

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **036040**(13) **B1**(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента
2020.09.17

(21) Номер заявки
201891324

(22) Дата подачи заявки
2016.12.06

(51) Int. Cl. **C07C 29/76** (2006.01)
B01D 53/22 (2006.01)
B01D 53/14 (2006.01)

(54) **СПОСОБ ВЫДЕЛЕНИЯ МЕТАНОЛА ИЗ СМЕСЕЙ ГАЗОВ**(31) **15400056.6**(32) **2015.12.18**(33) **EP**(43) **2018.12.28**(86) **PCT/EP2016/025170**(87) **WO 2017/102095 2017.06.22**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ЛЬЕР ЛИКИД СОСЬЕТЕ
АНОНИМ ПУР ЛЬЕТИЮД Э
ЛЬЕКСПЛОАТАСЁН ДЭ ПРОСЕДЕ
ЖОРЖ КЛОД (FR)

(72) Изобретатель:
Равентос Мартин, Отт Йёрг, Эльман
Тобиас, Нури Бенджамин (DE)

(74) Представитель:
Веселицкая И.А., Кузенкова Н.В.,
Веселицкий М.Б., Каксис Р.А.,
Белоусов Ю.В., Куликов А.В.,
Кузнецова Е.В., Кузнецова Т.В.,
Соколов Р.А. (RU)

(56) **US-A1-2012304859**
US-A-3950369
EP-A2-0478889

(57) С помощью настоящего изобретения предложены устройство для промывания и способ эффективного выделения и извлечения метанола из отработанных газов, нагруженных метанолом, при этом настоящее изобретение также можно применять в виде объединенной блок-схемы получения и обработки метанола. Части метанола, выделенные из отработанных газов, извлекают в пределах уже существующей обработки неочищенного метанола посредством перегонки с получением чистого метанола, так что нет необходимости в отдельных устройствах для извлечения метанола из нагруженной отработанной воды из газоочистителя. Ценное вещество, которым является метанол, извлекают, и влияние на окружающую среду уменьшается. С помощью конкретных аспектов настоящего изобретения общую степень выделения метанола можно адаптировать к местно применяемым предельно допустимым величинам выбросов в атмосферу.

B1**036040****036040****B1**

Область техники, к которой относится изобретение

Настоящее изобретение относится к устройству для промывания, предназначенному для выделения метанола из газов, в частности из технологических отработанных газов, образованных при синтезе и последующей обработке метанола, путем промывания водой. Кроме того, в настоящем изобретении предусмотрен способ выделения и извлечения метанола из газов путем промывания водой с помощью устройства для промывания.

Уровень техники

Способы получения метанола путем каталитического превращения синтез-газа, содержащего водород и оксиды углерода, давно известны специалистам в данной области техники. Например, в Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, шестое издание, 1998, электронное издание, раздел "Methanol", подраздел 5.2 "Synthesis", описаны различные основные способы получения метанола.

Известен более сложный двухстадийный способ получения метанола, например из документа EP 0790226 B1. Метанол получают посредством циклического способа, при котором смесь свежего и частично прореагировавшего синтез-газа сначала подают в охлаждаемый водой реактор, а затем в охлаждаемый газом реактор, в каждом из которых синтез-газ превращают в метанол на катализаторе на основе меди. Метанол, полученный с помощью данного способа, отделяют от синтез-газа, подлежащего рециркуляции, который затем в качестве охладителя в противотоке направляют через охлаждаемый газом реактор и предварительно нагревают до температуры 220-280°C, после чего вводят в первый реактор для синтеза. Часть синтез-газа, подлежащего рециркуляции, удаляют из способа в виде продувочного потока (так называемое продувание), который является небольшим по сравнению с запасом газа, присутствующим в системе, с целью предупреждения накопления инертных компонентов, примесей или побочных продуктов в цикле синтеза. Данное действие также описано в нерассмотренной заявке на патент Германии DE 2934332 A1 и в заявке на европейский патент EP 1016643 A1.

Поток продувочного газа, выпускаемого из контура синтеза, нагружен значительной частью метанола. То же относится к другим потокам отработанных газов, которые получают при синтезе метанола и обработке исходных продуктов, таких как, например, отработанные газы из расширительных резервуаров для метанола или отработанные газы из резервуаров для хранения неочищенного метанола, смесей метанол-вода или чистого метанола. Подразумевается, что неочищенный метанол представляет собой основной продукт, полученный непосредственно при синтезе метанола перед осуществлением его обработки посредством перегонки с получением чистого метанола.

Резервуары для хранения метанола зачастую выполнены в виде резервуаров с закрепленной крышкой, где для инертизации внутреннего объема, не заполненного метанолом, его зачастую промывают или заполняют азотом. Таким образом, атмосфера азота насыщена метанолом. При загрузке резервуаров или вследствие дыхания резервуара, например вследствие солнечного излучения, азот, нагруженный метанолом, выпускают из резервуара с целью предотвращения избыточного давления в резервуаре.

Части метанола в данных отработанных газах являются достаточно значительными вследствие низкой температуры кипения метанола, составляющей 65°C при давлении окружающей среды, поскольку отработанные газы, как правило, насыщены парами метанола при соответствующей температуре. Например, в условиях насыщения концентрация метанола в потоке отработанного газа при температуре 42°C составляет примерно 33 об. %.

С учетом данных значений содержания метанола возможно, что извлечение метанола из отработанных газов обеспечивает важный вклад в экономическую составляющую способа синтеза метанола. С другой стороны, в контексте высокой токсичности метанола, с точки зрения защиты окружающей среды также является нецелесообразным выделять отработанные газы с такими высокими значениями содержания метанола в окружающую среду без последующей обработки. Наконец, высокие значения содержания метанола в отработанных газах также создают проблемы во время их дополнительной обработки, поскольку метанол может конденсироваться и таким образом, например, повреждать газовые горелки.

Из-за высокой растворимости метанола в воде промывание отработанных газов водой в качестве промывочного средства показало свою ценность в качестве способа отделения. В раскрытой заявке на европейский патент EP 2168938 A1, например, описывается извлечение метанола из отработанных газов, образованных при перегонке неочищенного метанола, путем промывания водой в противоточной колонне. В описании европейского патента EP 0802893 B1 также описаны отделение и извлечение метанола из отработанных газов, образованных при перегонке неочищенного метанола, путем промывания водой.

