



PATENTE DE INVENCION

411298

Int. Cl.:	C07C

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA RECUPERACION DEL ISOPRENO DE MEZCLAS
QUE LO CONTIENEN"

=====

Solicitante: SNAM PROGETTI S.p.A.,
entidad italiana, establecida en
MILAN (Italia), Corso Venezia, 16.

Prioridad: Solicitud de Patente N° 19885 A/72,
depositada en Italia en
28 de Enero de 1972.

411298



La presente invención tiene por objeto un procedimiento para la recuperación del isopreno de mezclas que lo contienen.

Más particularmente la presente invención se refiere a la extracción del isopreno de elevada pureza de las mezclas que lo contienen.

Es en efecto conocido que el isopreno debe ser obtenido con un elevado grado de pureza si se lo utiliza para la obtención de polímeros estereoespecíficos, dado que las impurezas son extremadamente nocivas durante la polimerización. Particularmente el contenido de monociclopentadieno (MCP) debe ser inferior a pocas ppm. (preferiblemente inferior a 1 ppm) y por otro lado este compuesto está siempre presente en la corriente de los hidrocarburos de 5 átomos de carbono (C_5) proveniente de steam-cracking, que es una fuente de notable interés para la recuperación del isopreno (según las condiciones operativas de la pirólisis, el ciclopentadieno puede estar presente en la fracción C_5 en cantidades variables entre el 10 y el 30 %).

Son conocidos numerosos procedimientos para la extracción del isopreno de la arriba mencionada corriente.

El procedimiento más ventajoso para la recuperación y la purificación del isopreno es la utilización de la destilación extractiva.

En efecto, si se somete la mezcla inicial que contiene al isopreno y al ciclopentadieno a destilación extractiva en presencia de un disolvente adecuado, el isopreno es obtenido con pérdidas del todo insignificantes como des-

411298



tilado que carece de ciclopentadieno, en tanto que este último es extraído con el disolvente, ya que la volatilidad del ciclopentadieno es fuertemente rebajada.

La utilización de la destilación extractiva lleva
5 además a una notable simplificación en la separación de otros compuestos presentes en la carga que, aun no siendo tan altamente perjudiciales a la polimerización del isopreno como el monociclopentadieno, acarrearían por otro lado
10 pérdidas del isopreno y costos operativos excesivos para la reducción de su concentración hasta niveles admisibles. Estos compuestos son esencialmente los hidrocarburos C_5 etilénicos y particularmente el 2-metil-2 buteno (2M 2B). En efecto, la volatilidad de estos compuestos en presencia de un disolvente adecuado, resulta de esta forma notablemente
15 aumentada permitiendo con pérdidas insignificantes, la eliminación de los mismos en la cabeza de la columna de destilación como destilado y la descarga del isopreno con el disolvente en el fondo de la columna.

Es evidente que estas operaciones de destilación
20 extractiva deben ser efectuadas en dos fases distintas, ya que en una el isopreno es descargado en la cabeza (exento de MCP) y en la otra es descargado en el fondo (exento de etilénicos). En la técnica, usualmente, la columna de destilación extractiva para la separación
25 etilénicos-isopreno precede a la de la separación isopreno-MCP, pero son conocidas también soluciones en las cuales el orden de las columnas está invertido. En ambos esquemas, cada columna extractiva es seguida por

411298



una columna separadora para la recuperación del disolvente.

Los problemas a resolver son esencialmente los siguientes:

5 - La reducción al mínimo de la cantidad de disolvente necesaria para la ejecución del procedimiento; es en efecto conocido que la conducción de la destilación extractiva resulta tanto más onerosa, y en consecuencia el procedimiento más costoso, cuanto más elevada sea la cantidad de disolvente necesaria para la operación.

10 - La dimerización del monociclopentadieno a diciticlopentadieno (DCP) en las columnas extractivas.

En efecto, la eliminación del disolvente del diciticlopentadieno así formado, resulta particularmente onerosa de cualquier forma que sea efectuada; por otro lado ya fue ampliamente demostrado que es necesario mantener el nivel del DCP en el disolvente por debajo de niveles extremadamente bajos (del orden de pocas centenas de ppm en peso) para evitar la polución del isopreno de monociclopentadieno causada por la retrogradación DCP-MCP en la parte superior de la columna de extracción que separa el isopreno del monociclopentadieno.

El procedimiento objeto de la presente invención ofrece soluciones particularmente ventajosas a tales problemas.

25 El procedimiento de la invención consiste en tratar una mezcla de alimentación constituida por hidrocarburos C_5 provenientes de steam-cracking, para recuperar de ella el isopreno de la siguiente manera:

411298



- Después de la destilación para la eliminación de los productos de dimerización y/o polimerización presentes en la carga, de los hidrocarburos C_4 , de los compuestos acetilénicos de bajo punto de ebullición y de la mayor parte del isopentano, la mezcla gaseosa que contiene isopreno es tratada en una primera columna de destilación extractiva para la separación del monociclopentadieno, de los compuestos acetilénicos de alto punto de ebullición y de la mayor parte del 1,3 pentadieno de la carga, y luego en una segunda columna de destilación extractiva para la separación de los compuestos saturados y de los etilénicos de 5 átomos de carbono, utilizando tanto en la primera destilación como en la segunda destilación una única corriente de disolvente, y más particularmente para la primera columna la corriente de disolvente que contiene isopreno en cantidad que asegure su reflujo, obtenida por recuperación de la corriente de fondo de la segunda destilación extractiva, y para la segunda la corriente de disolvente exenta de hidrocarburos y particularmente de isopreno y monociclopentadieno, obtenida por recuperación de la corriente de fondo de la primera columna de destilación extractiva. La mezcla que contiene isopreno y otras impurezas menores es luego tratada de manera conocida en una columna de destilación para la extracción de dichas impurezas.

El procedimiento objeto de la presente invención será descrito a continuación, para su mejor comprensión, con relación a los dibujos adjuntos, los cuales en modo



alguno deben ser considerados limitativos de la invención.

Se hace referencia, en primer lugar, a la Fig. 1.

La carga de hidrocarburos de la cual debe ser recuperado el isopreno de grado polimerización (línea 1) es alimentada por la línea 2 junto con las corrientes de reciclado 9 y 14 a una columna de rectificación 17; por la cabeza (línea 3) son descargados todos los hidrocarburos C_4 , los hidrocarburos acetilénicos de bajo punto de ebullición y del 70 % al 90 % del isopentano alimentado, mientras que por el fondo (línea 4), son descargados del 30 % al 60 % de los hidrocarburos de alto punto de ebullición presentes en la carga y todos los productos de dimerización y/o polimerización formados en los almacenamientos.

