



(12)

BREVET DE INVENȚIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: 93-00216

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: 20.08.1991

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate : 24.08.90 DE nr. P 40 26 733.4

(86) Cerere internațională PCT:
Nr. 20.08.1991 EP 91/01577(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.(87) Publicare internațională:
Nr. 05.03.1992 WO 92/03213(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
31.10.1996 BOPI nr. 10/1996(56) Documente din stadiul tehnicii:
DE 3040650; 2461092; 2010137;
EP-A3-0190649(45) Data eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: Hüls Aktiengesellschaft, Marl, DE

(73) Titular: (71)

(72) Inventatori: Modic Rudolf, Korte Hermann-Josef, Schoengen Anton, Schroeder Johann-Heinrich,
Porschen Jörg, DE

Mandatar: S.C. ROMINVENT S.A., București, RO

(54) Procedeu pentru purificarea unui gaz rezidual, rezultat de
la un proces de oxidare

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu pentru purificarea unui gaz rezidual care provine de la un proces de oxidare, produs sub presiune, gazul rezidual fiind încărcat cu substanțe alifatice și/sau aromatice, printr-o spălare a gazului rezidual. Gazul rezidual care trebuie purificat, provine mai ales dintr-un proces de oxidare care folosește gaz cu conținut de oxigen, de exemplu, de la oxidarea cu aer a paraxilenului (p-X) după așa-numitul procedeu Witten-DMT pentru obținerea dimetiltereftalatului (DMT). Gazul rezidual se supune sub presiune unei purificări prin absorbție, agentul de absorbție fiind mai ales un ester sau un amestec de esteri. Esterul, respectiv amestecul de

esteri, prezintă, în acest caz, un punct de fierbere mai ridicat decât substanțele care trebuie separate prin spălare. De preferință, procedeu cuprinde următoarele faze principale : a) condensarea parțială a substanțelor care trebuie spălate la circa 35 ... 60°C; b) absorbția cu metil ester al acidului *para*-toluic (p-TE) sau cu un amestec de p-TE și metilester al acidului benzoic (BME) ; c) absorbția cu BME și/sau metanol; d) absorbția cu apă; e) arderea sub presiune eventual cu adaos de oxigen și substanțe combustibile.

Revendicări: 8

Figuri: 3

RO 111420 B1



Invenția se referă la un procedeu pentru purificarea unui gaz rezidual încărcat cel puțin cu xilen, procedeu cuprinzând eventual pe lângă alte trepte de procedeu, cel puțin o spălare a gazului rezidual. Gazul rezidual este încărcat cu xilen și eventual și cu alte substanțe aromatice și eventual alifatic. Gazul rezidual care trebuie purificat provine de la o oxidare produsă la o presiune de 5 până la 50 bar, a xilenului cu gaz cu conținut de oxigen, de exemplu, din oxidarea cu aer a *para*-xilolului (*p*-X) după așa-numitul procedeu Witten-DMT pentru obținerea dimetiltereftalului (DMT).

Conform procedurii Witten-DMT se oxidează un amestec din *p*-X și metilester al acidului paratoluic (*p*-TC) în fază lichidă, în absența solvenților străini de proces și a compușilor de halogen, la o presiune de cca 4 până la 8 bar și la o temperatură de cca 140 până la 180°C cu oxigen din aer, în prezența unor catalizatori dizolvați, de oxidare, din metale grele, de exemplu, în prezența unui amestec de compuși de cobalt și mangan. (vezi DE-PS-2010137).

În cadrul acestui procedeu industrial utilizat la scară mare se obține oxidarea cu oxigenul din aer un gaz rezidual, care, în funcție de presiunea la oxidare și temperatura de oxidare și în funcție de datele fizice ale substanței, este saturat în mod tipic cu următoarele fracțiuni :

a) 0,4 până la 0,6 % dintr-o fracțiune cu punct de fierbere mai ridicat, din DMT, monometiltereftal (MMT), metilester al acidului tereftalaldehidic (TAE), acid *para*-toluic (*p*-TA) și acid tereftalic (TPA). Câteva din aceste produse formează la răcire sublimat cu temperatură de topire ridicată, în măsura în care ele nu sunt dizolvate în celelalte componente ;

b) 14 până la 22 % în greutate dintr-o fracțiune insolubilă în apă cu temperatură de fierbere medie din produse ca *p*-TE, metilester al acidului benzoic (BME) și *p*-X ;

c) 7 până la 10% în greutate dintr-o fracțiune cu punct de fierbere

mediu din produse insolubile în apă ca acid acetic, acid formic, apă de reacție și metanol ;

d) 0,2 până la 0,3 % în greutate de substanțe cu temperatură de fierbere joasă cum ar fi acetatul de metil, formiatul de metil, acetaldehida, formaldehida, dimetileterul și altele asemănătoare.