В патенте США № 5346593 A описана ректификационная колонна для получения неочищенного метанола, которая оснащена в ее верхней части ступенью для промывания водой, и она выполняет функцию отделения остатков метанола от потока отработанного газа, покидающего колонну.

Наконец, в описании европейского патента EP 0009385 B1 раскрывается отделение метанола от потока продувочного газа, выпускаемого из цикла синтеза, посредством промывания водой и извлечение выделенного метанола посредством перегонки.

При применении воды в качестве промывочного средства при отделении метанола от газов преимущественным является то, что метанол легко растворится в воде. Однако количество тепла, выделяемого во время конденсации и абсорбции метанола, ухудшает растворимость метанола в воде и, следова-

тельно, эффективность отделения. Таким образом, существует необходимость в устройствах для промывания с учетом данного факта.

Сущность изобретения

В данном контексте целью настоящего изобретения является обеспечение устройства для промывания и способа его применения, в которых и с помощью которых обеспечивается эффективное извлечение метанола из газов, в частности из технологических отработанных газов, образованных при синтезе, хранении и последующей обработке метанола.

Данной цели достигают с помощью устройства для промывания с признаками в соответствии с п.1 формулы изобретения и с помощью способа с признаками в соответствии с п.6 формулы изобретения. Дополнительные аспекты настоящего изобретения представлены в соответствующих зависимых пунктах формулы изобретения.

Устройство для промывания по настоящему изобретению

Предлагается устройство для промывания, предназначенное для выделения метанола из газов посредством промывания водой, содержащее следующие компоненты и узлы:

(а) промывная колонна, содержащая рубашку, которая проходит вдоль продольной оси, проходящей параллельно вертикальной оси, и которая окружает внутреннее пространство промывной колонны, при этом внутреннее пространство разделено на верхнюю и нижнюю области, каждая из которых содержит по меньшей мере одну зону массопереноса и которые отделены друг от друга с помощью разделительной тарелки, в частности полуглухой тарелки, при этом тарелка является проницаемой для потока газа, направленного из нижней в верхнюю зону массопереноса, но является непроницаемой для потока жидкости, направленного из верхней в нижнюю зону массопереноса, и является подходящей для временного хранения определенного объема промывочного средства, текущего из верхней зоны массопереноса, при этом верхняя и нижняя зоны массопереноса оснащены элементами для массопереноса;

(b) первый теплообменник, трубопровод для подачи воды в качестве промывочного средства в первый теплообменник, трубопровод для выпуска охлажденного потока промывочного средства из первого теплообменника и для подачи охлажденного потока промывочного средства в верхнюю область промывной колонны, при этом точка добавления расположена выше верхней зоны массопереноса и выполнена в виде распределителя жидкости;

(с) второй теплообменник, трубопровод для выпуска потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, из разделительной тарелки и для подачи потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, во второй теплообменник, трубопровод для выпуска охлажденного потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, из второго теплообменника и для подачи охлажденного потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, в нижнюю область промывной колонны, при этом точка добавления расположена ниже полуглухой тарелки и выше нижней зоны массопереноса и выполнена в виде распределителя жидкости;

(d) трубопровод для выпуска потока промывочного средства, нагруженного метанолом, из нижней области промывной колонны в качестве ее нижнего продукта, при этом точка отбора нагруженного потока промывочного средства расположена ниже нижней зоны массопереноса;

(е) трубопровод для подачи потока газа, нагруженного метанолом, в нижнюю область промывной колонны, при этом точка добавления расположена ниже нижней зоны массопереноса;

(f) трубопровод для выпуска потока газа с уменьшенной его нагрузкой метанолом из верхней области промывной колонны в качестве ее верхнего продукта, при этом точка отбора потока газа расположена выше верхней зоны массопереноса.

Способ по настоящему изобретению

Предлагается способ выделения и извлечения метанола из газов посредством промывания водой в описанном выше устройстве для промывания, включающий следующие стадии:

(а) подача воды в качестве промывочного средства в первый теплообменник, охлаждение промывочного средства в первом теплообменнике, выпуск охлажденного потока промывочного средства из первого теплообменника и подача охлажденного потока промывочного средства в верхнюю область промывной колонны, при этом точка добавления расположена выше верхней зоны массопереноса и выполнена в виде распределителя жидкости;

(b) выпуск потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, из разделительной тарелки и подача потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, во второй теплообменник, выпуск охлажденного потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, из второго теплообменника и подача охлажденного потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, в нижнюю область промывной колонны, при этом точка добавления расположена ниже полуглухой тарелки и выше нижней зоны массопереноса и выполнена в виде распределителя жидкости;

(с) выпуск потока промывочного средства, нагруженного метанолом, из нижней области промывной колонны в качестве ее нижнего продукта, при этом точка отбора нагруженного потока промывочного средства расположена ниже нижней зоны массопереноса;

(d) подача потока газа, нагруженного метанолом, в нижнюю область промывной колонны, при этом точка добавления расположена ниже нижней зоны массопереноса;

(е) выпуск потока газа с уменьшенной его нагрузкой метанолом из верхней области промывной колонны в качестве ее верхнего продукта, при этом точка отбора потока газа расположена выше верхней зоны массопереноса.

Вода, применяемая в качестве промывочного средства, в основном представляет собой деминерализованную воду. Однако воду с другими качествами, в частности воду с более высокой чистотой, например высокоочищенную воду или дистиллированную воду, также можно применять в качестве промывочного средства. Воду с более низкой чистотой можно применять в качестве промывочного средства, если присутствующие сопровождающие вещества не создают проблем на последующих стадиях способа. При применении устройства для промывания согласно настоящему изобретению в установке для синтеза неочищенного метанола и его очистки до чистого метанола можно также применять потоки воды, уже частично нагруженные метанолом, в качестве промывочного средства, если, несмотря на это, технические характеристики продукта для продукта на основе чистого метанола соответствуют требованиям.

Предпочтительные аспекты изобретения

В предпочтительном аспекте настоящего изобретения устройство для промывания дополнительно содержит трубопровод для рециркуляции по меньшей мере части нижнего продукта промывной колонны во втором теплообменнике, при этом рециркулируемую часть нижнего продукта промывной колонны объединяют с потоком промывочного средства, частично нагруженного метанолом. За счет этого обеспечивается увеличение пропускной способности в отношении охлажденного промывочного средства в нижней области промывной колонны и, следовательно, скорости выделения метанола.