De un punto de extracción lateral en fase vapor situado sobre la zona de agotamiento, es extraída la corriente que contiene el isopreno, la cual, por la línea 5, es enviada a la columna de destilación extractiva 18 para la separación del monociclopentadieno (MCP).

El disolvente necesario para el funcionamiento de la columna llega a la misma por la línea 24. Desde el fondo de la columna 18 son descargados (línea 6) el disolvente con todo el MCP, los compuestos acetilénicos y del 40 % al 70 % de los pentadienos presentes en la carga enviada al ciclo; por la cabeza es descargada (línea 10) una corriente de isopreno bruto que contiene además esencialmente compuestos etilénicos C_5 , ciclopenteno, normalpentano e isopentano.

La corriente de fondo de la columna 18 es enviada

411298



a la columna separadora 19 para la recuperación del disolvente. Este último es descargado por el fondo (línea 25); los hidrocarburos son descargados por la cabeza (línea 7) y enviados a la columna de rectificación 20. Dichos hidrocarburos contienen también MCP.

Por el fondo de la columna 20 (línea 8) son eliminados la mayor parte de los hidrocarburos de alto punto de ebullición solubles en el disolvente (compuestos acetilénicos pesados y del 40 % al 70 % respecto a la carga alimentada en el ciclo de los compuestos diénicos, particularmente 1,3 pentadieno) y todo el MCP enviado a la columna 18, mientras que por la cabeza (línea 9) es recuperado el isopreno descargado del fondo de la columna 18. Esta corriente es enviada nuevamente a la columna 17 para permitir la separación de los hidrocarburos solubles y de bajo punto de ebullición eventualmente presentes.

El isopreno bruto en fase vapor y exento de MCP, descargado por la línea 10 de la cabeza de la columna 18, es alimentado a la columna extractiva 21, a la cual, por la línea 25, llega el disolvente extractivo recuperado de la columna 19.

Por la cabeza de la columna 21, línea 11, son eliminados los hidrocarburos etilénicos, el normalpentano y el isopentano; por el fondo es descargada (línea 12) una corriente de disolvente que contiene esencialmente isopreno y una parte del ciclopenteno enviado al ciclo.

Dicha corriente es sometida a una destilación ins-

411298



tantánea en 22, de modo que se obtiene por el fondo
(línea 24) todo el disolvente y el isopreno necesarios,
respectivamente, como agente extractivo y como reflujo
a la columna 18; los vapores obtenidos en la misma desti-
5 lación instantánea son enviados a la columna de rectifi-
cación 23 por la línea 13. Por el fondo de esta última
columna (línea 15) son eliminados todos los hidrocarburos
pesados todavía contenidos en el isopreno alimentado a
la columna 23 (ciclopenteno, ciclopentano, y residuos
10 pentadienos), mientras que por la cabeza es purgada una
corriente de isopreno (línea 14) que contiene las even-
tuales trazas de compuestos de bajo punto de ebullición
no eliminados anteriormente por la columna 17 y por la
columna 21 (esta corriente es reciclada a la columna 17
15 para permitir la recuperación del isopreno contenido en
ella y el alejamiento de las mencionadas impurezas).

De un punto de extracción (16) en fase líquida, situado
en la zona de enriquecimiento de la columna 23 es extraído
el isopreno de grado polimerización.

20 La Fig. 2 representa una variante del procedimiento
objeto de la invención.

En ella las funciones de las columnas 18 y 19 son
llevadas a cabo por la columna 8.

25 La columna 20 es además eliminada ya que la colum-
na 8 es llevada a condiciones tales que permite la extrac-
ción de la corriente 7. En dicha figura la carga de hidro-
carburos de la cual debe ser recuperado el isopreno de
grado polimerización (línea 1) es alimentada, junto con

411298



la corriente de reciclado 18, por la línea 2, a una columna de rectificación 5; por la cabeza (línea 3) son descargados los hidrocarburos C_4 , los hidrocarburos acetilénicos de bajo punto de ebullición y del 70 % al 5 90 % del isopentano alimentado, mientras que por el fondo (línea 4) son descargados todos los productos de dimerización y/o polimerización que se formaron en los almacenamientos y del 30 % al 60 % de los hidrocarburos de alto punto de ebullición eventualmente presentes.

10 De un punto de extracción lateral en fase vapor, ubicada en la zona de agotamiento, es extraída la corriente que contiene el isopreno, la cual, por la línea 6, es enviada a la columna de destilación extractiva 8 para la separación del monociclopentadieno. El disolvente necesario para el funcionamiento de la columna llega a la 15 misma por la línea 15.

De la fase de vapor de un plato de la zona de agotamiento de la columna 8 se extrae (línea 7) todo el MCP junto con el 30-60 % de los hidrocarburos solubles en el 20 disolvente (acetilénicos y dienos, presentes en la corriente 6); por la cabeza es descargada (línea 9) una corriente de isopreno bruto, que contiene esencialmente compuestos etilénicos C_5 , ciclopenteno, normalpentano y la restante parte de isopentano.

25 Del fondo de la columna 8 es recuperado el disolvente. La corriente de isopreno bruto arriba mencionada es enviada a la columna extractiva 12, a la cual, por la línea 10, llega el disolvente extractivo recuperado de

411298



la columna 8. De la cabeza de la columna 12, línea 11,
son eliminados los hidrocarburos etilénicos, el
normalpentano y el isopentano; por el fondo es descargada
(línea 13) una corriente de disolvente que contiene esen-
5 cialmente isopreno y una parte del ciclopenteno enviado
al ciclo.

Dicha corriente es sometida a una destilación instan-
tánea en 14 de forma que se obtiene del fondo (línea 15)
todo el disolvente y el isopreno necesarios, respectiva-
10 mente, como agente extractivo y como reflujo a la colum-
na 8; los vapores obtenidos por la misma destilación ins-
tantánea son enviados a la columna de rectificación 17
por la línea 16.

Por el fondo de esta última (línea 20) son elimina-
15 dos todos los hidrocarburos pesados todavía contenidos
en el isopreno alimentado a la columna 17, mientras que
por la cabeza es extraída una corriente de isopreno
(línea 18) que contiene las eventuales trazas de compues-
tos de bajo punto de ebullición no eliminados anterior-
20 mente (esta corriente es reciclada a la columna 5 para
permitir la recuperación del isopreno contenido en ella y
la eliminación de las impurezas arriba mencionadas).

De un punto de extracción en fase líquida ubicada
en la zona de enriquecimiento de la misma columna 17
25 es extraído el isopreno de grado polimerización, por la
línea 19.

En el procedimiento objeto de la presente invención,
es posible notar que la corriente de disolvente necesaria

411298



para la separación de los etilénicos del isopreno es utilizada también para la separación del MCP del isopreno, con empleo de una sola columna separadora para la recuperación del disolvente. De esta forma se obtiene tanto
5 una sensible disminución de los costos de realización del procedimiento, como la reducción del peligro de polimerización de los dienos, y particularmente de dimerización del MCP.