Gazul purtător pentru substanțele de mai sus constă din :

e) azotul din aer ;

f) o cantitate rămasă de oxigen de 0,5 până la 3% în greutate (la atingerea limitelor de explozie de 6 până la 8% în greutate) ;

g) produsele secundare de reacție CO₂ cu 1 până la 3% în greutate precum și CO cu 0,3 până la 2,0 % în greutate.

Din punct de vedere economic, substanțele menționate se împart în așa-numitele produse valoroase și substanțe reziduale. Produsele valoroase se reciclează în proces.

Substanțele reziduale trebuie să fie îndepărtate ținând seama cât mai mult posibil de protecția mediului înconjurător. Din aceste substanțe reziduale fac parte între altele CO precum și substanțele care fierb ușor, cum sunt acetaldehidă, formaldehidă, dimetileter precum și acidul acetic și acidul formic.

Dintre substanțele valoroase se pot deosebi cele solubile în apă ca metanolul precum și cele insolubile în apă cum sunt *p*-X, DMT, *p*-TE, etc.

Cu privire la "Procedeu Witten-DMT" (procedeu Katzschmann) se face referire la DE-PS-1041945, DE-PS-1299627, DE-OS-2014012, DE-C3-2244 662, DE-C3-2427875, DE-C2-2916197, DE-C2-3011858, DE-C2-303 045, DE-C2-3044617, EP-B1-0053241, DE-C1-3151383, EP-B1-0156133, EP-B1-0157122, DE-C1-3440650, WO 90/09367 precum și la Hydrocarbon Processing, November 1983, p.91. În măsura în care se face referire, în descrierea de față, la procedeu în totalitatea lui, se iau în considerație documentațiile menționate.

Gazul rezidual din oxidarea procedurii Witten-DMT se răcește în mod

obișnuit în mai multe trepte; în acest fel componentele cu punct de fierbere mai ridicat și mediu se separă prin condensare în mare măsură, în trepte. După o spălare cu apă rece, curentul de gaz rezidual se eliberează, într-o adsorbție cu

cărbune activ, de componentele organice rămase, în mare măsură (Ullmann, Ediția 4, 1982, vol. 22, p. 529 ff; DE-CI-3440650; DE-AI-2461092).

O purificare asemănătoare a gazelor reziduale cu răcire și apoi spălare cu apă este cunoscută din așa-numitul procedeu AMOCO pentru gazele reziduale de la oxidare (Ullmann, ediția 4,

1982, vol. 22, p. 519 ff).

Această purificare a gazelor reziduale are dezavantajul, că treapta de adsorbție (instalația de cărbune activ) poate fi exploatată numai discontinuu, că prelucrarea desorbantului de cărbune activ este scump și că folosirea energiilor conținute în gazul rezidual este posibilă numai în mod limitat. În fine, cu o adsorbție cu cărbune activ nu este posibil să se îndepărteze CO conținut în gazele reziduale.

Din GB-A 2097476 (= DE-AI-3215437) se cunoaște un procedeu pentru folosirea energiei mecanice a unui gaz rezidual, la care gazul rezidual este folosit pentru răcirea unei turbine cu gaz cu amestecarea apoi cu aerul de ardere. O ardere a gazului rezidual este în acest caz nici posibilă, nici prevăzută.

Din EP-A3 0190649 este cunoscut un procedeu pentru separarea substanțelor volatile toxice dintr-un aer evacuat, printr-o spălare în contracurent cu un ulei esteric cu vâscozitate redusă. Totuși această publicație nu conține indicații asupra presiunii la adsorbție, asupra punctului de fierbere a lichidului de spălare și a aplicabilității unei astfel de adsorbție pentru purificarea unui gaz rezidual de la o oxidare cu aer a xilenului.

