

PATENTE DE INVENCION

I/125.

25



251700

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de obtención de acetileno puro
partiendo de gas de pirolisis de hidrocarburos"

Solicitante: SOCIETE BELGE DE L'AZOTE ET DES PRODUITS CHIMIQUES
DU MARLY, entidad belga, domiciliada en
4, Boulevard Piercot, LIEGE, Bélgica.

Este invento se refiere a un procedimiento
de concentración y depuración o purificación del
acetileno contenido en gases de descomposición
térmica de hidrocarburos.

5.

Es sabido que pueden prepararse hidrocar-



- buros no saturados, en especial el acetileno y las olefinas, partiendo de hidrocarburos más saturados, sometiendo estos a un tratamiento térmico, por ejemplo por inyección en gases calientes de una o varias llamas alimentadas, con preferencia, por oxígeno y por hidrógeno (u otro gas combustible, rico en hidrógeno) o por combustión parcial de hidrocarburos gaseosos. En el curso de estas reacciones, además del acetileno y de las olefinas, se forman otros compuestos no saturados, en especial el diacetileno, el metilacetileno y otros homólogos superiores del acetileno, así como propadieno, butadieno, etc.

- El acetileno está pues diluido y contaminado por estas diversas impurezas de las que se trata de separarle con un rendimiento elevado y en estado suficientemente puro para que sea utilizado en las reacciones catalíticas químicas.

- Los procedimientos generalmente utilizados para este objeto, comprenden esencialmente dos operaciones principales:

- a) lavado del gas de pirolisis por un disolvente de las impurezas del acetileno, disolvente en el que la solubilidad del acetileno es reducida.

- Esta primera operación se denominará desde ahora operación de limpieza previa.

- b) tratamiento del gas previamente limpiado, por un disolvente selectivo del acetileno.

- Esta segunda operación consiste, por tanto, en una concentración del acetileno contenido en el



gas previamente limpiado.

- Es conocido el eliminar las impurezas, en la limpieza previa, por lavado del gas de pirolisis por hidrocarburos líquidos, en los que la solubilidad del acetileno es reducida; este lavado se realiza en una o en varias etapas, según el hidrocarburo de lavado utilizado y el grado de pureza deseado ulteriormente para el acetileno concentrado. Sin embargo, estos distintos procedimientos no proporcionan una satisfacción completa cuando se aplican en las instalaciones industriales, en las que muy a menudo se utilizan como hidrocarburos de lavado, mezclas de distintas fracciones algunas de las cuales tienen un punto de ebullición bajo. Así, por ejemplo, se utilizan a veces, como hidrocarburos de lavado los mismos que se someten a la pirolisis. En estas condiciones, se produce un arrastre importante de las fracciones ligeras en el gas no disuelto durante el lavado, y que, exento de una proporción importante de los acetilénicos superiores, se somete a continuación al tratamiento de concentración del acetileno. La parte arrastrada de líquidos de lavado, provoca perturbaciones en el curso de esta disolución selectiva del acetileno.
5. Parecería pues más ventajoso, utilizar, como disolvente líquido de limpieza previa, una mezcla de fracciones de hidrocarburos de punto de ebullición elevado. Pero, los ensayos realizados con distintas mezclas, han evidenciado que el líquido de limpieza o depuración previa posee un poder
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



251700

disolvente de las impurezas, tanto más elevado cuanto más se aproxima el peso molecular de este líquido, al peso molecular de las impurezas a eliminar.

5. Por tanto, hay que utilizar un disolvente de limpieza previa que permita establecer un compromiso entre estas dos condiciones practicamente antagónicas: volatilidad reducida y peso molecular bajo.

10. Este disolvente de limpieza previa, ha de responder además a otras condiciones, que aseguren una limpieza o depuración eficaz y sin peligro.

15. Se sabe, en efecto, que las impurezas que acompañan al acetileno dan origen facilmente a polímeros, cuya manipulación es peligrosa y que tienen tendencia a formar depósitos en las canalizaciones y los aparatos de tratamiento de los gases de pirolisis, depósitos que pueden producir rapidamente obstrucciones. Es pues necesario que el líquido de lavado pueda utilizarse en condiciones de temperatura y de presión tales que estos polímeros se retengan por el líquido de lavado quedando disueltos en él.

20. Por otra parte, para evitar las re-circulaciones importantes y onerosas y para facilitar así la operación de limpieza previa, el líquido de lavado no debe disolver más que un mínimo de acetileno y de etileno, y ha de ser facilmente regenerable y de manipulación cómoda.

25. Además, para que el conjunto de las operaciones de depuración previa y de concentración
- 30.

25 AG



- 5 -

251700

del acetileno sea especialmente eficaz, es necesario que las pequeñas cantidades de impurezas no eliminadas por el primer disolvente (o disolvente de depuración previa) queden retenidas por el segundo disolvente

5. (o disolvente de concentración del acetileno) y permanezcan disueltas en este segundo disolvente, cuando este se somete a tratamiento para poner en libertad finalmente el acetileno puro. Así pues, es necesario disponer sucesivamente de dos disolventes complementarios.
- 10.

Este invento tiene también por objeto permitir llevar a cabo estas operaciones de depuración previa y de concentración, bajo presión, sin que de ello deriven peligros de explotación con objeto de obtener directamente acetileno concentrado bajo presión, directamente utilizable para las reacciones de síntesis química.