En el procedimiento objeto de la presente invención
10 el disolvente es reciclado a la primera destilación extractiva junto con los hidrocarburos para el reflujo; esto da por resultado que no sea necesaria la separación del disolvente de los hidrocarburos. En los procedimientos de la técnica conocida se recurre a dos ciclos separados de
15 disolvente para los dos procesos extractivos y a un reflujo de los hidrocarburos en la cabeza de la primera columna de destilación extractiva efectuado mediante reciclado en la columna de una parte del producto condensado. Las ventajas que presenta la invención son por lo tanto: eliminación
20 de una operación de separación y eliminación de la condensación del producto de cabeza de la primera columna de destilación extractiva para suministrar el reflujo a la misma.

De esta manera se ahorra una notable cantidad de
25 calor y algunos aparatos de separación y de condensación. El reciclado a la primera destilación extractiva del disolvente e hidrocarburos obtenidos en la destilación instantánea (efectuada sin suministro de calor) de la

411298



corriente de fondo de la segunda destilación extractiva, permite obtener, sin gastos ulteriores, en la primera destilación extractiva una cantidad de disolvente notablemente superior a la utilizada normalmente para la separación del MCP del resto de la mezcla.

Todo esto supone una ventaja ulterior consistente en la disminución del DCP con beneficios en la separación del MCP y de los acetilénicos del fondo de la columna.

La casi total ausencia del DCP en el disolvente descargado del fondo de la columna extractiva que separa el MCP del isopreno, comporta varias y notables ventajas. Entre las más importantes se citan esencialmente la posibilidad de usar sin precauciones especiales disolventes anhidros y el substancial ahorro de vapor necesario para recuperar el disolvente. Efectivamente, la casi total ausencia de DCP en el disolvente reciclado en la columna extractiva para la separación de los compuestos etilénicos garantiza la pureza del propio isopreno de poluciones de MCP debidas, en otras condiciones, a la retrogradación del DCP.

Las ventajas arriba mencionadas y derivantes del empleo del procedimiento objeto de la presente invención no quedan limitadas ni por el tipo de carga ni por el tipo de disolvente empleado.

Por ejemplo, la N- formilmorfolina, la morfolina y los mismos compuestos mezclados entre sí y/o agregados con agua (1 ÷ 20 % en peso) permiten la obtención de isopreno de grado polimerización con tenores de mono-

411298



ciclopentadieno inferiores a 1 ppm aunque partiendo de fracciones C₅ que contengan ciclopentadieno en relación 1/1 con el isopreno.

Como ya se ha dicho, el empleo de otros disolventes, por lo demás ya conocidos en la técnica y comúnmente utilizados en procesos extractivos, como el acetonitrilo, el furfural, la anilina, la dimetilformamida, la dimetilacetamida, el N-metilpirrolidona, el β -metoxipropionitrilo, permite la obtención de óptimos resultados cuando dichos disolventes o mezclas de los mismos, anhidros o hidratos, son empleados en el procedimiento objeto de la presente invención.

A continuación se dan a título no limitativo, algunos ejemplos que tienen por objeto ilustrar mejor la invención.

15 Ejemplo 1

Se hace referencia en este ejemplo a la Fig. 1. Se alimenta a la columna una corriente (1) constituida por:

	Isopreno	268,0 mol/h	
20	Hidroc. C ₄ saturados y etilénicos	59,3	"
	3 Metil 1 buteno	13,7	"
	1,4 Pentadieno	25,9	"
	2 Butino		
	Isopropilacetileno	9,6	"
25	Isopentano	114,8	"
	1 Penteno	28,7	"
	2 Metil 1 buteno	79,3	"
	Isopropenilacetileno	1,1	"

411298



	Normalpentano	141,7 mol/h
	2 Penteno trans.	36,1 "
	2 Penteno cis.	27,3 "
	2 Metil 2 buteno	51,0 "
5	1,3 Ciclopentadieno	130,9 "
	1,3 Pentadieno trans.	141,5 "
	1,3 Pentadieno cis.	91,5 "
	Ciclopenteno	82,1 "
	Ciclopentano	23,3 "
10	2,3 Pentadieno	6,3 "
	Diciclopentadieno	52,1 "
	Operando en las condiciones siguientes:	
	Presión de cabeza = 2,0 at.	
	Relación de reflujo = 10	
15	Platos = 100	
	Temperatura de cabeza = 45°C	
	Temperatura de fondo = 90°C	
	Por la cabeza se separan (línea 3) junto con la mayor parte del isopentano, todos los hidrocarburos C ₄ y todos los hidrocarburos de bajo punto de ebullición presentes en la carga:	
	Isopreno	4,0 mol/h
	Hidrocarb. C ₄ saturados y etilénicos	59,3 "
	3 Metil 1 buteno	13,7 "
25	1,4 Pentadieno	24,5 "
	2 Butino	
	Isopropilacetileno	9,6 "
	Isopentano	90,3 "

411298



1 Penteno	17,8 mol/h
2 Metil 1 buteno	10,9 "
Isopropenilacetileno	1,1 "

Por el fondo se separan (línea 4) todo el
5 dicitopentadieno y una parte alícuota de los hidrocarburos de alto punto de ebullición presentes en la carga:

	Isopreno	4,0 mol/h
	2 Metil 2 buteno	3,9 "
	1,3 Ciclopentadieno	38,5 "
10	1,3 Pentadieno trans.	51,3 "
	1,3 Pentadieno cis.	47,2 "
	Ciclopenteno	47,1 "
	Ciclopentano	21,8 "
	2,3 Pentadieno	5,6 "
15	Dicitopentadieno	52,1 "

La corriente 5, descargada en fase vapor del 20º plato ubicado sobre el ebullicor y que contiene casi todo el isopreno alimentado a la columna 17 es enviada a la columna extractiva 18 que opera en las condiciones
20 siguientes:

Presión de cabeza	=	1,1 at.
Temperatura de cabeza	=	40°C
Temperatura de fondo	=	80°C
Platos	=	50

25 A la cabeza de la columna 18 es enviado por la línea 24, el disolvente extractivo que contiene isopreno en cantidad tal que asegura el reflujo deseado.

La corriente de fondo que contiene particularmente

411298



todo el monociclopentadieno y los compuestos polares es enviada al separador 19 con el fin de separar los hidrocarburos en ella contenidos del disolvente. El disolvente es descargado del fondo por la línea 25 y es reutilizado en el ciclo (como se indicará más adelante); los hidrocarburos son enviados a la columna de rectificación para permitir la recuperación del isopreno presente.