De aceea, scopul invenției de față este să se îndepărteze xilenul conținut în gazele reziduale în mod continuu și cât mai complet.

Un alt scop al invenției (obiectul revendicărilor secundare) este utilizarea

în cât mai mare măsură posibilă a energiei conținute în gazul rezidual (presiune, temperatură, produse oxidabile). În fine, un alt scop al invenției este să reducă la minim cota parte de CO din gazul rezidual.

Procedeu, conform prezentei invenții, înlătură dezavantajele menționate prin aceea că gazul rezidual care provine din oxidarea *para*-xilenului se răcește și se condensează parțial la o temperatură de 10 până la 120°C, de preferință la 30 până la 60°C, o mare parte a componentelor organice și a apei conținute în gazul rezidual fiind trecute în stare lichidă, condensarea putând fi efectuată într-o instalație de spălare și/sau într-o instalație de condensare, curentul de gaz rezidual rămas, care conține între altele *para*-xilen și metanol se supune unui proces de adsorbție într-o treaptă sau în mai multe trepte pentru îndepărtarea acestor substanțe, utilizându-se ca agent de adsorbție un ester sau un amestec de esteri, care constă, de preferință, din metil esterul acidului benzoic și din metil esterul acidului *para*-toluilic, în care *para*-xilenul se dizolvă, eventual într-o a doua treaptă de adsorbție se spală gazul rezidual îmbogățit cu solvent în contracurent cu un alt solvent, acest solvent având de preferință un punct de fierbere mai scăzut decât solventul menționat și care constă mai ales din metil ester al acidului benzoic și/sau metanol, în această treaptă gazul se răcește la o temperatură de 30 până la 20°C și se eliberează în acest timp în totalitate sau parțial de solventul din prima treaptă și conține în esență metanol ca produs valoros, eventual într-o a treia treaptă de adsorbție metanolul se îndepărtează în totalitate sau parțial prin spălare cu apă la o temperatură de 10 până la 25°C, de preferință, la o temperatură de 15°C.

La utilizarea preferată a procedurii conform invenției pentru purificarea gazelor reziduale de la oxidare dintr-o oxidare cu aer a *p*-X, se produce, de preferință, înainte de adsorbție, o condensare (parțială), mai ales la o temperatură de 35 până la 60°C, de pre

ferință, de cca 40°C. Prin separarea condensatului se poate îndepărta cea mai mare parte din componentele organice cu punct de fierbere ridicat și mediu din gazul rezidual (*p*-TE, DMT, BME) precum și din *p*-xilen și metanol. Condensarea (parțială) poate avea loc și într-o instalație de spălare cu condensare.

Restul de curent de gaz rezidual conține ca produse valoroase mai ales *p*-X și metanol. Produsul *p*-X, se îndepărtează în cadrul absorbției, conform invenției, absorbția fiind realizată, de preferință, în mai multe etape. În prima treaptă de absorbție agentul de absorbție (solventul) constă mai ales din *p*-TE, *p*-X din gazul rezidual se dizolvă în *p*-TE până la urme și se spală cu aceasta. Gazul rezidual eliberat de *p*-X și îmbogățit cu solventul (*p*-TE) din prima treaptă de absorbție se spală, după o realizare preferată a invenției, într-o a doua treaptă de absorbție cu un alt solvent, de preferință cu un punct de fierbere mai scăzut, care constă mai ales din BME și/sau metanol, spălarea făcându-se în contracurent. Gazul rezidual care se răcește în acest timp de preferință la 20 până la 30°C se eliberează, în această a doua treaptă de absorbție, de solventul din prima treaptă (*p*-TE) și conține apoi aproape exclusiv metanol ca produs valoros.

Metanolul conținut încă în gazul rezidual se absoarbe într-o altă spălare cu apă, temperatura fiind din motive energetice de cca 10 până la 20°C, de preferință, de cca 15°C. După această a treia treaptă de absorbție gazul rezidual mai conține încă numai urme de produse valoroase.

