

PATENTE DE INVENCION

Inst. 076//075; B01D

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE DIOLEFINAS DE
MEZCLAS QUE LAS CONTENGAN"

=====

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

Prioridad: Solicitud de Patente Nº 26816 A/73,
depositada en Italia en
20 de Julio de 1973.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la separación de diolefinas de mezclas que las contengan.

Más particularmente, el procedimiento según la presente invención puede utilizarse:

- a) para la separación de isopreno de mezclas que contengan, además de isopreno, otros hidrocarburos C_5 saturados e insaturados, y particularmente ciclopentadieno.
- 10 b) para la separación de butadieno de mezclas de hidrocarburos C_4 que lo contengan.

El procedimiento según la presente invención puede utilizarse indiferentemente tanto para la separación de un grupo de diolefinas de una mezcla de tales diolefinas 15 con hidrocarburos saturados y olefínicos, como también para la separación de diolefinas individuales entre sí.

En la técnica se conocen muchos procedimientos aptos para las separaciones arriba mencionadas, pero en general adolecen de los inconvenientes que se describen a conti- 20 nuación.

En la separación de una diolefina de una mezcla que contenga hidrocarburos saturados y olefínicos, así como otras diolefinas, existen muchos disolventes apropiados para permitir la separación de las diolefinas de los hidro- 25 carburos saturados y olefínicos, pero que no son apropiados para permitir una separación satisfactoria de las diolefinas entre sí.

Entre tales disolventes puede citarse por ejemplo la

N-metil pirrolidona. Por el contrario, otros disolventes (por ejemplo anilina) permiten efectuar de modo satisfactorio únicamente la separación de diolefinas entre sí (véase la Patente francesa N^o 2.017.017).

5 Además, algunos disolventes presentan un poder disolvente muy elevado pero una baja selectividad; otros, por el contrario, tales como la sulfolana, presentan una selectividad elevada pero un bajo poder disolvente.

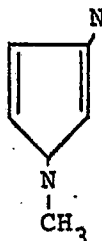
Ahora se ha descubierto, y ello constituye el objeto
10 de la presente invención, que utilizando compuestos heterocíclicos con 5 átomos, saturados o insaturados, con 2 átomos N en el anillo (en posiciones no adyacentes entre sí), con o sin uno o varios átomos de oxígeno enlazados a los carbonos del anillo, mono o dialquilados
15 con al menos un grupo alquilo enlazado al átomo N (el grupo alquilo puede ser indiferentemente un grupo metilo o etilo), que han resultado ser excelentes disolventes, ya sea solos o en mezcla, es posible eliminar los inconvenientes hasta ahora existentes en la técnica.

20 Además, estos disolventes presentan a la vez un poder disolvente y una selectividad muy elevados.

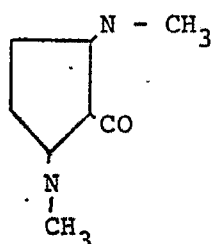
Se hace constar, además, que tales disolventes no hidrolizan como la dimetilformamida, y ello constituye una ventaja no despreciable, ya que las propiedades del
25 disolvente permanecen constantes y no es necesario volverlo a introducir en la instalación.

El grupo de disolventes arriba definidos, susceptibles de ser utilizados en el procedimiento según la inven-

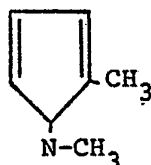
ción, comprende particularmente: N-metil imidazol,
N-N' dimetil imidazolidin 2 ona, 1.2 dimetil imidazol.



(N - metil imidazol)



(N-N' dimetil imidazolidin 2 ona)



(1.2 dimetil imidazol)

Según el procedimiento de la presente invención, los disolventes pueden utilizarse como tales o en mezcla entre sí, y ventajosamente en mezcla con hasta un 20 % en peso de agua; en ningún caso dan lugar a fenómenos de corrosión, tanto que estén en estado anhidro o en mezcla con agua.

Los disolventes empleados en el procedimiento según la invención pueden utilizarse como tales o en mezcla para la separación de los compuestos o clases de compuestos arriba mencionados, ya sea en procesos mediante destilación extractiva o en procesos mediante extracciones líquido-líquido, o finalmente en procesos que utilicen tanto destilaciones extractivas como extracciones líquido-líquido.

A continuación se indican algunos ejemplos destinados

a ilustrar mejor el procedimiento de la invención, sin limitar ésta sin embargo en modo alguno, haciéndose referencia en dichos ejemplos a la Fig. 1.