- 15.
- Estas distintas condiciones, se cumplen, de acuerdo con el procedimiento de este invento, que consiste en realizar la depuración previa del gas de pirolisis lavándolo con keroseno (mezcla de fracciones de hidrocarburos que tengan un punto de ebullición comprendido entre 175° y 225°C. y un peso molecular de 180), a una temperatura de -10 a -40°C. y sometido a una presión de 1 a 10 atmósferas,
- 20.
- 25.
- 30.
- en realizar luego la concentración final del acetileno por tratamiento del gas previamente depurado por amoníaco líquido anhidro a una temperatura de -10 a -70°C. y a una presión de 1 a 10 atmósferas y, finalmente, en hacer que, por destilación, se



desprenda el acetileno disuelto en el amoníaco anhidro.

5. Al permitir el keroseno la eliminación practicamente total de las impurezas contenidas en el gas de pirolisis, resulta que la operación de concentración del acetileno contenido en el gas previamente depurado, se hace sensiblemente más fácil: cantidad menor de disolvente a utilizar para un mismo volumen de gas de pirolisis previamente depurado, regeneración más fácil, etc.

10. Como disolvente selectivo de acetileno, resulta especialmente ventajoso el emplear el amoníaco líquido. En efecto, se ha observado que la reducida cantidad de determinadas impurezas que no se eliminan por completo por el keroseno, son especialmente fáciles de separar del acetileno al lavar el gas de pirolisis por el amoníaco, cuyo punto de ebullición se encuentra entre el del acetileno y el de estas impurezas. El keroseno y el amoníaco líquido, actúan pues como disolventes complementarios.

15. Otros disolventes del acetileno no ofrecen esta ventaja especialmente interesante. Del mismo modo, la substitución del keroseno por otros disolventes en la depuración previa, deja en el gas de pirolisis impurezas que, con el amoníaco líquido, forman mezclas azeotrópicas de punto de ebullición muy próximo al del acetileno.

20. El anhídrido carbónico, que con el amoníaco forma carbamato amónico, y determinados constituyentes facilmente condensables del gas de pirolisis,

30.



susceptibles de solidificarse y de obstruir los aparatos de purificación a las bajas temperaturas en que se realiza la extracción del acetileno, deben eliminarse evidentemente antes del tratamiento por el keroseno y el amoníaco.

5.

El procedimiento de extracción del acetileno y del etileno en estado practicamente puro comprende pues, en orden principal, las etapas siguientes:

10.

1ª) tratamiento del gas de pirolisis, previamente desprovisto del negro de carbón y del alquitrán o brea, para separar de aquél el anhídrido carbónico.

15.

2ª) secado y enfriamiento del gas de pirolisis para fijar el agua de saturación y eliminar los hidrocarburos facilmente condensables.

20.

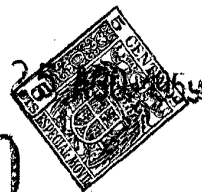
3ª) depuración o limpieza previa del gas de pirolisis por lavado con keroseno a baja temperatura para disolver, selectivamente los homólogos superiores del acetileno y otros hidrocarburos no saturados, no disolviendo más que una pequeña fracción del acetileno y del etileno.

25.

4ª) concentración del acetileno contenido en el gas previamente depurado, por disolución a baja temperatura, en el amoníaco líquido, del acetileno contenido en este gas, y luego destilación de la solución amoniacal "acetilenada" para desprender el acetileno puro de la misma.

30.

Este procedimiento ofrece la ventaja de ser especialmente flexible, dado que permite tratar gases de pirolisis cuya composición es muy variable. La



5. tabla siguiente proporciona a título de ejemplo, dos análisis de gas de pirolisis que muestran la complejidad de estas mezclas gaseosas y la variación de la proporción de distintos componentes; las cifras indicadas son las composiciones centesimales volumétricas:

TABLA I

	Componentes del gas de pirolisis	Por combustión parcial de metano	Por pirolisis de nafta
10.	Acetileno	8,1	8,5
	Etileno	0,3	16,2
	Metano	4,8	14,1
	Etano	-	0,5
15.	Metilacetileno	0,13	} 0,8
	Propadieno	0,04	
	Propileno	-	1,3
	Diacetileno	0,1	0,05
	Vinilacetileno	0,03	0,45
20.	Butadieno	-	0,6
	Butenos	-	0,2
	Ciclopentadieno	-	0,35
	Pentadieno	-	0,05
	Benceno	-	0,5
25.	Tolueno	-	0,1
	Fenilacetileno	-	0,1

30. El resto de estos gases está constituido, principalmente, por hidrógeno, óxido de carbono, anhídrido carbónico, nitrógeno, etc.

- 9 - 251700



El ciclo de operaciones a que se aplica este invento, comprende, por ejemplo, las etapas siguientes, con referencia al esquema general representado en la figura 1 de los dibujos adjuntos.

5. El gas de pirolisis, desprovisto del negro de carbón, de brea o alquitrán y de otros componentes condensables, se dirige, por el conducto 1, al gasómetro 2, desde el cual, después de elevado a una presión de algunas atmósferas, por el compresor
10. 3, se introduce en un dispositivo de descarbonatación, representado simbólicamente por la columna 4. Esta operación es necesaria para evitar la formación de carbamato amónico, poco soluble en el amoniaco líquido utilizado para la disolución del acetileno.
15. Esta descarbonatación, puede llevarse a cabo por uno cualquiera de los métodos conocidos por los peritos en la materia, por ejemplo, lavado del gas mediante soluciones amoniacaes. El gas de pirolisis así descarbonatado, se seca y enfría por paso a través
20. de un cambiador de calor 5, con ayuda de las frigorías que le cede el gas que sale de la columna 20 de disolución del acetileno por el amoniaco líquido.

Para evitar la formación de hielo o escarcha.