Pentru procedeul conform invenției, este deosebit de avantajos, ca să se folosească ca agent de absorbție pentru metanol, o apă de proces îmbogățită cu substanțe reziduale distilabile (de exemplu, acid acetic, acid formic, formaldehidă etc.) dar liberă de produse valoroase. Partea sub formă de vapori preluată în curentul de gaz rezidual, de apă reziduală poate apoi să fie evacuată foarte avantajos printr-o ardere ulterioară.

Chiar când nu este necesară o absorbție a metanolului, este foarte avantajos, ca, gazul rezidual eliberat în prealabil de produse valoroase prin condensarea menționată și în același timp uscat în totalitate sau parțial, să fie saturat cu vaporii de apă reziduală obținuți prin energie reziduală, cu substanțele reziduale distilabile conținute în acești vapori de apă reziduală.

Componentele combustibile încă conținute, mai ales CO și produsele organice, provenite parțial din apa de spălare, cum ar fi acidul acetic, acidul formic precum și componentele gazului rezidual îndepărtate prin absorbție, pot fi folosite, conform unei realizări deosebit de preferate a invenției prin ardere, mai ales sub presiune, pentru încălzirea gazului rezidual, energia termică respectiv mecanică putând fi folosită într-o turbină cu detentă.

De preferință, la gazul rezidual se adaugă înainte de ardere în mod suplimentar oxigen (aer) și un combustibil, pentru a ajunge la o folosire mai rațională din punct de vedere energetic, cu un grad de eficiență mai ridicat. Este însă posibil și să se ardă componentele oxidabile în mod catalitic.

Într-o formă preferată, de realizare a invenției, gazul rezidual, după ultima treaptă de absorbție, se încălzește mai întâi în contracurent cu gazul rezidual de la oxidare și apoi se saturează cu o apă reziduală de proces, care este încărcată cu substanțe reziduale organice. În acest caz, apa reziduală poate fi evaporată cu căldura reziduală din proces. În acest mod o parte din apa reziduală de proces poate fi evacuată în mod deosebit de favorabil din punct de vedere energetic.

Cu acest procedeu, este posibil, într-un mod surprinzător de simplu să se ajungă la o purificare completă a gazului rezidual din procese de oxidare care se produc cu gaz conținând oxigen, energia conținută în gazul rezidual (termică, de substanță și mecanică) putând fi recuperată în mare măsură.

Invenția se explică mai detaliat cu ajutorul a două exemple de realizare, precum și prin desene. Schemele anexate arată :

- Fig. 1, instalație de purificare a gazului rezidual, conform invenției;

- Fig.2, instalație montată după cea de mai sus, pentru recuperarea energiei ;

- Fig.3, instalație alternativă de purificare a gazului rezidual similară cu fig.1.

Curenții de substanță indicați în fig.1 și 2 cu reperate numerice **100** până la **242** (încercuți) sunt indicați în tabelul 1. În tabelul 2 sunt indicați curenții de energie cu reperate numerice **200** până la **232** (reprezențați în fig.2 cu dreptunghiuri de încercuire).

Într-o instalație pentru obținerea acidului tereftalic (TPA) din DMT ca produs intermediar, corespunzător DE-C2-3044617, cu o capacitate de 250000 tone pe an, rezultă cca. 93000 kg/h gaze reziduale din oxidare, care se purifică într-o instalație de prelucrare a gazului, rezidual conform fig.1 și 2.

Pe lângă gazul rezidual de la oxidare se scot în acest caz următorii curenți de substanță din procesul în totalitatea lui :

Curentul de substanță **108**, o fracțiune conținând în mod preponderent *p*-TE din distilarea esterului brut ;

Curentul de substanță **114**, o fracțiune care conține în mod preponderent BME din așa-numita prelucrare a B-esterului ;

Curentul de substanță **184**, o apă reziduală de proces încărcată cu produse reziduale organice ;

Curentul de energie **222**, cca 600 kg/h dimetileter (DME) care se obține prin distilare din produsul de vârf cu conținut de metanol al hidrolizei ;

Curentul de energie **224**, cca 858 kg/h reziduuri lichide combustibile din prelucrarea reziduului;

Curentul de energie **226** cca 760 kg/h gaz natural.

