarmede regenererte løsningsmiddelfase blir avkjølt i den innvendige del av kolonne-varmeveksleren, og løsningsiddelfasen blir gjenvunnet som blir resirkulert under trykk til absorpsjonssonen (2) etter avkjøling i overensstemmelse med trinn (d).

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1,

karakterisert ved at før trinn (b) blir foreløpig trykkavlastning av den første væskefase til et trykk P_6 , som er lavere enn trykket P_2 i absorpsjonssonen, utført i minst én intermedier separator (6), hvorfra en intermedier gassfase, betegnet flash-gassen, blir gjenvunnet over topp, omfattende i alt vesentlig hydrokarboner, en liten mengde hydrogensulfid og eventuelt karbondioksyd, og en væskefase blir gjenvunnet fra bunnen, som inneholder løsningsmidlet, eventuelt en hoveddel av eventuelt karbondioksyd og i alt vesentlig alt hydrogensulfidet som blir behandlet i overensstemmelse med trinn (b).

3. Fremgangsmåte som angitt i krav 2,

karakterisert ved at trykket P_{12} i kolonne-varmeveksleren ikke er høyere enn trykket P_6 i den intermediere separator.

4. Fremgangsmåte som angitt i krav 2,

karakterisert ved at trykket P_{12} i kolonne-varmeveksleren (12) er høyere enn trykket P_6 i den intermediere separator (6).

5. Fremgangsmåte som angitt i hvilket som helst av kravene 1-4,

karakterisert ved at trykket P_{18} i destillasjonskolonnen (18) er lavere enn trykket P_{12} i kolonne-varmeveksleren.

6. Fremgangsmåte som angitt i hvilket som helst av kravene 1-5, karakterisert ved at partialtrykket for hydrogensulfid og eventuelt karbondioksyd er høyere enn 3 bar, fortrinnsvis høyere enn 10 bar.
- 5 7. Fremgangsmåte som angitt i hvilket som helst av kravene 1-6, karakterisert ved at den første væskefase fra trinn (a) blir trykkavlastet ved hjelp av minst én trykkavlastnings-ventil eller -turbin til et slikt trykk at mengden av hydrogensulfid i over topp-gassavløpet blir minimalisert.
- 10 8. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, karakterisert ved at den annen gassfase blir sirkulert gjennom en gjennomtrengnings-membranseparator (8) for å gjenvinne et permeat som er anrikt på hydrogensulfid og et retentat som er anrikt på hydrokarboner og utarmet på hydrogensulfid.
- 15 9. Fremgangsmåte som angitt i hvilket som helst av kravene 2-8, karakterisert ved at flash-gassen blir sirkulert gjennom en gjennomtrengnings-membranseparator for å gjenvinne et permeat som er anrikt på hydrogensulfid og et gassformig retentat som er anrikt på hydrokarboner og utarmet på hydrogensulfid.
- 20 10. Fremgangsmåte som angitt i hvilket som helst av kravene 1-8, karakterisert ved at den annen gassfase blir vasket i et vasketrinn med en porsjon av den regenererte, avkjølte løsningsmiddelfase i en vaskesone beliggende ved toppen av kolonne-varmeveksleren.
- 25 11. Fremgangsmåte som angitt i hvilket som helst av kravene 2-10, karakterisert ved at flash-gassen blir vasket i et vasketrinn med en porsjon av den regenererte og avkjølte løsningsmiddelfase ved toppen av den intermedieære separator.
- 30 12. Fremgangsmåte som angitt i hvilket som helst av kravene 1-11, karakterisert ved at det benyttes en kolonne-varmeveksler som omfatter en rør- og skall-varmeveksler eller en plate-varmeveksler.
- 35 13. Fremgangsmåte som angitt i hvilket som helst av kravene 1-12, karakterisert ved at gassen blir innført i absorpsjonssonen ved et trykk på under 150 bar og en temperatur på +10 til -100°C.

14. Fremgangsmåte som angitt i hvilket som helst av kravene 2-7 og 9-13, karakterisert ved at trykket i den intermediære separator (6) er 10-50 bar, trykket i kolonne-varmeveksleren (12) er 8-40 bar og trykket i destillasjonskolonnen er i området 2-6 bar.

5

15. Fremgangsmåte som angitt i hvilket som helst av kravene 1-14, karakterisert ved at løsningsmidlet er valgt fra gruppen som utgjøres av metanol, etanol, metylpropyleter, etylpropyleter, dipropyleter, metyl-tert-butyleter, dimetoksymetan, etanol, metoksyetanol og propanol.