В дополнительном предпочтительном аспекте настоящего изобретения устройство для промывания дополнительно содержит устройство для конденсирования, расположенное в верхней области внутреннего пространства выше верхней зоны массопереноса и выше верхнего распределителя жидкости, предпочтительно обратный холодильник. За счет этого общая скорость отделения метанола в устройстве для промывания снова увеличивается.

Разделительная тарелка предпочтительно выполнена в виде полуглухой тарелки.

Элементы для массопереноса предпочтительно представлены разделительными тарелками, ситчатыми тарелками, колпачковыми тарелками, клапанными тарелками, структурированными насадками, или слоями насадки, или комбинациями данных элементов для массопереноса.

В предпочтительном аспекте способа согласно настоящему изобретению по меньшей мере часть нижнего продукта промывной колонны рециркулируют во второй теплообменник и объединяют с потоком промывочного средства, частично нагруженного метанолом. За счет этого обеспечивается увеличение пропускной способности в отношении промывочного средства в нижней области промывной колонны и, следовательно, скорости выделения метанола.

В дополнительном предпочтительном аспекте способа согласно настоящему изобретению объединение нижнего продукта промывной колонны с потоком промывочного средства, частично нагруженного метанолом, осуществляют перед их подачей во второй теплообменник. Путем охлаждения объединенного потока промывочного средства снова увеличивают скорость отделения метанола.

В дополнительном аспекте способа согласно настоящему изобретению конденсирование жидкости из потока газа, выходящего из верхней зоны массопереноса, осуществляют с помощью устройства для конденсирования, расположенного в верхней области внутреннего пространства выше верхней зоны массопереноса и выше верхнего распределителя жидкости, предпочтительно обратного холодильника. За счет этого общая скорость отделения метанола в устройстве для промывания снова увеличивается.

Предпочтительно способ согласно настоящему изобретению применяют для выделения и извлечения метанола из отработанных газов, образованных в резервуарах для хранения метанола, или из отработанных газов, образованных в расширительных резервуарах для метанола, или из продувочного газа, образованного при синтезе метанола, или из комбинаций данных отработанных газов. Все указанные отработанные газы содержат значительные количества метанола в форме пара, так что выделение и извлечение данного вещества является выгодным по экономическим и экологическим причинам.

В предпочтительном аспекте способа согласно настоящему изобретению в качестве промывочного средства применяют деминерализованную воду. В объединенных промышленных установках она в основном доступна в качестве рабочего материала и обладает особенно хорошими абсорбционными свойствами в отношении метанола.

Смесь метанол-вода, полученную в качестве нижнего продукта промывной колонны, предпочтительно подают в расширительный резервуар для метанола, резервуар для хранения метанола или устройство для перегонки для получения чистого метанола.

Иллюстративные варианты осуществления и численные примеры

Дополнительные признаки, преимущества и возможные пути осуществления настоящего изобретения также могут быть взяты из следующего описания иллюстративных вариантов осуществления и численных примеров, а также графических материалов. Все описанные и/или проиллюстрированные признаки образуют сущность изобретения сами по себе или в любой комбинации независимо от их включения в формулу изобретения или обратных ссылок на них.

На графических материалах:

на фиг. 1 показано схематическое представление способа согласно настоящему изобретению и устройства для промывания согласно настоящему изобретению в первом аспекте;

на фиг. 2 показано схематическое представление способа согласно настоящему изобретению и устройства для промывания согласно настоящему изобретению во втором аспекте;

на фиг. 3 показано схематическое представление способа согласно настоящему изобретению и устройства для промывания согласно настоящему изобретению в третьем аспекте;

на фиг. 4 показано встраивание устройства для промывания согласно настоящему изобретению в блок-схему обработки и хранения неочищенного метанола, образованного при синтезе метанола;

на фиг. 5 показано встраивание устройства для промывания согласно настоящему изобретению в блок-схему обработки и хранения неочищенного метанола, образованного при синтезе метанола, в дополнительном аспекте.

Способ по настоящему изобретению и устройство для промывания по настоящему изобретению согласно первому аспекту объяснены на фиг. 1. Посредством трубопровода 1 деминерализованную воду направляют в теплообменник 2 в качестве промывочного средства и охлаждают в нем посредством непрямого теплообмена с охлаждающей водой. Посредством трубопровода 3 охлажденное промывочное средство направляют в промывную колонну 4 и загружают в нее посредством распределительного элемента, схематически изображенного на чертеже. Затем посредством силы тяжести промывочное средство течет через верхнюю зону 6 массопереноса, которая представляет собой слой насадки. В верхней зоне 6 массопереноса происходит интенсивный контакт промывочного средства с потоком газа, нагруженным метанолом, который подлежит очистке, вследствие высокой удельной площади поверхности слоя насадки. Во время абсорбции метанола в промывочном средстве энтальпия раствора высвобождается и соответственно промывочное средство нагревается.

После выхода из верхней зоны 6 массопереноса теперь промывочное средство, частично нагруженное метанолом, проходит к разделительной тарелке 7, которая выполнена в виде полуглухой тарелки. Разделительная тарелка является проницаемой для потока газа, проходящего из нижней в верхнюю область внутренней части колонны, но является непроницаемой для промывочного средства, текущего из верхней зоны массопереноса, за счет чего обеспечивается накопление последнего на разделительной тарелке. Уровень промывочного средства на разделительной тарелке определяется высотой труб.

Посредством трубопровода 8 часть промывочного средства, частично нагруженного метанолом, которое накапливается на разделительной тарелке 7, непрерывно отбирают из промывной колонны посредством не проиллюстрированного транспортирующего элемента, направляют в теплообменник 9 и охлаждают в нем посредством непрямого теплообмена с охлаждающей водой. Энтальпия раствора, ранее переданная промывочному средству во время адсорбции метанола, в данном случае снова, по меньшей мере частично, рассеивается из него.

Поскольку поток промывочного средства, отобранного из промывной колонны посредством трубопровода 8, должен соответствовать потоку промывочного средства, текущего из верхней зоны массопереноса, с целью обеспечения постоянного уровня жидкости на разделительной тарелке, теплообменник 9 должен быть выполнен с учетом его поверхности теплообмена и/или примененной температуры охладителя с целью достижения необходимого снижения температуры промывочного средства.