Exemplul 1. Curentul de gaz rezidual

dual **100** din oxidarea *p*-X cu o temperatură de 158°C, cu o presiune de **7** bar și saturat cu substanțele conform tabelului 1 se răcește în schimbătorul de căldură **2** la temperatură de 120°C, la aproximativ aceeași presiune cu curentul de gaze reziduale de evacuat **128** în contracurent (fig.1).

Apoi curentul de gaze reziduale răcite **101** se alimentează împreună cu componentele cu punct de fierbere mai ridicat în mod preponderent condensate ale substanțelor de încărcare la răcirea în continuare și parțial cu punct de fierbere mediu ale produselor valoroase și ale apei în condensatorul **4** care este exploatat cu apă de răcire.

Faza lichidă rezultată **102** se scoate din condensatorul **4** la o temperatură de 40°C și se destinde într-un separator (nereprezentat).

Amestecul de gaze reziduale **104** care iese din condensatorul **4** se alimentează la o temperatură de 40°C și cu o încărcare de 1,25 % în greutate *p*-X, 0,16 % în greutate metanol și 0,17 % în greutate substanțe cu punct de fierbere scăzut în partea inferioară a primei trepte de absorbție a coloanei de spălare cu absorbție **3** pentru recuperarea *p*-xilenului.

Funcțiunea *p*-TE 108 din fracțiunea *p*-TE rezultată din procesul în totalitate lui din separarea prin distilare a esterului brut, care fracțiune *p*-TE este recirculată la oxidare, scoaterea având loc la o temperatură de 140°C (nereprezentată) cu ajutorul pompei de mărire a presiunii **6**, fiind adusă la o presiune de 7 bar, fiind alimentată prin intermediul răcitorului **8** care funcționează cu condensat, răcindu-se la temperatura de 100°C și fiind alimentată ca solvent **110** la vârful primei trepte de absorbție a coloanei de spălare cu absorbție în două trepte **3**, pentru spălarea amestecului de gaze reziduale **104** care trece prin ea, în contracurent.

Amestecul de gaze reziduale la vârful primei trepte de absorbție la o temperatură de 60°C, sărac în xilen și

îmbogățit cu *p*-TE curge direct în rezervorul celei de-a doua trepte. În această a doua treaptă, curentul de gaz rezidual se spală pentru recuperarea *p*-TE și se răcește mai departe.

Fracțiunea BME **114** provine din proces din separarea prin distilare a așa-numitei fracțiuni de B-ester, care constă în principal din *p*-TE, BME, TAE precum și din metanol. Fracțiunea de B-ester se obține din fracțiunea constând din mai ales *p*-TE, rezultată din vârful rectificării esterului brut. Fracțiunea BME **114** prezintă o temperatură de 104°C și se aduce cu pompa de mărire a presiunii **10** la presiunea de 7 bar și se alimentează în circuitul exterior de răcire exploatat cu pompa de recirculație **9** a celei de-a doua trepte a coloanei de spălare cu absorbție **3** și se amestecă cu faza lichidă **112** care rezultă în rezervorul inferior al celei de-a doua trepte, la o temperatură de 46°C, reglându-se o temperatură de 46,5°C (curentul de substanță **116**). Apoi agentul de absorbție constând în mod preponderent din BME și *p*-TE, în circulație se răcește într-un răcitor **11** exploatat cu apă rece, la o temperatură de 25°C și se alimentează ca solvenți și agent de răcire **118** în contracurent cu amestecul de gaz rezidual **104**, pentru răcirea în continuare și condensarea produselor valoroase, la partea superioară a celei de-a doua trepte de spălare.

Solventul colectat în bazinul celei de-a doua trepte cu produsele valoroase recuperate, constând în principal din *p*-TE și parțial din metanol și BME, se scurg într-o parte redusă prin scurgere liberă în prima treaptă de absorbție și se scot împreună cu fracțiunea *p*-TE **106** rezultată în bazin și conținând *p*-X a coloanei de absorbție în două trepte **3** la o temperatură de 48°C și se destinde în rezervorul pentru fracțiunea *p*-TE care urmează a fi recirculată în proces.

Amestecul de gaz rezidual **120** care iese la vârful coloanei de spălare cu absorbție în două trepte **3**, cu o temperatură de 26°C și cu o încărcare

de 0,12 % în greutate metanol și 0,14 % în greutate substanțe cu punct de fierbere coborât, se alimentează în bazinul inferior al coloanei de absorbție **13** pentru recuperarea metanolului.