Esta última columna opera en las condiciones siguientes:

Presión de cabeza	=	1,2 at.
Relación de reflujo	=	5
Temperatura de cabeza	=	40°C
Temperatura de fondo	=	50°C
Platos	=	50

La corriente descargada por la cabeza (línea 9) es reciclada a la columna 17, mientras que por el fondo (línea 8) son eliminados todos los hidrocarburos de alto punto de ebullición polares y particularmente:

Isopreno	7,0 mol/h
1,3 Ciclopentadieno	92,4 "
1,3 Pentadieno trans.	85,6 "
1,3 Pentadieno cis.	44,1 "
Ciclopenteno	22,1 "
2,3 Pentadieno	0,6 "

La corriente de cabeza de la columna 18 (línea 10), que contiene casi todo el isopreno y exenta esencialmente de monociclopentadieno, es enviada a la columna de des-

411298



tilación extractiva 21 para la eliminación de los productos saturados y etilénicos C_5 presentes en la carga; el disolvente necesario para esta operación es extraído del fondo del separador 19 y alimentado por la línea 25.

5 La columna 21 opera en las condiciones siguientes:

	Presión de cabeza	=	1,2 at.
	Relación de reflujo	=	2,0
	Temperatura de cabeza	=	40°C
	Temperatura de fondo	=	55°C
10	Platos	=	70
	Disolvente	=	formilmorfolina - agua (5 % en peso de agua)
	Caudal del disolvente	=	1200 kg/h

Por la cabeza (línea 11) son eliminados los hidrocarburos C_5 saturados y etilénicos y particularmente:

15	Isopreno	3,0 mol/h
	1,4 pentadieno	1,3 "
	Isopentano	24,5 "
	1 Penteno	40,9 "
	2 Metil 1 buteno	68,4 "
20	Normalpentano	141,7 "
	2 Penteno cis.	36,1 "
	2 Penteno trans.	27,1 "
	2 Metil 2 buteno	44,5 "
25	Ciclopentano	0,6 "

La corriente descargada por el fondo de la columna 21 (línea 12) es dejada expandir en 22 hasta 1,1 at. La corriente líquida así separada (línea 24) es reciclada

411298



a la columna 18 y utilizada nuevamente ya sea como disolvente extractivo, ya sea como reflujo.

La corriente gaseosa 13, después de condensación, es enviada a la columna de rectificación 23 que opera

5 en las condiciones siguientes:

Presión de cabeza = 1,0 at.

Relación de reflujo = 80

Temperatura de cabeza = 60°C

Temperatura de fondo = 65°C

10 Platos = 100

Por la cabeza es expurgada una corriente (14) que es reciclada en la columna 17 y que contiene:

Isopreno 11,9 mol/h

1,4 Pentadieno 0,1 "

15 Por el fondo (línea 15) son descargados los hidrocarburos C₅ de alto punto de ebullición aún presentes y particularmente:

Isopreno 4,0 mol/h

2 Metil 2 buteno 2,6 "

20 1,3 Pentadieno trans. 4,6 "

1,3 Pentadieno cis. 0,2 "

Ciclopenteno 12,9 "

Ciclopentano 0,9 "

2,3 Pentadieno 0,1 "

25 De la fase líquida del 70º plato por encima del ebullidor es extraída por 16 una corriente de 246,0 mol/h de isopreno de grado polimerización que contiene esencialmente como impurezas:

411298



	Ciclopentadieno	< 1 ppm en peso
	2 Butino	10 ppm en peso
	Acetilénicos ácidos totales (como isopropenilacetileno)	= 2 ppm en peso
5	Compuestos etilénicos totales (como 2 metil 2 buteno)	= 0,18 % en peso
	Compuestos diénicos totales (como 1,3 pentadieno)	= 0,010 % en peso

Ejemplo 2

10 Se hace ahora referencia a la Fig. 2.

Es alimentada a la columna 5 una corriente (1) como en el ejemplo 1.

Se opera en las condiciones siguientes:

	Presión de cabeza	= 1,8 at.
15	Relación de reflujo	= 8
	Platos	= 90
	Temperatura de cabeza	= 43°C
	Temperatura de fondo	= 90°C

20 Por la cabeza se separan (línea 3) la mayor parte de los hidrocarburos de bajo punto de ebullición:

	Isopreno	4,0 mol/h
	Hidroc. C ₄ saturados y etilénicos	59,3 "
	3 Metil 1 buteno	13,7 "
	1,4 Pentadieno	25,1 "
	2 Butino Isopropilacetileno	9,6 "
	Isopentano	94,9 "
	1 Penteno	22,6 "
	2 Metil 1 buteno	15,4 "

411298



Isopropilacetileno 1,0 mol/h

Por el fondo se extraen (línea 4) todo el dicitopentadieno con una parte alícuota de los demás hidrocarburos de alto punto de ebullición presentes en la carga (1):

	Isopreno	4,0 mol/h
	2 Metil 2 buteno	3,4 "
	1,3 Ciclopentadieno	17,4 "
	1,3 Pentadieno trans.	29,3 "
10	1,3 Pentadieno cis.	35,6 "
	Ciclopenteno	38,2 "
	Ciclopentano	28,3 "
	2,3 Pentadieno	6,3 "
	Dicitopentadieno	52,0 "

15 La corriente 6 descargada de la fase vapor del 20º plato encima del ebullidor y que contiene casi todo el isopreno alimentado a la columna 5, es enviada a la columna extractiva 8, que opera en las condiciones siguientes:

20	Presión de cabeza	=	1,1 at.
	Temperatura de cabeza	=	40°C
	Temperatura de fondo	=	155°C
	Platos	=	70

De la fase vapor del 15º plato es descargada una corriente (7) constituida por:

	Isopreno	7,0 mol/h
	Isopropenilacetileno	0,1 "
	1,3 Monociclopentadieno	113,5 "

411298



1,3 Pentadieno trans.	79,7 mol/h
1,3 Pentadieno cis.	53,8 "
Ciclopenteno	3,2 "

Tanto el disolvente descargado por el fondo (por
 5 la línea 10) como la corriente de isopreno bruto des-
 cargada por la cabeza de la columna 8 por la línea 9,
 son enviados a la columna de destilación extractiva 12
 para la eliminación de los productos saturados y
 etilénicos C₅ presentes en la carga.

10 La columna 12 opera en las condiciones siguientes:

Presión de cabeza	=	1,2 at.
Relación de reflujo	=	2,0
Temperatura de cabeza	=	40°C
Temperatura de fondo	=	55°C
15 Platos	=	65
Disolvente	=	formilmorfolina-agua (5 % en peso de agua)
Caudal de disolvente	=	1200 kg/h

Por la cabeza (línea 11) son eliminados:

20 Isopreno	3,0 mol/h
1,4 Pentadieno	0,6 "
Isopentano	19,9 "
1 Penteno	36,1 "
2 Metil 1 buteno	63,8 "
25 Normalpentano	137,7 "
2 Penteno cis.	26,2 "
2 Penteno trans.	35,0 "
2 Metil 2 buteno	42,6 "

411298



La corriente descargada por el fondo de la columna 12 (línea 13) es dejada expandir en 14 hasta 1,1 at. La corriente líquida así obtenida (línea 15) es reciclada a la columna 8 y utilizada nuevamente ya sea como disolvente extractivo, ya sea como reflujo.