Отбор промывочного средства, частично нагруженного метанолом, которое накопилось на разделительной тарелке 7, из промывной колонны можно осуществлять исключительно с помощью силы тяжести также без транспортирующего элемента, если это допустимо с учетом потери давления в трубопроводах 8 и 10, теплообменнике 9 и распределительном элементе. В данном случае необходимо обеспечить соответствующий контролирующий элемент, например регулирующий клапан.

Посредством трубопровода 10 охлажденное промывочное средство направляют обратно в промывную колонну 4 и загружают в нее посредством распределительного элемента, схематически изображенного на чертеже. Затем посредством силы тяжести промывочное средство течет через нижнюю зону 11 массопереноса, которая также представляет собой слой насадки. В нижней зоне 11 массопереноса происходит интенсивный контакт между промывочным средством и потоком газа, нагруженным метанолом, который подлежит очистке, вследствие высокой удельной площади поверхности слоя насадки, и, следовательно, дополнительное количество метанола абсорбируется в промывочном средстве.

В значении, применяемом в настоящем изобретении, другие элементы для массопереноса, предпочтительно разделительные тарелки, ситчатые тарелки, колпачковые тарелки, клапанные тарелки или структурированные насадки, также можно применять в верхней зоне 6 массопереноса и в нижней зоне 11 массопереноса. Комбинации указанных устройств для массопереноса также являются возможными, при этом зоны массопереноса затем разделены на соответствующие участки, каждый из которых оснащен одним из указанных элементов для массопереноса.

Промывочное средство, нагруженное метанолом, накапливается в нижней области промывной колонны в виде сборника колонны. Его выпускают из него посредством трубопроводов 12 и 13, насоса 14 и трубопровода 15 и подают для хранения, обработки или какого-либо другого применения.

Посредством трубопровода 16 поток газа, подлежащий очистке, подают в промывную колонну 4

через ее нижний конец между сборником колонны и нижней зоной массопереноса. Затем в противотоке в отношении промывочного средства он сначала течет через нижнюю зону массопереноса, в которой осуществляется предварительное отделение метанола путем абсорбции в промывочном средстве. Затем поток газа, подлежащий очистке, течет через разделительную тарелку и верхнюю зону массопереноса, в которой осуществляется окончательное выделение остаточного метанола до следовых количеств. Уже очищенный поток газа выпускают посредством трубопровода 5 и высвобождают в окружающую среду или подают на последующую обработку.

В примере по настоящему изобретению поток газа, подлежащий очистке, представляет собой поток отработанного газа из резервуаров для хранения метанола. В них применяют инертный газ, зачастую азот, в качестве продувочного газа или буферного газа с целью предотвращения контакта хранимого метанола с воздухом. За счет этого инертный газ обогащен значительными количествами метанола.

Устройство для промывания согласно настоящему изобретению или способ выделения согласно настоящему изобретению подобным образом можно применять для выделения метанола из отработанных газов в расширительных резервуарах для метанола, или из продувочного газа, образованного при синтезе метанола, или из комбинаций вышеуказанных отработанных газов.

Во втором аспекте способа согласно настоящему изобретению или устройства для промывания согласно настоящему изобретению, показанного на фиг. 2, в дополнение к варианту осуществления, показанному на фиг. 1, часть промывочного средства, нагруженного метанолом, которое выпускают из сборника колонны, рециркулируют в теплообменник 9 посредством трубопровода 17, насоса 18 и трубопровода 19 и загружают в указанный теплообменник вместе с промывочным средством, выпускаемым из промывной колонны 4 посредством трубопровода 8. Таким образом, увеличивается пропускная способность в отношении промывочного средства в нижней области промывной колонны и, следовательно, скорость выделения метанола. Путем охлаждения объединенного потока промывочного средства из трубопроводов 8 и 19 скорость выделения метанола увеличивается еще больше.

В третьем аспекте способа согласно настоящему изобретению и устройства для промывания согласно настоящему изобретению, показанного на фиг. 3, промывная колонна 4 в качестве дополнения к варианту осуществления, показанному на фиг. 2, оснащена дополнительным устройством для конденсации, предпочтительно обратным холодильником, установленным в верхней области внутреннего пространства выше верхней зоны массопереноса и выше верхнего распределителя жидкости. За счет этого общая скорость выделения метанола в устройстве для промывания снова увеличивается, и поток газа, выпускаемый через трубопровод 5, освобождается от последних остатков метанола. Применение устройства для конденсации также возможно в аспекте настоящего изобретения, показанном на фиг. 1, т.е. без рециркуляции нагруженного промывочного средства через трубопровод 19. Общая скорость отделения метанола немного ниже, чем в аспекте, показанном на фиг. 3.

На фиг. 4 показано встраивание устройства для промывания согласно настоящему изобретению в блок-схему обработки и хранения неочищенного метанола, образованного при синтезе метанола.

Посредством трубопровода 101 синтез-газ, состоящий из водорода и оксидов углерода, вводят в реактор 102 для синтеза метанола, который в данном документе показан только схематически и не описан подробно, в котором синтез-газ частично превращают в метанол при условиях синтеза метанола. Неочищенный метанол, полученный в способе, выпускают из реактора для синтеза метанола посредством трубопровода 10.

Самую большую часть синтез-газа, не превращенного во время синтеза метанола, рециркулируют во впускное отверстие реактора для синтеза метанола посредством не проиллюстрированного контура синтез-газа. Посредством трубопровода 103 оставшуюся часть непревращенного синтез-газа выпускают из реактора для синтеза метанола в качестве продувочного газа или промывочного газа и направляют в устройство 104 для промывания продувочного газа. Это, собственно, уже известная промывная колонна, которая может быть оснащена тарелками, слоями насадки или структурированными насадками с целью усиления массового переноса между газом и жидкостью. Поток продувочного газа загружают в устройство для промывания продувочного газа в его нижней части и в противотоке приводят в контакт с потоком воды, подаваемым в качестве промывочного средства посредством трубопровода 105, за счет чего обеспечивается уменьшение содержания паров метанола. В иллюстративном варианте осуществления настоящего изобретения и в вариантах осуществления, описанных ниже, в качестве промывочного средства применяют деминерализованную воду, если не указано иное.