25. en los aparatos de secado, se inyecta metanol en el gas de pirolisis, por el conducto 6, antes de la entrada de este gas en el cambiador 5. El líquido de condensación recogido en el depósito 7 y eventualmente sometido a una expansión, si se ha trabajado a
30. presión, se mezcla con agua, Así se forman, en el



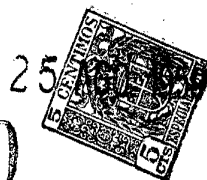
decantador 8, dos capas; la inferior constituida por una solución acuosa metanólica, mientras que la superior está formada por una mezcla de benceno, de tolueno y de xileno.

5. Al salir del cambiador 5 a una temperatura de -10 a -30°C ., el gas de pirolisis se lava, en una sola columna 9, por keroseno enfriado a -10 a -40°C ., a una presión de 1 a 10 atmósferas, y con preferencia, de 5 a 10 atmósferas. Este lavado tiene por efecto liberar al gas de casi la totalidad de los homólogos de acetileno y otras impurezas no saturadas que se encuentran luego disueltas en el líquido de lavado.
10. Al mismo tiempo, se absorben pequeñas cantidades de acetileno y de etileno; que se recuperan recalentando el keroseno a una temperatura de 10 a 30°C ., por paso a través del cambiador 10, y luego dejándolo expansionar parcialmente en una columna 11. De este modo, se liberan las pequeñas cantidades de acetileno y de etileno contenidas en el keroseno, y la mezcla se somete nuevamente a re-circulación de modo oportuno, por ejemplo al gasómetro 1 por el conducto 12.
15. Así separado del acetileno y del etileno, el keroseno se regenera por desgasificación de las impurezas disueltas. Para ello, se somete el keroseno a una nueva expansión, o a un ligero recalentamiento, o a un arrastre de los compuestos disueltos, por medio de un gas inerte, o a una combinación de estos procedimientos. Con preferencia,
20. el keroseno se regenera por desgasificación de las impurezas disueltas. Para ello, se somete el keroseno a una nueva expansión, o a un ligero recalentamiento, o a un arrastre de los compuestos disueltos, por medio de un gas inerte, o a una combinación de estos procedimientos. Con preferencia,
25. el keroseno se regenera por desgasificación de las impurezas disueltas. Para ello, se somete el keroseno a una nueva expansión, o a un ligero recalentamiento, o a un arrastre de los compuestos disueltos, por medio de un gas inerte, o a una combinación de estos procedimientos. Con preferencia,
30. el keroseno se regenera por desgasificación de las impurezas disueltas. Para ello, se somete el keroseno a una nueva expansión, o a un ligero recalentamiento, o a un arrastre de los compuestos disueltos, por medio de un gas inerte, o a una combinación de estos procedimientos. Con preferencia,



5. el keroseno experimenta una nueva expansión hasta una presión próxima a la presión atmosférica, luego se recaliente hasta una temperatura de 100 a 120°C, por paso, sucesivamente a través de un cambiador 13 y luego eventualmente por un recalentador 14 y se somete a continuación a un arrastre por un gas inerte en la columna 15. Como gas inerte, puede utilizarse oportunamente, vapor de agua, pero en tal caso la columna 15 ha de estar provista de un
10. dispositivo que mantenga en todos los puntos de la misma una temperatura superior al punto de rocío del vapor, en las condiciones de presión utilizadas, con objeto de evitar toda condensación de vapor de agua en el keroseno. Este dispositivo térmico
15. puede consistir, especialmente, en una envoltura de vapor de agua sometido a presión, que rodee la columna 15 en toda su longitud. Las impurezas que se hallaban disueltas en el keroseno, son arrastradas por este gas inerte, fuera de la columna 15 y salen por
20. el conducto 16, mientras que el keroseno regenerado y caliente se envía de nuevo a la columna de lavado del gas de pirolisis 9, por el conducto 17, atravesando sucesivamente los cambiadores 14 y 10 en los que cede sus calorías al keroseno impuro procedente de la columna de lavado 9, y luego el cambiador 12 en el que recibe un complemento de frigorías.
- 25.

30. El gas previamente depurado y enfriado a -10 a -40°C., que sale de la columna 9, entra por el conducto 19 en la columna 20 donde se realiza selectivamente la disolución del acetileno en el



amoníaco líquido anhidro introducido por el conducto 21. Las frigorías producidas por la vaporización del amoníaco, vaporización provocada por el paso del gas de pirolisis a través de este amoníaco líquido,

5. determinan el equilibrio térmico de la columna 20. Esta disolución selectiva del acetileno, se realiza a una presión de 1 a 20 atmósferas, con preferencia de 5 a 10 atmósferas.

10. El gas restante, así separado del acetileno, abandona esta columna 20 enfriado y saturado de amoníaco, por el conducto 22. Después de pasar al cambiador 5, en el que cede sus frigorías al gas de pirolisis a depurar, este gas se separa del amoníaco que le acompaña, con preferencia por lavado con agua,
15. en la columna 23, y luego se envía a una instalación de fraccionamiento 24. Este gas está constituido, en efecto, por etileno, hidrógeno, metano, óxido de carbono y nitrógeno especialmente, componentes que se separan por fraccionamiento en la instalación 24.
20. Así se recupera, entre otros cuerpos, etileno que tiene un grado de pureza especialmente elevado, directamente utilizable para fines de síntesis químicas.

