

375402

HOE 69/F 008



C E R T I F I C A D O D E A D I C I O N

a favor de

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT vormalis Meister Lucius
& Brüning, de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt/
Main (Republica Federal Alemana), MEJORAS INTRODUCIDAS EN
EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL N^o 363.027 por:
"PROCEDIMIENTO PARA EL AISLAMIENTO DE ACETILENO Y DE ANHI-
DRIDO CARBONICO EN UN GAS DE ESCISION"

- - - -

Memoria descriptiva

5 El objeto de la Patente principal n^o 363.027 está
constituído por un procedimiento para el aislamiento de ace-
tileno y de anhídrido carbónico en un gas de escisión com-
primido y sometido a secado y purificación preliminares, que
contiene esencialmente hidrógeno, monóxido de carbono, meta-
no, anhídrido carbónico, etileno, acetileno y pequeñas can-
tidades de etano, hidrocarburos pesados y agua, con empleo
de acetona y de dimetilformamida como disolventes en lavados



en varios grados, caracterizado por:

- 10 a) someterse el gas de escisión a un lavado con acetona, a presiones de 10 a 20 atmósferas absolutas y a temperaturas del colector de -10° a -50° C.
- 15 b) descomprimirse la solución de acetona en el primer grado sucesivo de fraccionamiento, de absorción y de desabsorción, a una temperatura del colector de -20° hasta $+20^{\circ}$ C., hasta una presión de 2 a 6 atmósferas absolutas, separándose acetileno, anhídrido carbónico y etileno, separándose mediante lavado con acetona, en los gases desabsorbidos, el anhídrido carbónico hasta una cantidad residual de 10 a 20% molar, y separándose el etileno hasta una cantidad residual máxima del 0,2% molar, referida a la cantidad contenida en el gas de escisión inicial,
- 20 c) descomprimirse en el segundo grado de desabsorción, con alimentación de calor, hasta una presión de 1 a 5,5 atmósferas absolutas, liberándose con acetona del agua en un lavado, y
- 25 d) someterse el acetileno prácticamente anhidro, el anhídrido carbónico y el etileno, juntos, al lavado con dimetilformamida, extrayéndose en forma gaseosa el anhídrido carbónico con un máximo de 0,2% molar de etileno como producto de cabeza, y extraerse y aislarse de manera conocida, en un grado ulterior de desabsor-
- 30



35 ción, el acetileno absorbido por la dimetilformamida.

40 En un ulterior perfeccionamiento de este procedimiento, se ha hallado una forma de ejecución particularmente favorable que permite limitar los productos de descomposición que se forman eventualmente en la desabsorción del acetileno de la dimetilformamida, manteniéndolos separados del producto acetileno.

45 El objeto de la invención está constituido por un procedimiento según la Patente anteriormente mencionada, caracterizado por el hecho de que se somete a una desgasificación preliminar, a presiones comprendidas entre 1,05 y 1,3 atmósferas absolutas, a 95° hasta 110°, la corriente de dimetilformamida esencialmente cargada de acetileno, que se produce en el lavado con dimetilformamida después de la separación del anhídrido carbónico, y se devuelve luego la corriente de dimetilformamida, todavía parcialmente cargada, en un 60 hasta 70% de su cantidad, a la columna de lavado según d) y se desgasifica por completo el resto de la dimetilformamida a presiones de 0,25 a 0,55 atmósferas absolutas, a temperaturas de 110° hasta 130° C.

55 En la desgasificación preliminar según la invención, se obtiene un acetileno de pureza particularmente grande. En la desgasificación ulterior sucesiva de la dimetilformamida, pasan por la cabeza de la columna de des-



gasificación ulterior vaciada el resto del acetileno, pequeñas e inevitables cantidades de productos de descomposición, aire de fuga eventualmente presente y otros gases difícilmente solubles. Esta mezcla gaseosa es también devuelta a la primera columna del lavado con dimetilformamida, y sometida nuevamente al lavado.

Gracias a las medidas según la invención, se obtiene, en comparación con el procedimiento de la Patente Principal, un acetileno más puro a costa de una impurificación ligeramente mayor del anhídrido carbónico. De estas impurezas, la provocada por dimetilamina puede ser eliminada fácilmente mediante un lavado con agua, en sí conocido.

La figura muestra el curso del procedimiento perfeccionado según la invención; las bombas, los intercambiadores térmicos y otros dispositivos auxiliares están representados sólo en parte con fines de simplificación. La parte superior de la figura, con las columnas 2, 4 y 6, corresponde al lavado con acetona según la Patente Principal. La parte inferior, con las columnas 11, 12, 13 y el desgasificador preliminar 13a esquematizado, corresponde al lavado con dimetilformamida modificado según la invención. El ejemplo siguiente sirve para explicar el procedimiento de la invención.

Ejemplo

En el lavado con acetona, se descomponen 3314 kmol/h



85 de un gas de escisión liberado de acetilenos superiores, hidrocarburos de C_3/C_4 e hidrocarburos superiores, y secado preliminarmente, en etileno en bruto y en una mezcla de anhídrido carbónico, acetileno e impurezas.