Продувочный газ, обедненный по метанолу, выходит из устройства для промывания продувочного газа посредством трубопровода 106. Затем его можно необязательно нагревать в теплообменнике 107 путем непрямого теплообмена с паром при низком давлении в качестве нагревающей среды и посредством трубопровода 108 выпускать из способа и направлять в непроиллюстрированную систему извлечения водорода.

Воду, нагруженную метанолом в устройстве для промывания продувочного газа, выпускают из него посредством трубопровода 109 и вместе с неочищенным метанолом, подаваемым посредством трубопровода 110, направляют в расширительный резервуар 112 посредством трубопровода 111. Понижают давление смеси неочищенного метанола и воды в указанном расширительном резервуаре от 7,0 до давления

0,5 МПа изб. (изб. обозначает соответствующую единицу давления при избыточном давлении). В устройстве 113 для промывания расширенного газа, конструкционно соединенном с расширительным резервуаром и обладающем связью с ним по текучей среде, газы или пары, высвобождаемые во время понижения давления, приводят в контакт с потоком воды, подаваемым в качестве промывочного средства посредством трубопровода 114, за счет чего обеспечивается уменьшение содержания паров метанола. Устройство для промывания расширенного газа также представляет собой, собственно, уже известную промывную колонну, которая может быть оснащена тарелками, слоями насадки или структурированными насадками с целью усиления массового переноса между газом и жидкостью. Поток расширенного газа, обедненного по метанолу, выходит из устройства для промывания расширенного газа посредством трубопровода 115.

Не находящуюся под давлением смесь неочищенного метанола и воды выпускают из расширительного резервуара 112 посредством трубопровода 116. Посредством трубопровода 117 ее можно полностью или частично направлять в непроиллюстрированное устройство для перегонки, в котором неочищенный метанол дополнительно обрабатывают до чистого метанола путем отделения воды посредством перегонки.

Посредством трубопровода 118 часть смеси неочищенного метанола и воды, не направляемых в устройство для перегонки, направляют в резервуар 119 и вводят в него. Позже неочищенный метанол можно отбирать из резервуара и подавать на обработку посредством перегонки. Резервуар 119 представляет собой резервуар с закрепленной крышкой, в которой свободный внутренний объем резервуара заполняют азотом, который подают посредством непроиллюстрированного трубопровода, и таким образом инертизируют. Таким образом, атмосфера азота насыщена метанолом. При загрузке резервуаров или вследствие дыхания резервуара, например вследствие солнечного излучения, азот, нагруженный метанолом, выпускают из резервуара посредством трубопровода 120 с целью предотвращения избыточного давления в резервуаре. Данный поток инертизирующего газа, нагруженного парами метанола, направляют в устройство 4 для промывания газа, подают в него в его нижней части и в противотоке приводят в контакт с потоком воды, подаваемым в качестве промывочного средства посредством трубопровода 1, за счет чего обеспечивается уменьшение содержания паров метанола.

Посредством трубопровода 15 промывочное средство, нагруженное метанолом, выпускают из установки для промывания инертизирующего газа и направляют в расширительный резервуар 12 посредством трубопровода 111. Если существуют заметно разные значения давления в трубопроводах 15 и 111, промывочное средство, нагруженное метанолом, также можно направлять в расширительный резервуар отдельно от трубопровода 111.

На фиг. 5 показано встраивание устройства для промывания согласно настоящему изобретению в блок-схему обработки и хранения неочищенного метанола, образованного при синтезе метанола, в дополнительном аспекте.

Способ согласно настоящему изобретению и устройство согласно настоящему изобретению соответствуют аспекту, показанному на фиг. 4, до компонента 120 установки. Однако в данном случае добавлен трубопровод 131, с помощью которого по меньшей мере часть промывочного средства, выпускаемого из установки для промывания посредством трубопровода 15, направляют в установку 113 для промывания расширенного газа посредством трубопровода 114. Вследствие аспекта настоящего изобретения, показанного на фиг. 5, особенно большую часть деминерализованной воды, применяемой в качестве промывочного средства, в установке для промывания расширенного газа можно заменить потоками воды, нагруженной метанолом, из устройства 4 для промывания.

На фиг. 4 и 5 каждое устройство для промывания показано только схематически. Таким образом, следует отметить, что при его встраивании в блок-схему обработки и хранения неочищенного метанола, образованного при синтезе метанола, можно применять различные конфигурации установки для промывания, в частности также конфигурации, показанные на фиг. 1-3.

Численные примеры

В следующем численном примере рассматривается отделение метанола от отработанного инертизирующего газа из резервуарной станции для метанола. Инертизирующий газ на основе азота насыщали метанолом при 42°C. Объемный расход каждого отработанного газа составлял 100000 станд. куб. фут/час, что соответствует 2831,68 м³/ч. Состав отработанного инертизирующего газа представлял собой следующее: азот - 66,75, вода - 0,008 об.%, метанол - 33,17 об.%, метилэтилкетон (МЕК) - 2,4 об. ppm, этанол - 1,2 об. ppm, 2-пропанол - 0,3 об. ppm.

Во всех случаях, описанных ниже, применяли деминерализованную воду при массовом расходе 2900 кг/ч и температуре 40°C в качестве свежего промывочного средства. Каждая используемая промывная колонна содержала то же число теоретических тарелок и была оснащена полуглухой тарелкой в качестве разделительной тарелки. В качестве охлаждающей среды применяли деминерализованную воду с 25 вес.% моноэтиленгликоля в качестве антифриза, при этом температура каждого прямого потока составляла 5°C и температура каждого обратного потока составляла 15°C.

В следующей таблице перечислены численные примеры аспектов настоящего изобретения, показанных на фиг. 1-3.

Как можно видеть из таблицы, общая степень выделения метанола составляет более 99% во всех трех аспектах настоящего изобретения. Аспект согласно фиг. 3 характеризовался самой высокой общей степенью выделения метанола в количестве 99,98%. Общее потребление охлаждающего средства даже немного снижено по сравнению с аспектом согласно фиг. 2.