25. El amoníaco líquido, después de disuelto el acetileno, se recoge en la base de la columna 20, y luego, después de compresión en el compresor 25 y de pasar por el cambiador 26, de recuperación de frigorías, se manda a la columna 27, donde por expansión parcial o por caldeo, o por los dos procedimientos combinados, se lleva a cabo la desgasi-
30. ficación de la totalidad del etileno disuelto,



- acompañado de una pequeña fracción del acetileno disuelto y de amoníaco. Después de la separación eventual, por ejemplo por lavado con agua, del amoníaco arrastrado, se hace circular de nuevo esta
5. mezcla de etileno y de acetileno, por el conducto 28, en el circuito de depuración, por ejemplo al gasómetro 2 del gas de pirolisis. También resulta posible prever una nueva circulación directa de esta mezcla hacia la columna de lavado 20. Por el
10. conducto 29, se manda el amoníaco líquido "acetilenado", que no contiene ya etileno, a la columna 30 donde se desprende el acetileno, por ejemplo por caldeo a baja temperatura. Este acetileno, acompañado de amoníaco gaseoso, abandona la columna 30 y penetra en
15. la columna 31, en la que el amoníaco se elimina por lavado. En cabeza de esta columna 31, se obtiene de este modo acetileno muy puro que, de acuerdo con las condiciones ulteriores de empleo, puede estar sensiblemente a la presión atmosférica, o sometido a
20. una presión superior.
- El amoníaco anhidro, retirado de la base de la columna 30, ya no contiene acetileno pero sí, todavía, la pequeña cantidad de impurezas del acetileno no eliminadas durante la depuración previa
25. en la columna 9. Se hace retornar este amoníaco líquido en su mayor parte, a la columna de lavado 20 por el conducto 21. El resto se somete a una destilación en la columna 32, para separar estas impurezas; el amoníaco purificado se re-envía
30. igualmente a la columna de lavado 20, por el



- 14 -

251700

conducto 21.

El procedimiento de este invento es aplicable a todos los gases procedentes del tratamiento térmico de hidrocarburos, bien sea por combustión parcial o por pirolisis en gases calientes de combustión.

5.

Es particularmente ventajoso cuando se aplica a un gas de pirolisis obtenido por inyección de un hidrocarburo líquido en gases calientes de combustión.

10.

En efecto, antes de la inyección en la cámara de pirolisis, este hidrocarburo líquido se gasifica oportunamente y se caldea previamente a la temperatura más elevada compatible con su naturaleza. En el transcurso de este caldeo previo, es necesario proteger térmicamente este hidrocarburo mezclándolo con vapor de agua. Ahora bien, arrastrando, por medio de vapor de agua, las impurezas del acetileno disueltas en el keroseno, se obtiene, a la salida de la columna 15, una mezcla de impurezas y de vapor de agua que puede mezclarse con el hidrocarburo a pirolizar. De este modo, el vapor de agua sirve a la vez de gas inerte arrastrador de las impurezas, y de diluyente del hidrocarburo a pirolizar y, además, estas impurezas se valorizan como materia prima que proporciona acetileno por descomposición térmica.

15.

20.

25.

Otra ventaja de este invento es que la mezcla gaseosa que penetra en la instalación de fraccionamiento 24, puede separarse en distintas

30.



fracciones, por ejemplo etileno, metano, mezcla de óxido de carbono y de hidrógeno, y gas residual.

Las fracciones metano y gas residual, con un complemento de óxido de carbono y de hidrógeno, constituyen

5. un gas especialmente interesante para formar, por combustión, los gases calientes en los que se inyecta el hidrocarburo a pirolizar. El resto de la mezcla de óxido de carbono y de hidrógeno constituye un producto selecto para las síntesis, por ejemplo de amoníaco, metanol, etc.
- 10.

Ensayos comparativos han demostrado que en general es más económico, teniendo en cuenta los elementos de explotación, llevar a cabo bajo presión la depuración previa del gas de pirolisis por el

15. keroseno, y la absorción selectiva del acetileno por el amoníaco. Por ejemplo, a una presión próxima a 10 kg/cm² y a una temperatura de -20 á -30°C. la solubilidad de las impurezas del acetileno en el keroseno resulta aumentada y los arrastres de

20. disolvente, por el efecto de la tensión de vapor, son extremadamente débiles. Por otra parte, independientemente de la reducción del volumen de la instalación, el trabajo bajo presión permite, para una pureza dada del acetileno, reducir considerablemente el gasto de

25. keroseno y los costes de recuperación de las impurezas disueltas por este disolvente. Además, como después de la separación del acetileno es necesario comprimir a unas 15 atmósferas el gas que sale de la columna
30. 20, antes de su entrada en la instalación de

- fraccionamiento 24, los consumos de energía adecuados



- 16 -

251700

para el conjunto del procedimiento, son más débiles si se trabaja bajo presión que a la presión atmosférica.

5. Otra ventaja del trabajo bajo presión en la columna de absorción 20, es que ésta, por funcionar en auto-regulación térmica por vaporización parcial de amoníaco, se equilibra a temperaturas menos bajas que si se hallara a la presión atmosférica. Así, a la presión atmosférica, la temperatura se establece de -60 á -70°C., mientras que a la presión de 7 atmósferas, esta temperatura se estabiliza de -25 á -35°C. y, por tanto, existe una reducción muy sensible de las pérdidas de frigorías.

15. La fig. 2 de los dibujos adjuntos muestra las solubilidades comprendidas a 7 atmósferas y -30°C. de componentes del gas de pirolisis, en el keroseno, en función de su proporciones contenidas. De esta gráfica resulta que el keroseno disuelve especialmente bien los hidrocarburos en C_4 y en C_3 (sobre todo los hidrocarburos en C_4) pero que su poder de disolución es débil para los hidrocarburos en C_2 , a saber, el acetileno y el etileno.