90 Esta mezcla, que contiene 460 kmol/h de anhídrido carbónico, 300 kmol/h de acetileno, aprox. 0,2% de impurezas y gas de retorno, pasa en la columna 11 contra dimetilformamida, completamente desgasificada y respectivamente regenerada en un 30-40% y que, en un 60 hasta 70%, contiene todavía gases residuales, como acetileno, dimetilamina, aire de fuga y a veces ácido fórmico.

95 Por la cabeza de la columna 11 sale anhídrido carbónico débilmente impurificado. El colector de la columna 11 es primero descomprimido en la columna 12 hasta 1,1 - 1,4 atmósferas absolutas; en el sucesivo calentamiento en el desgasificador preliminar 13a, se saca a 1,1 atmósferas absolutas y a 100° C. la cantidad prevalente del acetileno disuelto, libre y en forma de producto.

100

Desde el colector del desgasificador preliminar 13a, la dimetilformamida, todavía no completamente desgasificada, es devuelta en un 60 -70% a la columna 11 y en un 30 - 40%, después de su total desgasificación en la columna 13, a 0,4 atmósferas absolutas y a 120° C., es impelida también en la columna 11 en forma de disolvente regenerado.

105

El compresor 15 vence la diferencia de presión exist



110 tente entre la mezcla gaseosa que llega y la cabeza de la
columna 12, e impele el gas de retorno en la columna 11.
La bomba de líquido 14 sirve para vaciar la columna 13 y
para impeler los gases residuales en el empalme entre la
cabeza de la columna 12 y el lado de aspiración del compresor 15.

115 Este Certificado de Adición se corresponde al depositado en Alemania (Republica Federal Alemana) con el nº P 19 01 963.7 y tiene la prioridad de fecha 16 Enero 1969 por acogerse a los beneficios del artículo 21 del vigente Estatuto sobre la Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión de Paris.

120

REIVINDICACIONES

125 1).- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal nº 363.027 por: "Procedimiento para el aislamiento de acetileno y de anhídrido carbónico en un gas de escisión", cuyo gas, comprimido, preliminarmente purificado y secado, contiene esencialmente hidrógeno, monóxido de carbono, metano, anhídrido carbónico, etileno, acetileno y pequeñas cantidades de etano, hidrocarburos pesados y agua, con empleo de acetona y de dimetilformamida como disolventes en lavados en varios grados, en el cual.

130

 2) se somete el gas de escisión, a presiones de 10 a 20 atmósferas absolutas y a temperaturas del colector de -10 a -50º C., a un lavado con acetona,



- 135 b) en el primer grado sucesivo de absorción y desabsorción de fraccionamiento, se descomprime la solución de acetona a una temperatura de colector de -20° hasta $+20^{\circ}$ C., hasta una presión de 2 a 6 atmósferas absolutas, se separan el acetileno, el anhídrido carbónico y el etileno, se lava con acetona el anhídrido
- 140 carbónico en los gases desabsorbidos hasta una cantidad residual del 10 al 20% molar, y se separa el etileno hasta una cantidad residual máxima de 0,2% molar, referida a la cantidad contenida en el gas de escisión inicial,
- 145 c) en el segundo grado de desabsorción, se descomprime con alimentación de calor hasta una presión de 1 hasta 5,5 atmósferas absolutas, y en un lavado se libera con acetona del agua, y
- 150 d) se someten juntos al lavado con dimetilformamida el acetileno prácticamente anhidro, el anhídrido carbónico y el etileno, extrayéndose en forma de gas y como producto de cabeza el anhídrido carbónico con un maximum de 0,2% molar de etileno, separándose y aislandose de manera conocida el acetileno absorbido por la dimetilformamida en otro grado de de
- 155 sabsorción,

caracterizadas por el hecho de desgasificarse preliminarmente a presiones comprendidas entre 1,05 y 1,3 atmósferas absolutas, a 95° hasta 110° C., la corriente de dimetilformamida

14



160 que se produce en el lavado con dimetilformamida después
de la separación del anhídrido carbónico, y esencialmente
cargada de acetileno, y devolverse luego la corriente de
dimetilformamida todavía parcialmente cargada, en un 60
165 hasta 70% de su cantidad, a la columna de lavado según d)
y desgasificarse por completo el resto de la dimetilfor-
mamida, a presiones de 0,25 hasta 0,55 atmósferas absolu-
tas, y a temperaturas de 110º hasta 130º C.

2) MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATEN-
TE PRINCIPAL Nº 363.027 por: "PROCEDIMIENTO PARA EL AISLA-
170 MIENTO DE ACETILENO Y DE ANHIDRIDO CARBONICO EN UN GAS DE
ESCISION"

Esta memoria consta de 8 hojas foliadas y mecanografiadas por un solo lado de sus caras.

Madrid, 14 de Enero de 1970