		Фигура 1	Фигура 2	Фигура 3
		Без рециркулирующего трубопровода 19	С рециркулирующим трубопроводом 19	С рециркулирующим трубопроводом 19 и обратным холодильником 20
Конфигурация				
Отработанный инертизирующий газ				
Массовый расход метанола	кг/ч.	1270,6	1270,6	1270,6
<u>Состав:</u>				
Азот	об. %		66,75	
Вода	об. %		0,008	
Метанол	об. %		33,17	
МЕК	об. ppm		2,4	
Этанол	об. ppm		1,2	
2-Пропанол	об. ppm		0,3	
Объемный расход	Станд. куб. фут/час		100,000	
Температура	°C		42,0	

Очищенный отработанный газ				
Температура	°C	52,2	20,5	15,0
Массовый расход метанола	кг/ч.	10,8121	0,4087	0,2434
<u>Состав:</u>				
Азот	об. %	86,27	97,64	98,33
Вода	об. %	13,37	2,35	1,66
Метанол	об. ppm	3649	156,1	93,6
МЕК	об. ppm	3,1	3,5	3,5
Этанол	об. ppm	1,5	1,5	1,5
2-пропанол	об. ppm	0,3	0,4	0,4
Общая степень отделения метанола		99,15%	99,97%	99,98%
Массовый расход по трубопроводу 19	кг/ч.	0	8500	3600
Потребление охладителя (номер по кат.)				
2	кг/ч.	8236	8236	8236
9	кг/ч.	13175	34866	28131
20	кг/ч.	0	0	6653
Всего	кг/ч.	21411	43102	43020
Теплообменник (номер по кат.)				
	U*A			
2	Вт/°C	6580	6580	6580
9	Вт/°C	8260	26400	17800
20	Вт/°C	0	0	5540
Всего	Вт/°C	14840	32980	29920

Промышленная применимость

С помощью настоящего изобретения предложены устройство для промывания и способ эффективного выделения и извлечения метанола из отработанных газов, нагруженных метанолом, при этом настоящее изобретение также можно применять в виде объединенной блок-схемы получения и обработки метанола. Части метанола, выделенные из отработанных газов, извлекают в пределах уже существующей обработки неочищенного метанола посредством перегонки с получением чистого метанола, так что нет необходимости в отдельных устройствах для извлечения метанола из нагруженной отработанной воды из газоочистителя. Ценное вещество, которым является метанол, извлекают, и влияние на окружающую среду уменьшается. С помощью конкретных аспектов настоящего изобретения общую степень выделения метанола можно адаптировать к местно применяемым предельно допустимым величинам выбросов в атмосферу.

Перечень номеров позиций:

- 1 - трубопровод;
- 2 - теплообменник;
- 3 - трубопровод;
- 4 - промывная колонна;
- 5 - трубопровод;
- 6 - верхняя зона массопереноса;
- 7 - разделительная тарелка;

8 - трубопровод;
 9 - теплообменник;
 10 - трубопровод;
 11 - нижняя зона массопереноса;
 12 - трубопровод;
 13 - трубопровод;
 14 - насос;
 15 - трубопровод;
 16 - трубопровод;
 17 - трубопровод;
 18 - насос;
 19 - трубопровод;
 20 - устройство для конденсирования;
 101 - трубопровод;
 102 - реактор для синтеза метанола;
 103 - трубопровод;
 104 - устройство для промывания продувочного газа;
 105 - трубопровод;
 106 - трубопровод;
 107 - теплообменник;
 108 - трубопровод;
 109 - трубопровод;
 110 - трубопровод;
 111 - трубопровод;
 112 - расширительный резервуар;
 113 - устройство для промывания расширенного газа;
 114 - трубопровод;
 115 - трубопровод;
 116 - трубопровод;
 117 - трубопровод;
 118 - трубопровод;
 119 - резервуар;
 120 - трубопровод;
 131 - трубопровод.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Устройство для промывания, предназначенное для выделения метанола из газов посредством промывания водой, содержащее следующие компоненты и узлы:

(а) промывная колонна, содержащая рубашку, которая проходит вдоль продольной оси, проходящей параллельно вертикальной оси, и которая окружает внутреннее пространство промывной колонны, при этом внутреннее пространство разделено на верхнюю и нижнюю области, каждая из которых содержит по меньшей мере одну зону массопереноса и которые отделены друг от друга с помощью разделительной тарелки, при этом тарелка является проницаемой для потока газа, направленного из нижней в верхнюю зону массопереноса, но является непроницаемой для потока жидкости, направленного из верхней в нижнюю зону массопереноса, и является подходящей для временного хранения определенного объема промывочного средства, текущего из верхней зоны массопереноса, при этом верхняя и нижняя зоны массопереноса оснащены элементами для массопереноса;

(b) первый теплообменник, трубопровод для подачи воды в качестве промывочного средства в первый теплообменник, трубопровод для выпуска охлажденного потока промывочного средства из первого теплообменника и для подачи охлажденного потока промывочного средства в верхнюю область промывочной колонны, при этом точка добавления расположена выше верхней зоны массопереноса и выполнена в виде распределителя жидкости;

(с) второй теплообменник, трубопровод для выпуска потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, из разделительной тарелки и для подачи потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, во второй теплообменник, трубопровод для выпуска охлажденного потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, из второго теплообменника и для подачи охлажденного потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, в нижнюю область промывочной колонны, при этом точка добавления расположена ниже полуглухой тарелки и выше нижней зоны массопереноса и выполнена в виде распределителя жидкости;

(d) трубопровод для выпуска потока промывочного средства, нагруженного метанолом, из нижней области промывочной колонны в качестве ее нижнего продукта, при этом точка отбора нагруженного по-

тока промывочного средства расположена ниже нижней зоны массопереноса;

(е) трубопровод для подачи потока газа, нагруженного метанолом, в нижнюю область промывной колонны, при этом точка добавления расположена ниже нижней зоны массопереноса;

(ф) трубопровод для выпуска потока газа с уменьшенной его нагрузкой метанолом из верхней области промывной колонны в качестве ее верхнего продукта, при этом точка отбора потока газа расположена выше верхней зоны массопереноса.

2. Устройство для промывания по п.1, дополнительно содержащее трубопровод для рециркуляции по меньшей мере части нижнего продукта промывной колонны во второй теплообменник, где рециркулируемая часть нижнего продукта промывной колонны объединяется с потоком промывочного средства, частично нагруженного метанолом.

3. Устройство для промывания по п.1 или 2, дополнительно содержащее устройство для конденсирования, расположенное в верхней области внутреннего пространства выше верхней зоны массопереноса и выше верхнего распределителя жидкости, предпочтительно обратный холодильник.