20. Ahora bien, el amoníaco líquido anhidro, actúa especialmente como disolvente complementario del keroseno para la obtención de acetileno puro. En efecto, tiene un poder de disolución elevado en relación con el acetileno y con la parte de las impurezas no retenidas por el keroseno, y solo disuelve muy poco el etileno.

25. La fig. 3 representa por otra parte las

30.



solubilidades comparadas del acetileno y del etileno en el amoníaco líquido, en función de sus proporciones en el gas de pirolisis, hallándose la columna de absorción 18 a una presión de 7 atmósferas y a una temperatura de -30°C .

5.

Se ha observado que la débil cantidad de etileno disuelto, al mismo tiempo que todo el acetileno, en el amoníaco líquido, puede separarse muy fácilmente por un desgasado parcial de la

10.

solución amoniaca. Se produce una "desorción" preferencial del etileno acompañado de amoníaco y de acetileno, fuera de la solución que no contiene ya más que acetileno y sus impurezas. La mezcla gaseosa así "desorbida" se manda nuevamente al ciclo de tratamiento del gas de pirolisis.

15.

De este modo, y teniendo en cuenta el hecho de que el poder disolvente del amoníaco para el etileno es reducido, el amoníaco disuelve siempre la misma cantidad de etileno, que circula en ciclo entre las columnas 20 y 26. De ello resulta que después de la puesta en regimen de la instalación, la totalidad del etileno contenido en el gas de pirolisis nuevo, se encuentra en la mezcla gaseosa que abandona el extremo superior de la columna de absorción 20 y se dirige al dispositivo de fraccionamiento 24.

20.

25.

En la base de la columna 27, se retira amoníaco líquido que en disolución ya no contiene más que acetileno y ciertas impurezas no retenidas durante el tratamiento del gas de pirolisis por el keroseno. Se separan fácilmente estos componentes distintos,

30.



1959

- 18 - 251700

por destilación ya que en las presiones previstas, el punto de ebullición del amoníaco está comprendido entre el del acetileno y los de las impurezas. El acetileno, acompañado por el amoníaco, entra, después de la expansión, en la columna 31 en la que el amoníaco se elimina por lavado, de tal modo que en cabeza de esta columna 31, sale acetileno muy puro.

5.

10.

15.

20.

25.

30.

La mezcla de acetileno y de amoníaco que abandona la columna 30, ha de tener una composición tal que, teniendo en cuenta la presión y la temperatura, no haya que temer ninguna reacción explosiva. Se han realizado ensayos sistemáticos y han demostrado que, para tener condiciones de seguridad absoluta, es preferible que esta mezcla de acetileno y de amoníaco sea una mezcla practicamente equiponderal (50% de acetileno, en peso y 50% de amoníaco en peso) a una presión de 16 atmósferas aproximadamente y a una temperatura de -30°C . Asimismo, la mezcla gaseosa de acetileno, etileno y amoníaco que abandona la cúspide de la columna 26 ha de tener una composición próxima al 50% en peso de amoníaco y 50% de acetileno y etileno.

El ejemplo siguiente aclara, sin limitarlo, el procedimiento de este invento aplicado al tratamiento de un gas de pirolisis obtenido por inyección de nafta en gases calientes de combustión.

El gas de pirolisis, despojado del negro de carbón, del alquitrán o brea y de otros

25170025



componentes condensables (1.000 m³.medidos a 0°C y a 760 mm. de mercurio) tiene la composición indicada en la tabla 2. Este gas de pirolisis se introduce en el gasómetro 2 después de haberse mezclado a los gases re-circulados, suministrados por los conductos 12 y 28 y procedentes, respectivamente, de la columna 11 de expansión de la solución de impurezas en el keroseno, y de la columna 27 en la que se desprende etileno disuelto en la solución amoniacal acetilenada.

5.

10.

Por medio del compresor 3, se eleva a una presión de 10 atmósferas la mezcla gaseosa procedente del gasómetro 2, y se realiza la descarbonatación de este gas en la columna 4, bajo una presión media de 9,5 atmósferas. Un método ventajoso de descarbonatación consiste en efectuar el lavado del gas

15.

por una solución amoniacal acuosa obtenida en la recuperación de los vapores de amoníaco arrastrados en los gases residuales, durante la etapa ulterior de absorción por el amoníaco. En el gas así descarbonatado, se introduce una pequeña proporción de metanol

20.

para evitar la formación de hielo o escarcha en el cambiador de calor 5, en el que se introducen los gases para secarlos y despojarlos de sus componentes condensados, especialmente los hidrocarburos cíclicos, y ello mediante refrigeración intensa con ayuda de las frigorías del gas residual

25.

procedente de la etapa de tratamiento por amoníaco líquido. La fracción líquida formada en el cambiador 5, se recoge en el recipiente 7 y luego, después de

30.