La corriente gaseosa 16, después de condensación, es enviada a la columna de rectificación 17 que opera en las condiciones siguientes:

	Presión de cabeza	=	1,8 at.
10	Relación de reflujo	=	80
	Temperatura de cabeza	=	60°C
	Temperatura de fondo	=	65°C
	Platos	=	100

Por la cabeza es expurgada una corriente 18 que es reciclada a la columna 5 y que contiene:

	Isopreno	11,9 mol/h
	1,4 Pentadieno	0,2 "
	2 Metil 1 buteno	0,1 "

Por el fondo (línea 20) son descargados los hidrocarburos C₅ de alto punto de ebullición aún presentes y particularmente:

	Isopreno	4,0 mol/h
	2 Metil 2 buteno	4,6 "
	1,3 Pentadieno trans.	32,5 "
25	1,3 Pentadieno cis.	2,1 "
	Ciclopenteno	40,7 "

De la fase líquida del 70º plato por encima del ebullidor es extraída una corriente 19 de 246,0 mol/h

411298



de isopreno de grado polimerización que contiene esencialmente como impurezas:

	Ciclopentadieno	≤	1 ppm en peso
	2 Butino		10 ppm en peso
5	Compuestos etilénicos totales (como 2 metil 2 buteno)	=	0,22 % en peso
	Compuestos diénicos totales	=	0,01 % en peso
	Compuestos acetilénicos	≤	5 ppm

N O T A

10 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de ponerlo en práctica, se hace constar que todo cuanto no altere, cambie o modifique su principio fundamental puede quedar sometido a variaciones de detalle. También se hace constar que
15 esta invención corresponde a la descrita en la Solicitud de Patente Nº 19885 A/72, depositada en Italia en 28 de Enero de 1972, cuya prioridad se reivindica de acuerdo con los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo esencial y por lo que se solicita Patente
20 de Invención, por veinte años, lo que queda resumido en las siguientes reivindicaciones:

1^a.- Procedimiento para la recuperación del isopreno de mezclas que lo contienen, particularmente para la recuperación de isopreno de alto grado de pureza a
25 partir de una mezcla de hidrocarburos C₅, caracterizado por el hecho de comprender las siguientes etapas:

a) rectificación en una columna de rectificación mediante eliminación por la cabeza de los

411298



- 5 hidcarburos C_4 , de los compuestos acetilénicos de bajo punto de ebullición, y del 70 % al 90 % del isopentano, y mediante eliminación por el fondo de todos los productos de dimerización y/o polimerización formados durante el almacena-
- 10 miento y del 30 % al 60 % de los hidrocarburos de alto punto de ebullición eventualmente presentes, siendo descargada en fase vapor la corriente que contiene isopreno por un plato de la zona de agotamiento de la columna;
- 15 b) una primera destilación extractiva, realizada en una correspondiente columna de destilación extractiva, para separar de la corriente que contiene isopreno el monociclopentadieno, los compuestos acetilénicos de alto punto de ebullición y del 40 % al 70 % de los pentadienos presentes en la carga enviada al ciclo, conteniendo todavía el isopreno bruto descargado por la cabeza esencialmente compuestos etilénicos,
- 20 ciclopenteno y saturados C_5 , y siendo obtenidos el disolvente y el reflujo utilizados para el funcionamiento de la columna por destilación instantánea de la corriente de fondo de una segunda destilación extractiva en forma de una corriente única;
- 25 c) separación de la corriente de fondo de la primera destilación extractiva, mediante una correspondiente columna separadora, para separar el

411298



- 5 disolvente del monociclopentadieno aún presente
y de los demás hidrocarburos, siendo recuperado
el disolvente por el fondo, mientras que el
monociclopentadieno y los demás hidrocarburos
solubles en el disolvente son descargados por
la cabeza de la columna;
- 10 d) rectificación, en una correspondiente columna de
rectificación, de la corriente hidrocarbúrica
de la cabeza de la columna separadora mencionada
en el punto c), para eliminar (por el fondo)
el monociclopentadieno, los compuestos acetilén-
nicos de alto punto de ebullición y del 40 %
al 70 % con relación a la carga alimentada en
el ciclo de los compuestos diénicos presentes,
15 siendo descargado por la cabeza el isopreno con-
tenido en la corriente que sale de la columna
de separación mencionada en el punto c) y enviado
nuevamente a la columna de rectificación men-
cionada en el punto a);
- 20 e) realización, en una correspondiente columna de
destilación extractiva, de una segunda destila-
ción extractiva del isopreno bruto obtenido por
la primera destilación extractiva mencionada en
el punto b) alimentado en fase vapor, eliminando
25 por la cabeza de la columna los compuestos satu-
rados y etilénicos C_5 presentes en ella, y siendo
extraído el disolvente necesario para esta colum-
na del fondo de la columna de separación men-



cionada en el punto c);

- 5 f) destilación instantánea de la corriente descargada por el fondo de la columna extractiva mencionada en el punto e), siendo reciclada la fase líquida a la cabeza de la primera columna extractiva, con el fin de suministrar a dicha columna tanto el disolvente extractivo como la corriente hidrocarbúrica necesaria para el reflujo, estando constituida la fase vapor por
- 10 isopreno esencialmente impuro, por ciclopenteno y por ciclopentano, y siendo luego enviada a una ulterior etapa de rectificación; y
- 15 g) rectificación, en una columna de rectificación, con la eliminación por el fondo de los compuestos pesados aún presentes, particularmente ciclopenteno y ciclopentano y los residuos pentadienos obtenidos, en tanto que por la cabeza se elimina una pequeña corriente de isopreno que contiene eventuales trazas de
- 20 compuestos de bajo punto de ebullición, que es reciclada a la columna de rectificación mencionada en el punto a), y extrayéndose finalmente el isopreno de grado polimerización por la fase líquida de un plato de la zona superior.
- 25 2^a.- Procedimiento para la recuperación del isopreno de mezclas que lo contienen según la reivindicación 1^a, caracterizado por el hecho de comprender las siguientes fases:

411298



- a) rectificación en una correspondiente columna de rectificación, mediante eliminación por la cabeza de dicha columna de los hidrocarburos C_4 , de los compuestos acetilénicos de bajo punto de ebullición y del 70 % al 90 % del isopentano, y por el fondo de la columna de todos los productos de dimerización y/o polimerización formados durante el almacenamiento y del 30 % al 60 % de los hidrocarburos de alto punto de ebullición eventualmente presentes, siendo descargada la corriente que contiene isopreno en fase vapor por un plato de la zona de agotamiento;
- b) una primera destilación extractiva, realizada en una correspondiente columna de destilación extractiva, de la corriente que contiene isopreno, obteniendo por la cabeza una corriente de isopreno bruto conteniendo esencialmente compuestos etilénicos C_5 , ciclopenteno, normalpentano y la restante parte de isopentano, y por el fondo es recuperado el disolvente, siendo eliminados en fase vapor todo el monociclopentadieno, junto al 30-60 % de los hidrocarburos solubles en el disolvente, por un plato de la zona de agotamiento, y siendo obtenidos el disolvente y el isopreno de reciclado por destilación instantánea de la corriente de fondo de una segunda destilación extractiva en forma de una corriente única;



411298

- 5 c) realización, en una correspondiente columna de destilación extractiva, de una segunda destilación extractiva de la corriente que contiene isopreno obtenido en el punto b), alimentado en fase vapor, separando por la cabeza de la columna los hidrocarburos etilénicos, el normalpentano y el isopentano, y por el fondo una corriente que contiene esencialmente isopreno y ciclopenteno;
- 10 d) destilación instantánea de la corriente de fondo mencionada en el punto c), obteniendo por el fondo todo el disolvente y el isopreno necesarios, respectivamente, como agente extractivo y como reflujo de la primera destilación extractiva, y por la cabeza una corriente conteniendo
- 15 isopreno que debe someterse a rectificación; y
- 20 e) rectificación, en una correspondiente columna de rectificación, de la corriente que contiene isopreno obtenida en el punto d), separando por el fondo todos los hidrocarburos pesados aún contenidos en ella, por la cabeza una corriente de isopreno conteniendo trazas de compuestos de
- 25 a), y separando el isopreno de grado polimerización por una extracción en fase líquida en la zona de enriquecimiento de la columna.

411298



3^a.- Procedimiento para la recuperación del isopreno de mezclas que lo contienen según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la separación de los compuestos acetilénicos de bajo punto de ebullición
5 efectuada por rectificación, se realiza simultáneamente con la separación de los hidrocarburos C₄ de la mayor parte del isopentano presente en la carga.

4^a.- Procedimiento para la recuperación del isopreno de mezclas que lo contienen según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la destilación extractiva para separar el monociclopentadieno, se lleva a
10 cabo antes de la destilación para separar los hidrocarburos etilénicos.

5^a.- Procedimiento para la recuperación del isopreno de mezclas que lo contienen según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la primera destilación extractiva se efectúa en presencia de la mayor
15 parte de los hidrocarburos de alto punto de ebullición presentes en la carga enviada al ciclo.

6^a.- Procedimiento para la recuperación del isopreno de mezclas que lo contienen según las reivindicaciones 1^a a 5^a, caracterizado por el hecho de que el disolvente empleado es un compuesto cualquiera conocido en la técnica, tal como la N-formilmorfolina, la
25 morfolina, la anilina, el acetonitrilo, el furfural, la dimetilformamida, la dimetilacetamida, la N-metilpirrolidona, el β -metoxipropionitrilo o mezclas de los mismos.

411298



7^a.- Procedimiento para la recuperación del isopreno de mezclas que lo contienen según la reivindicación 6^a, caracterizado porque el disolvente empleado, o la mezcla de los mismos, puede ser anhídrido
5 o hidrato.

8^a.- PROCEDIMIENTO PARA LA RECUPERACION DEL ISOPRENO DE MEZCLAS QUE LO CONTIENEN,
tal y como queda descrito y reivindicado en la presente memoria que consta de treinta hojas mecanografiadas
10 por una sola cara y de dos láminas de dibujos.

BARCELONA, 27 de Enero de 1973.

SNAM PROGETTI S.p.A.
P.P.

J. GOMEZ-ACEBO Y MODESTO
E. P. Firmante: W. Stöckel, Stamer

ESQUEMA

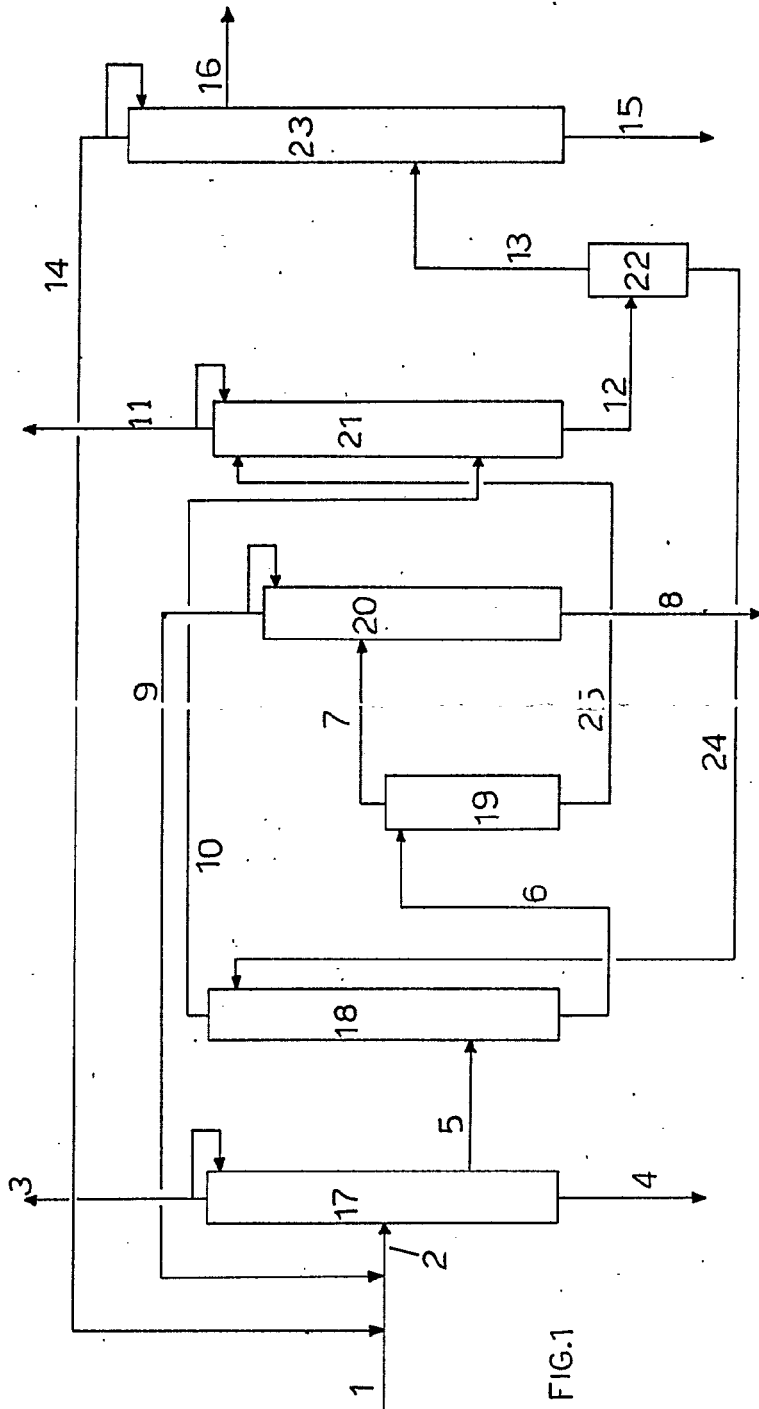
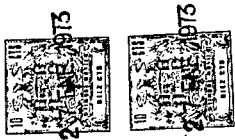