Ejemplo 1

5 A una columna de destilación extractiva 9 se alimentó una corriente (conducto 1) constituida por:

	Isopreno	=	282.000 moles/h	
	1.4 pentadieno	=	1.346	"
	2 butino	=	0.010	"
10	Isopentano	=	13.241	"
	1 penteno	=	39.664	"
	2 metil 1 buteno	=	67.257	"
	Isopropenilacetileno	=	0.055	"
	Pentano normal	=	120.090	"
15	2 penteno trans	=	29.354	"
	2 penteno cis	=	18.055	"
	2 metil 2 buteno	=	11.258	"
	1.3 ciclopentadieno	=	1.682	"
	1.3 pentadieno trans	=	1.471	"

20 Las condiciones de trabajo eran las siguientes:

Presión de cabeza	=	1,2 atm
L/D	=	1
Platos	=	70

25 A la misma columna se alimentaron, a través del conducto 2, 673 kg/h de disolvente constituido por una mezcla de N-metil imidazol-agua (relación 94/6 en peso).

 Como producto de cabeza se extrajo por el conducto 3 una corriente constituida por:

Isopreno	=	2.700 moles/h
1.4 pentadieno	=	1.346 "
Isopentano	=	13.241 "
1 penteno	=	39.664 "
5 2 metil 1 buteno	=	67.257 "
pentano normal	=	120.090 "
2 penteno trans	=	29.354 "
2 penteno cis	=	18.055 "
2 metil 2 buteno	=	10.979 "

10 La corriente procedente del fondo de la columna 9 (conducto 4) se envió a una segunda columna de destilación extractiva 10, conjuntamente con una corriente (conducto 5) de aproximadamente 69 kg/h de disolvente constituido por una mezcla de N-metil imidazol y agua en la relación de
15 94/6 en peso.

La separación en 10 se efectuó bajo las siguientes condiciones:

Presión de cabeza	=	1,2 atm
L/D	=	1
20 Platos	=	80

Como producto de cabeza se extrajo, a través del conducto 6, una corriente de isopreno de elevada pureza, constituida particularmente por:

Isopreno	=	274.000 moles/h
25 2 metil 2 buteno	=	0.279 "
1.3 pentadieno trans	=	0.940 "

A través de un tubo de descarga (7) se extrajeron en fase vapor los hidrocarburos de acetileno y los hidro-

carburos dienos de alta polaridad (butino 2, isopropenilacetileno, 1.3 ciclopentadieno), mientras que el disolvente, libre de hidrocarburos, apropiado para ser utilizado en las columnas de destilación extractiva 9 y 10, antes mencionadas, se extrajo del fondo (conducto 8).

Ejemplo 2

A la columna de destilación extractiva 9 se alimentó una corriente de 1 kg/h constituida por (conducto 1):

	Hidrocarburos C ₄ saturados	20 % en peso
10	Hidrocarburos C ₄ olefínicos	45 % "
	1.3 butadieno	35 % "
	compuestos acetilénicos	1000 ppm

Las condiciones de trabajo eran las siguientes:

	Presión de cabeza	= 4 atm
15	L/D	= 1
	Platos	= 70

A la misma columna se alimentaron, a través del conducto 2, aproximadamente 11 kg/h de disolvente constituido por una mezcla de N-N' dimetil imidazolidin 2 ona y agua en la relación de 93/7 en peso.

De la porción de cabeza se extrajo, a través del conducto 3, una corriente de 0,65 kg/h, conteniendo esencialmente hidrocarburos saturados y olefínicos. La corriente procedente del fondo de la columna 9 (conducto 4) se alimentó a la segunda columna de destilación extractiva 10, conjuntamente con una corriente de aproximadamente 2,5 kg/h (conducto 5) de disolvente constituido por una mezcla de N-N' dimetil imidazolidin 2 ona y agua (relación 93/7

en peso).

La separación en la columna 10 se efectuó en las siguientes condiciones:

Presión de cabeza = 4 atm

5 L/D = 1

Platos = 80

De la porción de cabeza de la columna se extrajo (conducto 6) una corriente de aproximadamente 0,345 kg/h de 1.3 butadieno de elevada pureza, conteniendo parti-
10 cularmente compuestos acetilénicos en una cantidad inferior o igual a 20 ppm.

A través de un tubo de descarga se extrajeron en fase vapor (conducto 7) los hidrocarburos acetilénicos, conjun-
tamente con una cantidad despreciable de butadieno
15 (0,005 kg/h) mientras que del fondo de la columna se extrajo el disolvente (conducto 8), libre de hidrocarburos, apropiado para volver a ser utilizado en las columnas de destilación extractiva 9 y 10, arriba mencionadas.