- expansión a la presión atmosférica, y de la adición de agua, se somete a una separación en fases en el decantador 8. La capa inferior es una solución acuosa metanólica, y la capa superior está
5. constituida, en su mayor parte, por benceno, tolueno y ciclopentadieno. Para una tonelada de acetileno concentrado recogido al terminal la operación (en cabeza de la columna 31), se recuperan 105 kg. de ciclo-pentadieno, 320 kg. de benceno y 70 kg. de tolueno.
- 10.
- A la salida del cambiador 5, el gas tiene la composición indicada en la tabla 2. Se introduce este gas (942 m³) en el fondo de la columna 9 en donde se somete a un lavado con keroseno. Se
15. utilizan 2.680 kgs. de keroseno, que se introduce por el remate de la columna de lavado 9, a una temperatura de -28,5°C. El lavado de depuración previa se realiza a una presión de 8,13 atmósferas. Por la base de la columna 9, se retira una solución de impurezas
20. del acetileno en el keroseno, a una temperatura de -18,5°C. Después del cambio de temperatura en el cambiador 10, con el keroseno purificado y re-circulado, esta solución de impurezas en keroseno se somete a una expansión en la columna 8. A causa de esta
25. expansión, las pequeñas cantidades de acetileno y de etileno que se habían disuelto por el keroseno, se liberan y se las envía de nuevo al principio del circuito de depuración, por el conducto 12 hacia el gasómetro 2. Después de recalentamiento en los
30. cambiadores 13 y 14, el keroseno expansionado se

251700²⁵



- 21 -

- introduce en la columna 15 en la que, por destilación y arrastre con vapor, se lleva a cabo la separación de las impurezas que se recuperan por el conducto 16. En el remate de la columna 15, la temperatura es de 120°C. aproximadamente. Estas impurezas se mandan de nuevo hacia el horno de pirolisis en donde constituyen alrededor del 10% del peso de la nafta sometida a la pirolisis. El keroseno purificado, se manda de nuevo a la columna 9, después de haberse
5. enfriado hasta una temperatura de -28,5°C. por
10. paso a través de los cambiadores 14 y 10 y después de haber recibido un complemento de frigorías en el cambiador 18, frigorías que proceden de un manantial exterior.
15. El gas previamente depurado (818 m³), que sale por el remate de la columna de lavado 9, pasa, por el conducto 19, a la columna 20 en la que se somete a un lavado con amoníaco líquido anhidro, con objeto de disolver selectivamente el acetileno. Antes
20. de entrar en esta columna 20, el gas tiene la composición indicada en la tabla 2. Para la disolución del acetileno en la columna 20, se utilizan 984 kg. de amoníaco anhidro líquido, que tiene una temperatura de -27°C. En esta columna, la presión es de 7,6
25. atmósferas. La solución de acetileno en el amoníaco se retira de la base de la columna 20 y tiene una temperatura de -35°C. El gas residual (742 m³) no disuelto por el amoníaco y cuya composición se indica en la tabla 2, pasa, por el conducto 22 y el
30. cambiador 5, a la columna de lavado con agua 23



(para fijar los vapores amoniacales arrastrados por el gas) y, desde ella, a la instalación de fraccionamiento 24, en la que penetra a una presión de 7 atmósferas. Se separa este gas en varias fracciones

5. entre ellas etileno, metano, una mezcla de hidrógeno y de óxido de carbono, que se obtienen puras y directamente utilizables para fines de síntesis químicas.

La solución amoniacal retirada de la base de la columna 20, contiene acetileno y etileno, así como una débil proporción de impurezas, no retenidas por el keroseno durante la depuración previa.

10. Después de haberse elevado a una presión de 18 atmósferas, por el compresor 25, y después de haber cedido una parte de sus frigorías al amoníaco que

15. penetra en la columna 20, esta solución acetilenada entra en la columna 27 en la que, por caldeo y expansión parcial hasta 16 atmósferas, se libera el etileno disuelto. Este último se hace retornar al

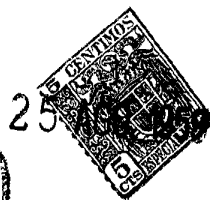
20. gasómetro 2. En la base de la columna 27, se recoge una solución de acetileno en el amoníaco que, por el conducto 29, se envía a la columna 30 para poner en libertad el acetileno. Este desgaseado del acetileno se realiza a una presión de 16 atmósferas y a una

25. temperatura de -30°C . en la cúspide de la columna 30, de modo a obtener una mezcla prácticamente equiponderal de acetileno y de amoníaco. Para obtener finalmente el acetileno puro, se lava esta mezcla con agua, para retirar el amoníaco. El acetileno así obtenido

30. (77,4 m3) tiene un grado de pureza sumamente elevado (99,6%) y su composición se indica en la tabla 2.

- 23 -

251700



El amoníaco recogido en la base de la columna 30 se manda de nuevo a la columna 20. Contiene todavía impurezas del acetileno y, por esta razón, se destila una parte de esta amoníaco en la columna 32.



TABLA 2.

251700

Componentes en moles %	Gas de pirolisis (entra por el conducto 1)	Gas descarbonatado y secado (entra en columna 9)	Gas previamente depurado (sale de la columna 9)	Gas residual (de la columna 20)	Acetileno puro
5. Acetileno	8,02	9,36	9,80	0,12	99,62
Etileno	15,57	19,0	18,86	20,78	0,11
Hidrógeno	30,17	32,2	36,93	40,91	-
10. Nitrógeno	0,28	0,30	0,34	0,38	-
Óxido de carbono CO	13,87	14,95	16,98	18,81	-
Anhidrido carbónico CO ₂	13,02	-	-	-	-
Metano	12,84	14,09	15,71	17,40	-
15. Etano	}	1,26	1,02	1,13	-
Metilacetileno + propadieno		2,24	0,04	0,02	0,25
Propileno		4,69	0,31	0,34	0,02
Diacetileno		0,12	-	-	-
20. Vinilacetileno		0,60	-	-	-
Butadieno		0,81	-	-	-
Buteno		0,15	-	-	-
Butano		6,23	0,02	-	-
Ciclopentadieno		0,12	-	-	-
25. Pentadieno		}	0,04	-	-
Penteno	-		-	-	
Pentano	-		-	-	
Benceno	0,03		-	-	
Ciclohexano	0,01		-	-	
30. Tolueno	0,01	-	-	-	



N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones

5. anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con fecha 2 de octubre de
10. 1958 nº 31545/58 acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento
15. de obtención de acetileno puro partiendo de gas de pirolisis de hidrocarburos"; caracterizándose por lo siguiente:

- 1º.- Procedimiento de obtención de acetileno puro partiendo de gas de pirolisis de hidrocarburos, caracterizado por comprender una operación de
20. depuración previa del gas de pirolisis, previamente liberado del negro de carbón, de los alquitranes, de la humedad y de los hidrocarburos condensables, y luego una operación de disolución selectiva por el amoníaco líquido anhidro, del acetileno contenido en
25. este gas de pirolisis previamente depurado.