10

16. Fremgangsmåte som angitt i hvilket som helst av kravene 1-15, karakterisert ved at den første væskefase blir innført mellom en vaskesone og varmeveksleren (16).

15

17. Apparat for behandling av en gassformig føde som inneholder hydrokarboner, hydrogensulfid og eventuelt karbondioksyd, omfattende minst én absorber (2) som inneholder en pakking eller plater, en ledning (1) for tilførsel av en mating til bunnen av absorberen og en evakueringsledning (4) for en første væskefase fra bunnen av absorberen, en over topp-evakueringsledning (5) for rensset føde fra absorberen og en ledning (22) for tilførsel av en løsningsmiddelfase til toppen av absorberen, minst én destillasjonskolonne (18) for løsningsmiddelfasen, som omfatter en over topp-evakueringsledning for en gassformig, sur fase og minst ett resirkulerings-hjelpemiddel (20, 21) ved bunnen og minst ett hjelpemiddel (24) for avkjøling av den regenererte løsningsmiddelfase som er rettet mot absorberen (2); idet apparatet er

25

karakterisert ved at det omfatter

- minst ett trykkavlastnings-hjelpemiddel (4a) beliggende i evakueringsledningen (4) for den første væskefase oppstrøms for en kolonne-varmeveksler (12), som beskrevet nedenunder;

30

- minst én kolonne-varmeveksler (12) med et dobbelt kammer, som i alt vesentlig er vertikalt eller skråstilt med et øvre side-innløp forbundet med trykkavlastnings-hjelpemidlet (4a), omfattende ved sitt indre indirekte varmeveksler-hjelpemidler (16) for avkjøling av en regenerert løsningsmiddelfase i et første kammer og for oppvarming og separering av den første væskefase i et annet kammer, idet kolonne-varmeveksleren omfatter en over topp-evakueringsledning (13) for en annen gassfase som er anrikt på hydrokarboner og en bunn-evakueringsledning (17) for en annen væskefase, idet varmeveksler-hjelpemidlet (15) omfatter et nedre side-innløp (14a), som slipper varmt, regenerert løsningsmiddel inn i det første kammer, og et øvre

35

side-utløp (22), som slipper avkjølt, regenerert løsningsmiddel fra det første kammer som er forbundet med hjelpemidlet for avkjøling av nevnte fase;

- destillasjonskolonnen (18) som har et øvre innløp forbundet med evakueringsledningen (17) for den annen væskefase, et øvre utløp som leverer en tredje sur fase og et nedre utløp som leverer den regenererte løsningsmiddelfase, forbundet med side-innløpet i varmeveksler-hjelpemidlet.

18. Apparat som angitt i krav 17,

karakterisert ved at minst én intermediær separator (6) er anbrakt mellom trykkavlastnings-ventilen eller -turbinen og kolonne-varmeveksleren (12), idet separatorene (6) omfatter en evakueringsledning (7) for en flash-gass og en evakueringsledning (11) for en væskefase som er forbundet med øvre side-innløp i kolonne-varmeveksleren.

19. Apparat som angitt i krav 17-18,

karakterisert ved at varmeveksler-hjelpemidlet er en skall- og rørveksler eller en plate-veksler.

20. Apparat som angitt i hvilket som helst av kravene 17-19,

karakterisert ved at den øvre del av kolonne-varmeveksleren omfatter en vaskeseksjon (12a) og hjelpemiddel (3a) for tilførsel av regenerert og avkjølt løsningsmiddelfase.

21. Apparat som angitt i hvilket som helst av kravene 17-20,

karakterisert ved at den øvre del av den intermediære separator omfatter en vaskeseksjon (6a) og hjelpemiddel (3b) for tilførsel av regenerert og avkjølt løsningsmiddelfase.

22. Apparat som angitt i krav 17,

karakterisert ved at minst én gjennomtrengnings-membranseparator er plassert i ledning (13) for evakuering av den annen gassformige fase, idet separatorene omfatter en evakueringsledning for et permeat og en evakueringsledning for et retentat.

23. Apparat som angitt i hvilket som helst av kravene 18-22,

karakterisert ved at minst én gjennomtrengnings-membranseparator (8) er beliggende i flash-gass-evakueringsledningen (7), idet separatorene omfatter en evakueringsledning for et permeat og en evakueringsledning for et retentat.