FIG.1

BARCELONA, 27 de Enero de 1973
SNAM PROGETTI S.p.A.
P.F. GOMEZ-ACEBO Y MODET
Ingenieros M. Sábido Sotomayor

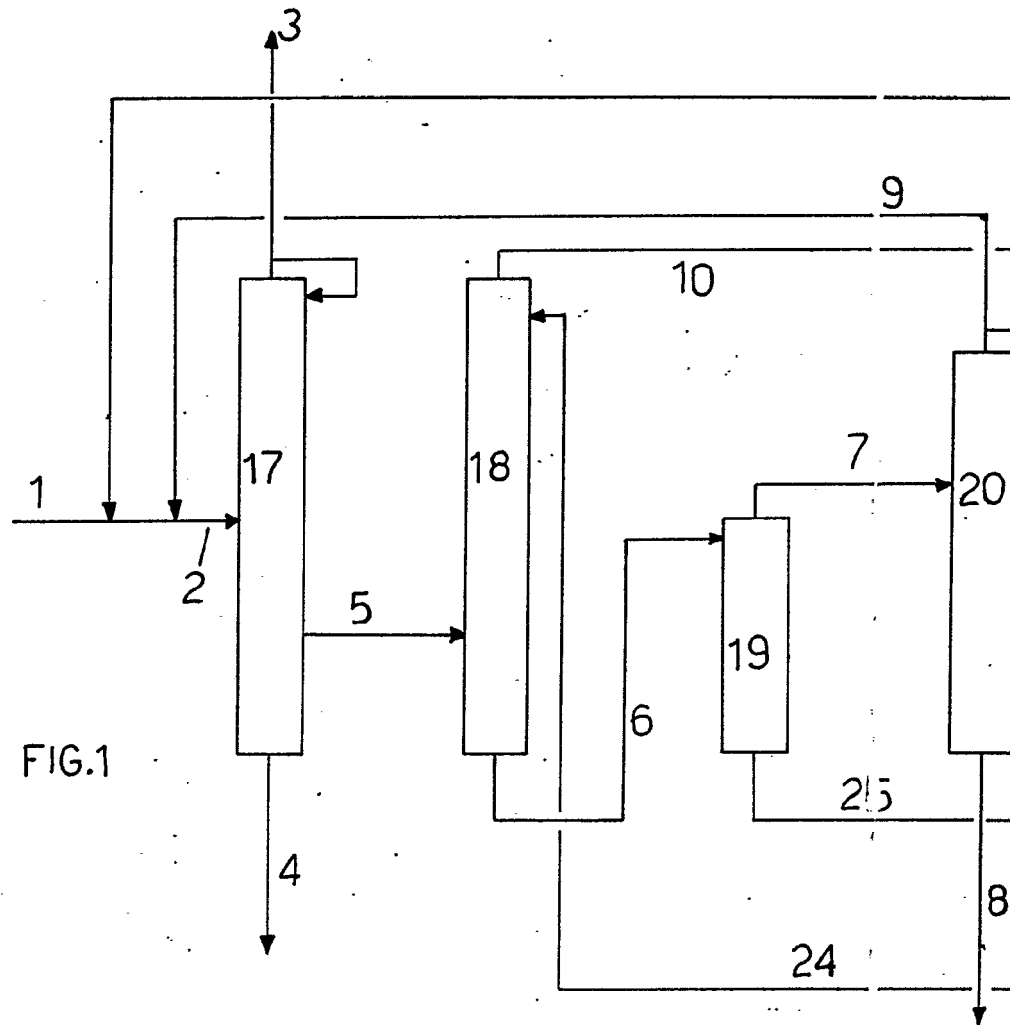
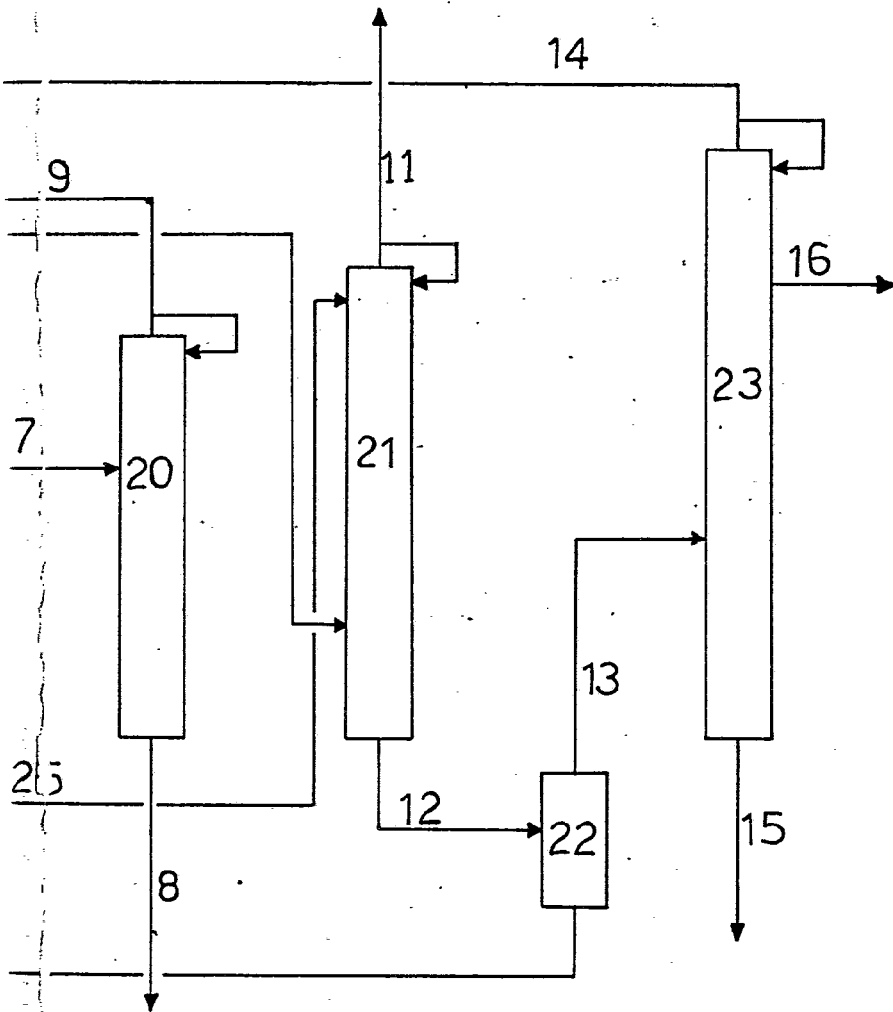