- 2º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque la depuración previa se realiza por lavado del gas de pirolisis mediante keroseno o una mezcla de fracciones
- 30.



de hidrocarburos que tiene un punto de ebullición comprendido entre 175 y 225°C. y un peso molecular medio de 180, a una temperatura de -10 a -40°C.

5. 3ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el conjunto de las operaciones de descarbonatación, de secado y de eliminación de los hidrocarburos aromáticos, de depuración previa y de disolución selectiva del acetileno, se realiza bajo presión.

10. 4ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizado porque el conjunto de estas operaciones se lleva a cabo bajo una presión de 5 á 10 atmósferas.

15. 5ª.- Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque las impurezas de acetileno disueltas en el keroseno, se extraen de esta solución en el keroseno por expansión de la solución, recalentamiento y arrastre con vapor, y la mezcla así obtenida de vapor y de impurezas se mezcla con el hidrocarburo sometido a la reacción de pirolisis, antes de recalentar este hidrocarburo.

20. 6ª.- Procedimiento de obtención de acetileno puro partiendo de gas de pirolisis de hidrocarburos; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

25. Esta memoria consta de veintiseis hojas escrita a máquina por una sola cara.

Madrid,

25 AGO. 1959

SOCIETE BELGE DE L'AZOTE ET DES PRODUITS
CHIMIQUES DU MARLY.

J. GÓMEZ ACERO Y MODEY

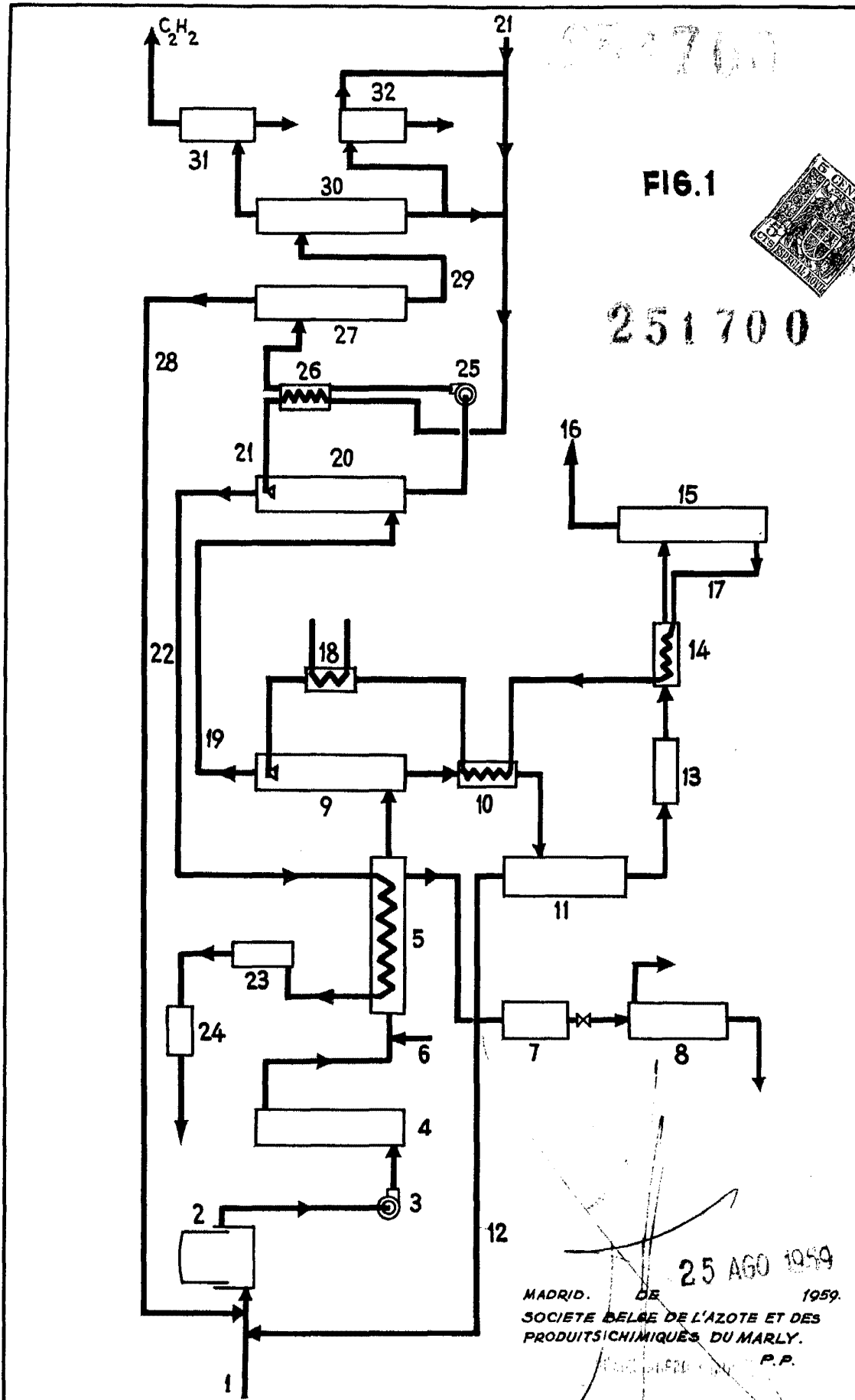
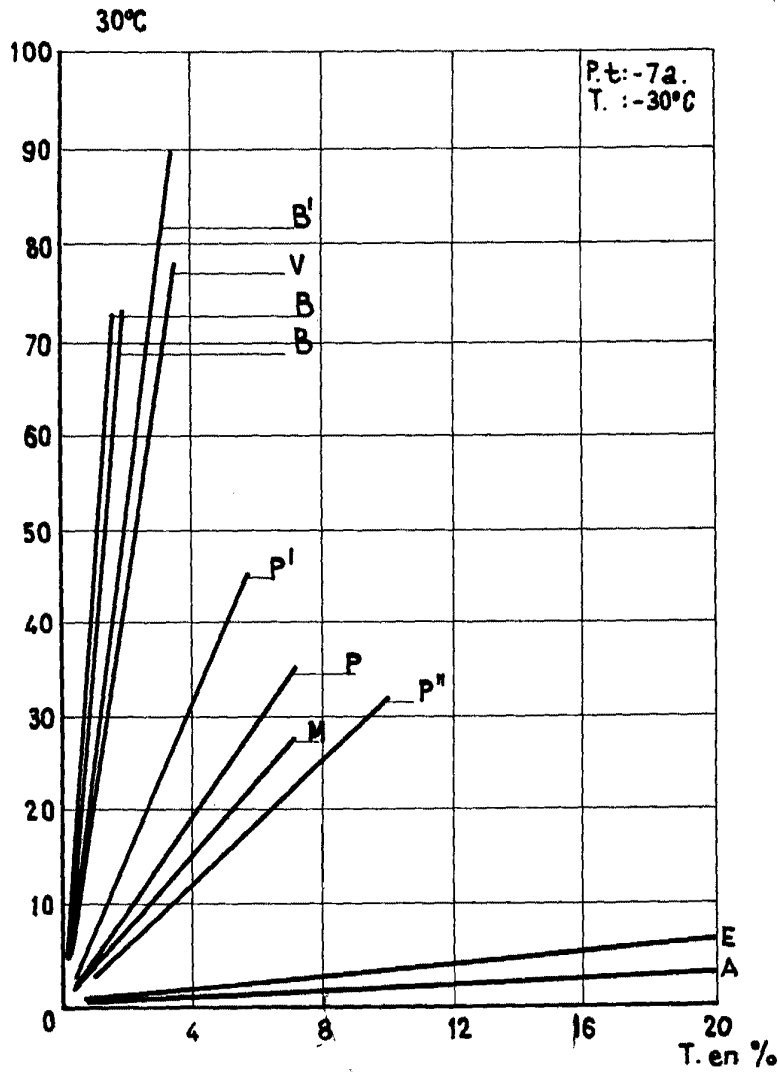