4. Устройство для промывания по любому из предыдущих пунктов, в котором разделительная тарелка выполнена в виде полуглухой тарелки.

5. Устройство для промывания по любому из предыдущих пунктов, в котором элементы для массопереноса представлены разделительными тарелками, ситчатыми тарелками, колпачковыми тарелками, клапанными тарелками, структурированными насадками, или слоями насадки, или комбинациями данных элементов для массопереноса.

6. Способ выделения и извлечения метанола из газов посредством промывания водой в устройстве для промывания по любому из пп.1-5, включающий следующие стадии:

(а) подача воды в качестве промывочного средства в первый теплообменник, охлаждение промывочного средства в первом теплообменнике, выпуск охлажденного потока промывочного средства из первого теплообменника и подача охлажденного потока промывочного средства в верхнюю область промывной колонны, при этом точка добавления расположена выше верхней зоны массопереноса и выполнена в виде распределителя жидкости;

(б) выпуск потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, из разделительной тарелки и подача потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, во второй теплообменник, выпуск охлажденного потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, из второго теплообменника и подача охлажденного потока промывочного средства, частично нагруженного метанолом, в нижнюю область промывной колонны, при этом точка добавления расположена ниже полуглухой тарелки и выше нижней зоны массопереноса и выполнена в виде распределителя жидкости;

(с) выпуск потока промывочного средства, нагруженного метанолом, из нижней области промывной колонны в качестве ее нижнего продукта, при этом точка отбора нагруженного потока промывочного средства расположена ниже нижней зоны массопереноса;

(д) подача потока газа, нагруженного метанолом, в нижнюю область промывной колонны, при этом точка добавления расположена ниже нижней зоны массопереноса;

(е) выпуск потока газа с уменьшенной его нагрузкой метанолом из верхней области промывной колонны в качестве ее верхнего продукта, при этом точка отбора потока газа расположена выше верхней зоны массопереноса.

7. Способ по п.6, отличающийся тем, что по меньшей мере часть нижнего продукта промывной колонны рециркулируют во второй теплообменник и объединяют с потоком промывочного средства, частично нагруженного метанолом.

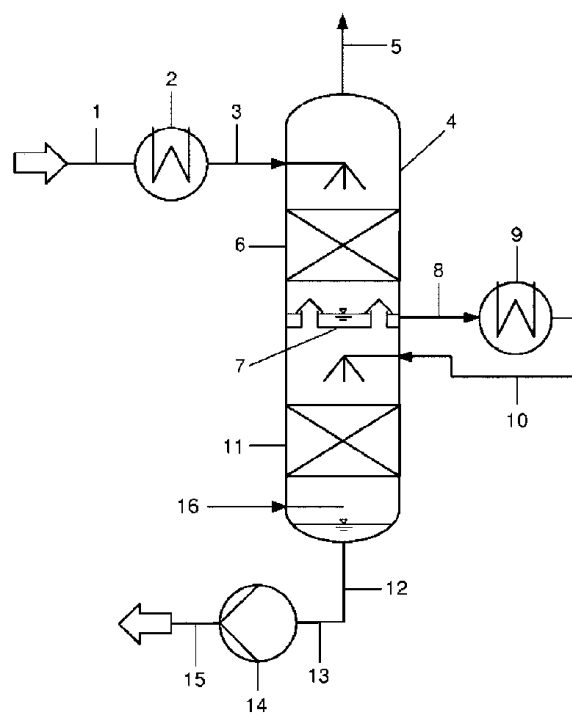
8. Способ по п.6, отличающийся тем, что объединение нижнего продукта промывной колонны с потоком промывочного средства, частично нагруженного метанолом, осуществляют перед их подачей во второй теплообменник.

9. Способ по любому из предыдущих пунктов, отличающийся тем, что конденсацию жидкости из потока газа, выходящего из верхней зоны массопереноса, осуществляют посредством устройства для конденсирования, расположенного в верхней области внутреннего пространства выше верхней зоны массопереноса и выше верхнего распределителя жидкости, предпочтительно обратного холодильника.

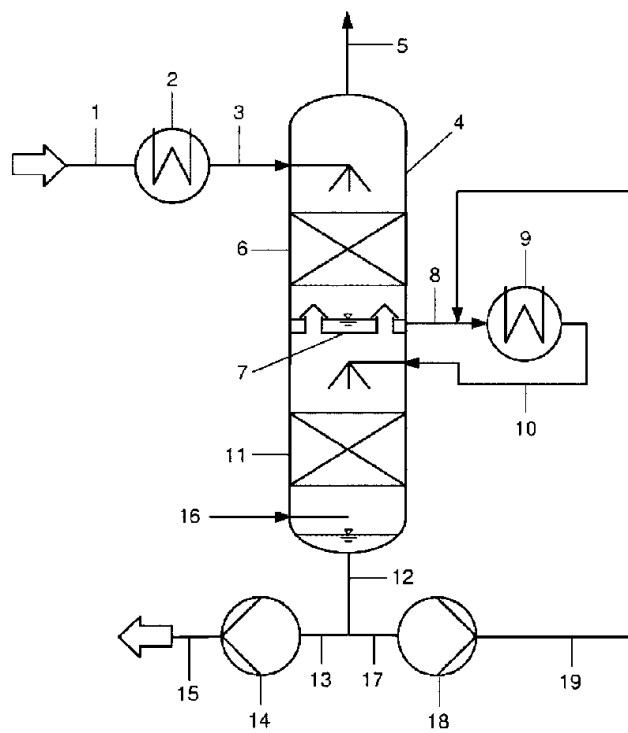
10. Способ по любому из предыдущих пунктов, отличающийся тем, что его применяют для выделения и извлечения метанола из отработанных газов, образованных в резервуарах для хранения метанола, или из отработанных газов, образованных в расширительных резервуарах для метанола, или из промывочного газа, образованного при синтезе метанола, или из комбинаций данных отработанных газов.

11. Способ по любому из предыдущих пунктов, отличающийся тем, что в качестве промывочного средства применяют деминерализованную воду.