Ejemplo 3

20 En relación con el esquema ilustrado en la Fig. 2, a la columna de destilación extractiva 9 se alimentó, por el conducto 1, una corriente igual a la indicada en el ejemplo 1.

Las condiciones de trabajo eran las siguientes:

25 Presión de cabeza = 1.1 atm

L/D = 1.3

Platos = 70

A la misma columna se alimentaron, a través del

conducto 2, aproximadamente 730 kg/h de 1.2 dimetil imidazol anhidro.

De la porción de cabeza se extrajo (conducto 3) una corriente igual a la indicada para el mismo punto en el ejemplo 1.

La corriente procedente del fondo de la columna 9 (conducto 4) se alimentó a la segunda columna de destilación extractiva 10, conjuntamente con una corriente de aproximadamente 80 kg/h (conducto 5) de 1.2 dimetil imidazol anhidro.

La separación en la columna 10 se efectuó en las siguientes condiciones:

Presión de cabeza	=	1.1 atm
L/D	=	1.1
15 Platos	=	70

De la porción de cabeza se extrajo (conducto 6) una corriente de isopreno de elevada pureza, constituida particularmente por:

Isopreno	=	268.000 moles/h
20 2 metil 2 buteno	=	0.279 "
1.3 pentadieno trans	=	0.840 "

Del fondo se extrajo una corriente (conducto 7) conteniendo, además del disolvente, todos los hidrocarburos acetilénicos y dienos (butino 2, isopropenilacetileno, 1.3 ciclopentadieno).

Esta corriente se alimentó a la columna de destilación 14, que trabajaba en las siguientes condiciones:

Presión de cabeza = 0.8 atm
L/D = 0
Platos = 20

De la porción de cabeza se extrajeron (conducto 8)
5 Los hidrocarburos polares arriba mencionados, mientras que del fondo se extrajo el disolvente apropiado para volver a ser utilizado en las columnas de destilación extractiva 9 y 10, arriba mencionadas.

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 esta invención corresponde a la
15 descrita en la Solicitud de Patente Nº 26816 A/73, depositada en Italia en 20 de Julio de 1973, cuya prioridad se reivindica de acuerdo con los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo esencial y por lo que se solicita Patente de Invención, por veinte años, lo que queda resumi-
20 do en las siguientes reivindicaciones:

1ª.- Procedimiento para la separación de diolefinas de mezclas que las contengan, caracterizado porque se efectúa una extracción líquido-líquido y/o una destilación extractiva mediante la utilización de un disolvente cons-
25 tituido por uno o varios compuestos heterocíclicos con 5 átomos, saturados o insaturados, con 2 átomos N en el anillo en posiciones no adyacentes entre sí, con o sin uno o varios átomos de oxígeno enlazados a los carbonos del

anillo, mono o dialquilados con al menos un grupo alquilo
enlazado al átomo N, siendo el grupo alquilo indiferente-
mente un grupo metilo o etilo.

2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a,
5 caracterizado porque como compuesto heterocíclico se elige
N-metil imidazol.

3^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a,
caracterizado porque como compuesto heterocíclico se elige
N-N' dimetil imidazolidin 2 ona.

10 4^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a,
caracterizado porque como compuesto heterocíclico se elige
1.2 dimetil imidazol.

5^a.- Procedimiento según las reivindicaciones prece-
dentes, caracterizado porque el disolvente se utiliza
15 en mezcla con agua en un porcentaje de hasta 20 % en peso.

6^a.- PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE DIOLEFINAS
DE MEZCLAS QUE LAS CONTENGAN,
tal y como queda descrito y reivindicado en la presente
memoria que consta de once hojas mecanografiadas por una
20 sola cara y de dos láminas de dibujos.

BARCELONA, 19 de Julio de 1974.

SNAM PROGETTI S.p.A.

P.P.