FIG.1

ESQUEMA



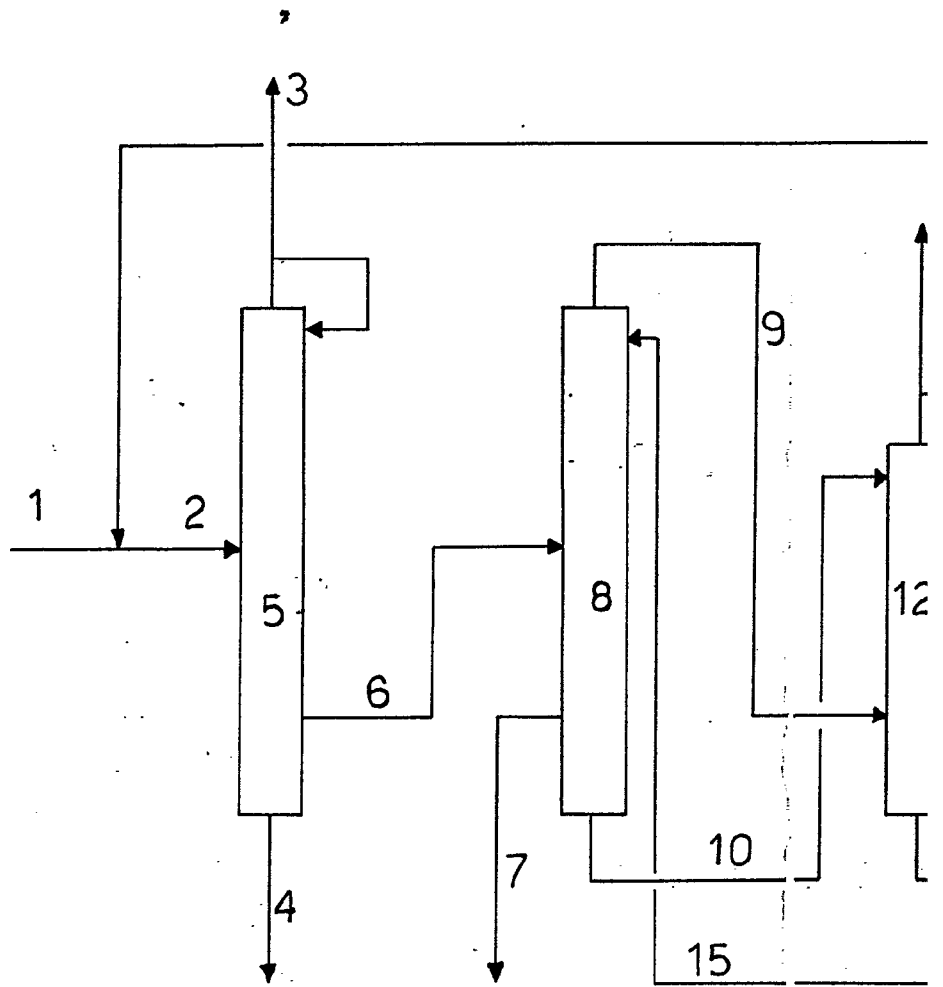
BARCELONA, 27 de Enero de 1973

SNAM PROGETTI S.p.A.

P.P.

J. GOMEZ-ACEBO Y MODET

(Signature)
p. Armador, W. Stahel Stoner



ESQUEMA

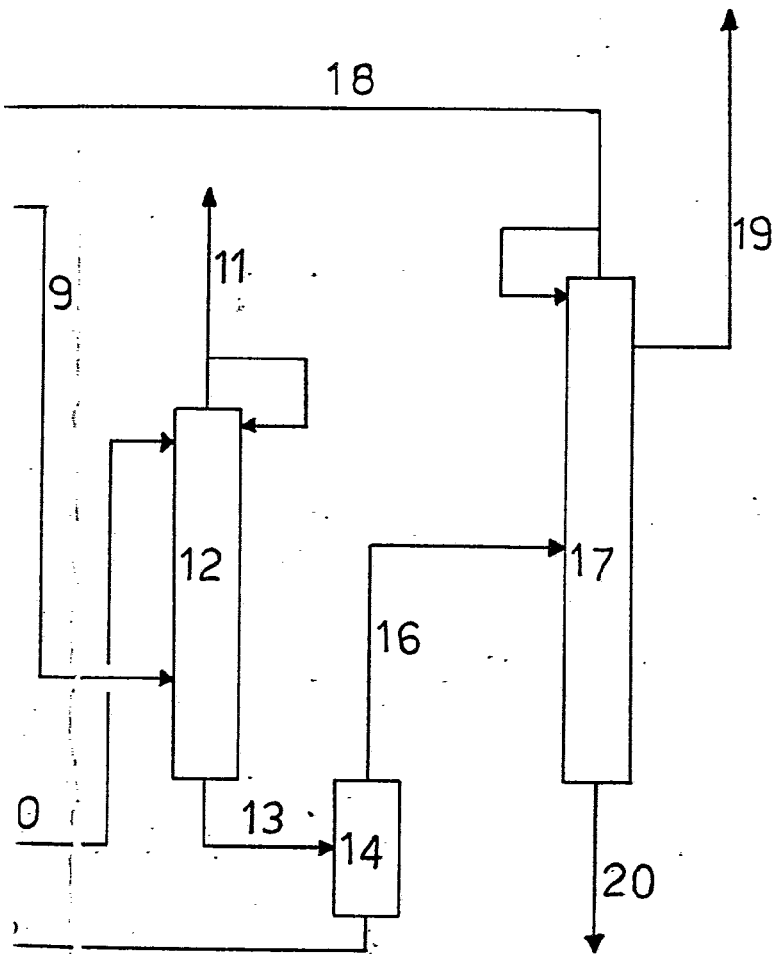


FIG 2

BARCELONA, 27 de Enero de 1973
SNAM PROGETTI S.p.A.
P.P.

J. GOMEZ-ACEBO Y MODEL

Firmado: W. Stöckli Staner