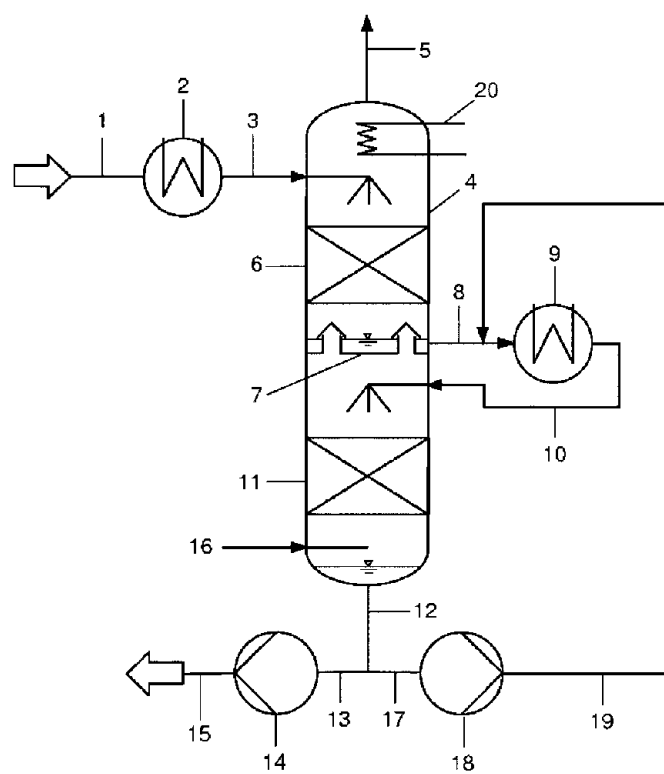
12. Способ по любому из предыдущих пунктов, отличающийся тем, что нижний продукт промывной колонны подают в расширительный резервуар для метанола, резервуар для хранения метанола или устройство для перегонки для получения чистого метанола.



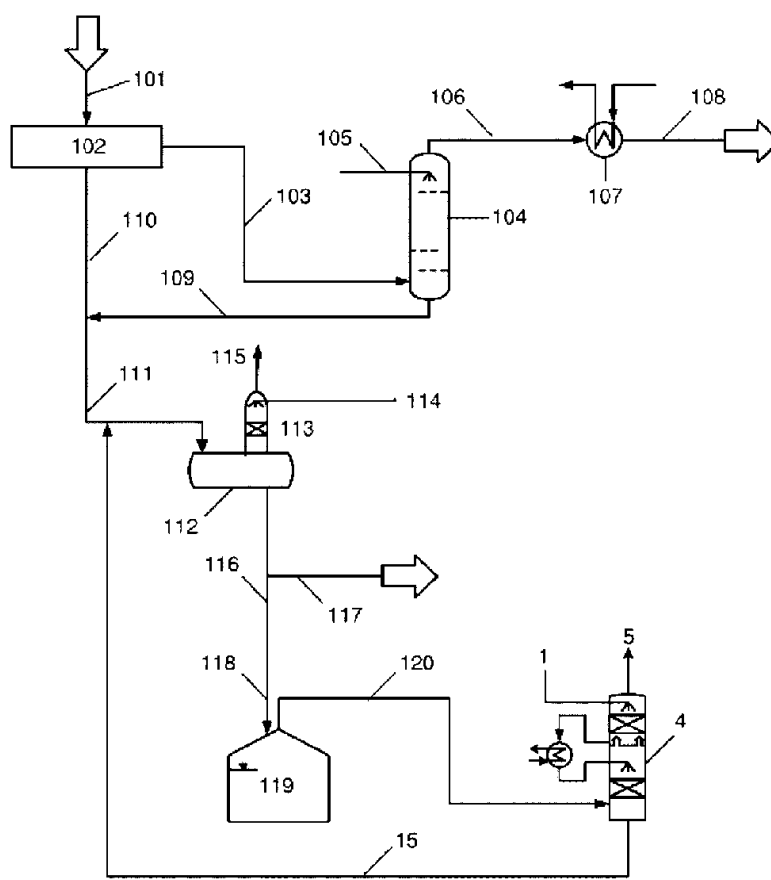
Фиг. 1



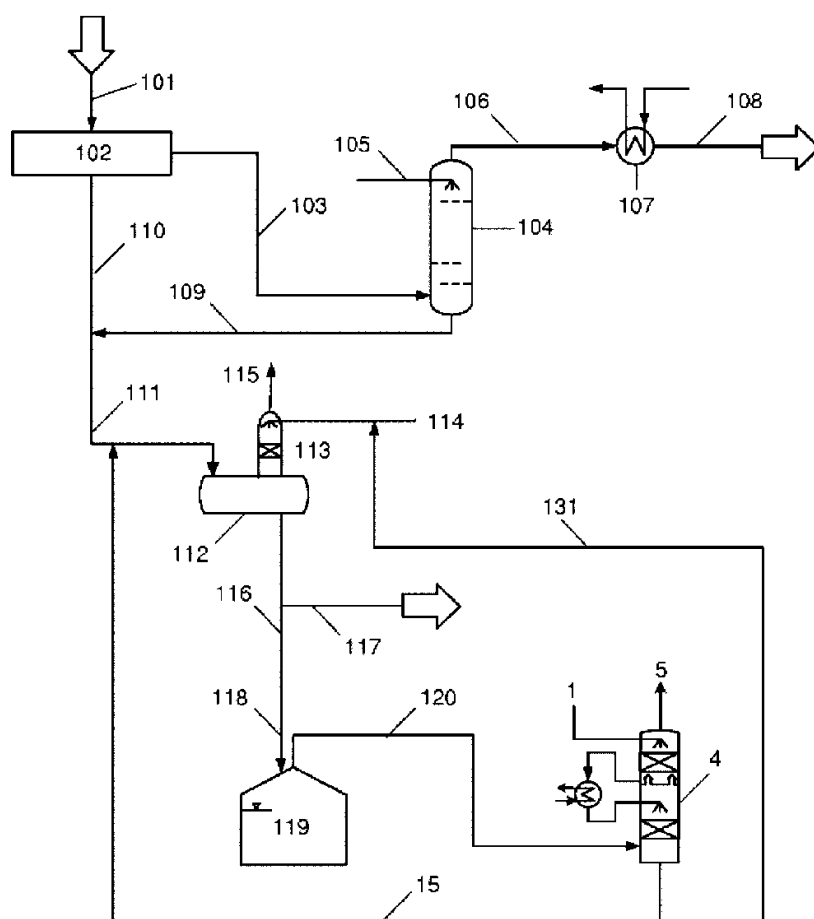
Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2