J. GÓMEZ-ACEBO Y MODEI

p. p. fdo.: E. Fernández Colón

ESQUEMA

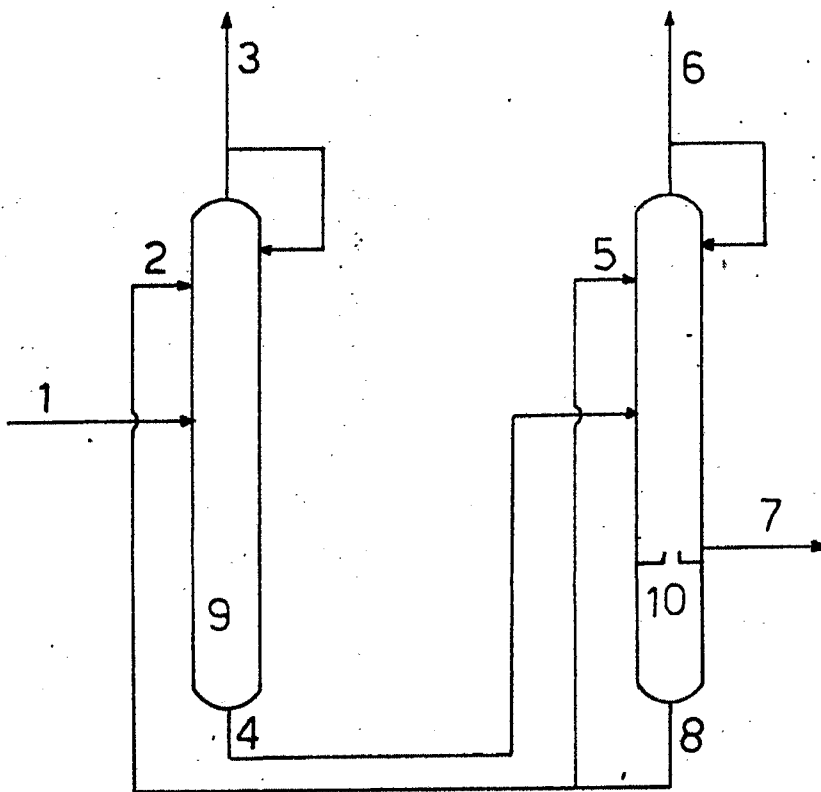


FIG. 1

BARCELONA, 19 de Julio de 1974

SNAM PROGETTI S.p.A.

P.P.

EGD Y MODEI
Barcelona, España

ESQUEMA

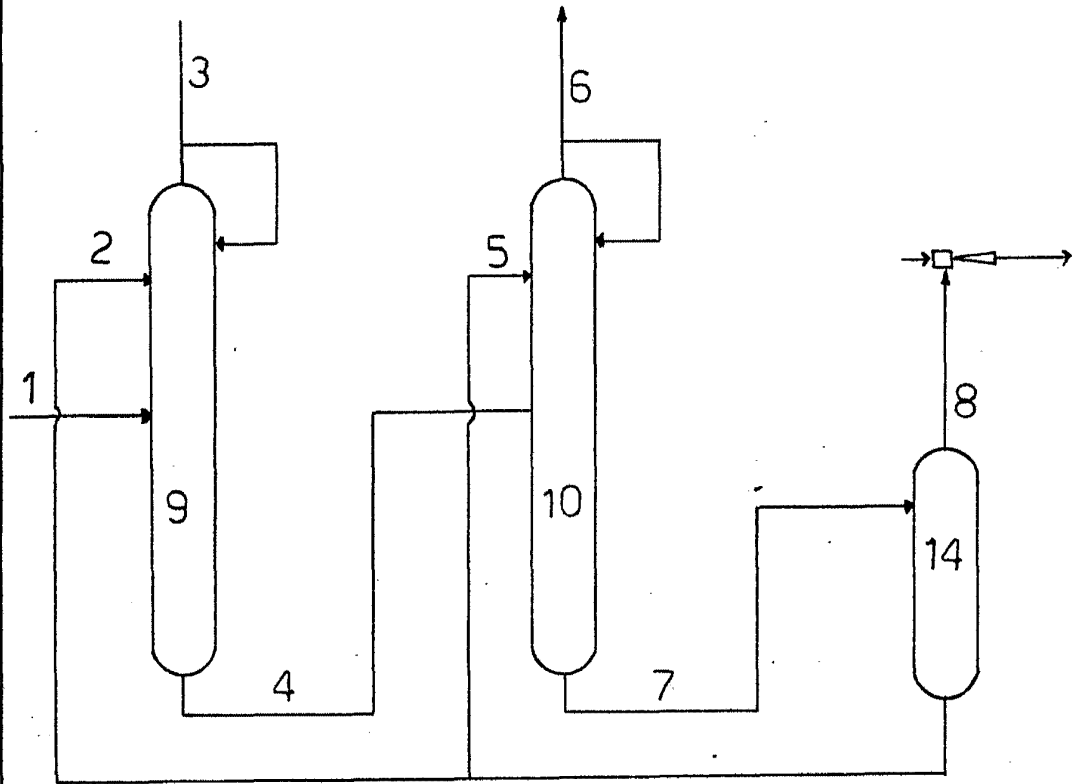


FIG.2

BARCELONA, 19 de Julio de 1974
SNAM PROGETTI S.p.A.
P.P.

[Handwritten signature]
PROGETTI
S.p.A.