FIG.2

251700



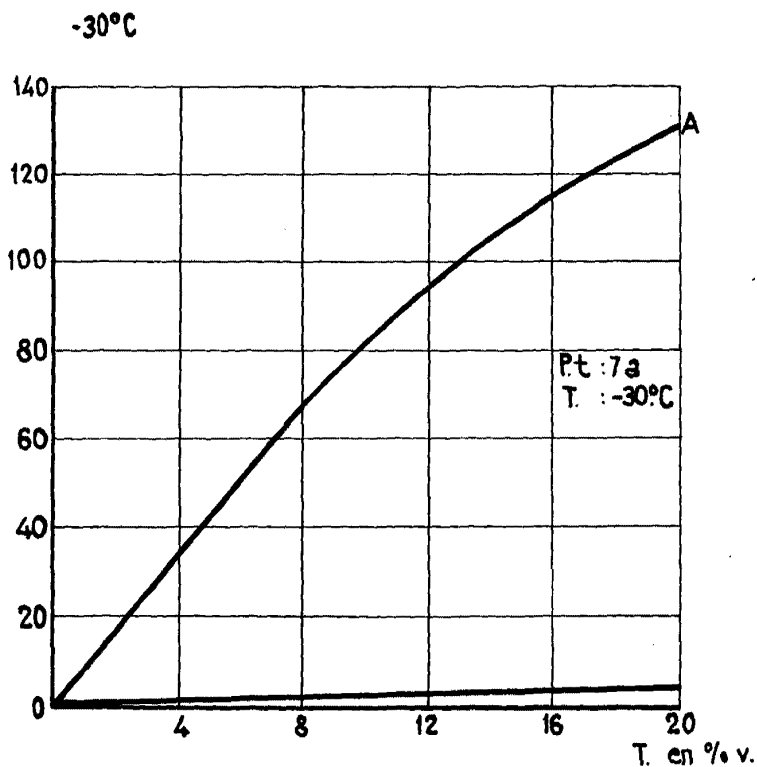
MADRID. DE 25 AGO. 1959. 1959. 25 AGO. 1959

SOCIETE BELGE DE L'AZOTE ET DES
PRODUITS CHIMIQUES DU MARLY.

P. P.

FIG. 3.

251700



MADRID, DE 25 AGO. 1959 DE 1959
SOCIÉTÉ BELGE DE L'AZOTE ET DES
PRODUITS CHIMIQUES DU MARLY.

P. R.