Apa reziduală de proces **184** săracă în metanol cu o temperatură de 40°C se aduce cu pompa de răcire a presiunii **15** la presiunea de 7 bar, se răcește în răcitorul **17** exploatat cu apă rece, la o temperatură de 15°C și se alimentează ca solvent **126** la vârful coloanei de absorbție **13** pentru spălarea în contracurent a amestecului de gaze reziduală **120** care circulă prin această coloană **13**.

Amestecul de metanol-apă **122** rezultat în bazinul inferior cu o temperatură de 20°C se destinde într-un separator (nereprezentat).

Amestecul de gaze reziduale **128** care iese la vârful coloanei de absorbție **13** la o temperatură de 15°C și eliberat de produse valoroase, cu o încărcătură reziduală de 0,28 % în greutate de substanțe cu punct de fierbere mic, se preîncălzește în schimbătorul de căldură **2** prin căldura cedată în contracurent a curentului de gaz rezidual **100** la o temperatură de 131°C (curentul de substanță **130**) și apoi se încălzește împreună cu oxigenul din aer **242** necesar pentru arderea ulterioară în schimbătorul de căldură **48** (fig.2) în contracurent cu curentul de gaze de fum ce urmează a fi evacuate **236**, la o temperatură de 340°C (curentul de substanță **230**). Gazul rezidual încălzit **230** se arde în camera de ardere **50** prin adaos de combustibil, sub forma unor reziduuri care rezultă sub formă de vapori și lichid sub presiune, constând din dimetileter (DME) (curent de energie **222**) și reziduu DMT (curent de energie **224**) din proces și cu gaz natural (curentul de energie **226**) drept combustibil de adaos la o presiune de 7 bar și la o temperatură de 1000°C, cu utilizarea căldurii de ardere conținute în curentul de gaze reziduale **130**.

Gazul de fum rezultat se răcește într-un schimbător de căldură **52** prin încălzirea unui purtător de căldură și/sau obținerea de abur de înaltă presiune, care sunt necesare în proces, la o temperatură de 650°C (curent de substanță **234**) și se alimentează într-o turbină de destindere a gazului fierbinte **54**.

În turbina **54** are loc destinderea gazului de fum la o presiune de 1,05 bar în același timp o răcire la o temperatură de 380°C.

Energia mecanică care se eliberează astfel se alimentează direct ca energie de acționare la compresorul de aer **56** care este montat pe același ax, care dă curentul de aer **150** pentru oxidare cu o presiune de 9 bar și cu o temperatură de 115°C și curentul de aer cu oxigen **242** pentru arderea ulterioară a amestecului de gaze reziduale **130** pus în libertate în același timp la o presiune de 7 bar și la o temperatură de 75°C.

Apa rezultată **152** la răcirea intermediară în timpul compresiei aerului prin răcitorul **27** exploatat cu apă de răcire se evacuează.

Gazul de fum destins și răcit **236** din turbina de gaz fierbinte **54** se răcește, pentru utilizarea mai departe a căldurii evacuate, prin schimbătorul de căldură **48** în contracurent cu curentul de gaz **228** destinat arderii ulterioare, la o temperatură de 165°C și se evacuează în atmosferă.

Așa cum se poate vedea din tabelul 1, curentul de substanță **238**, gazul rezidual purificat nu mai conține practic componente organice și CO și

poate fi evacuat fără probleme în atmosferă.

Pentru purificarea gazului rezidual sunt necesare, conform tabelului 2, în total 10 kW energie electrică și 18,81 MW combustibili (curenții de energie **202, 206, 208, 212 și 222-226**). În schimb se folosesc 11,1 MW pentru obținerea aburului și 8,672 MW pentru compresia de aer de adaos pentru oxidator (curenți de substanță **204, 228 și 230**). Un bilanț al instalației conform *fig. 1 și 2*, indică o recuperare netă de energie de 980 kW din gazul rezidual.

O purificare a gazului rezidual din stadiul tehnic actual cu condensare în trei trepte și adsorbție pe cărbune activ necesită fără treptele de prelucrare auxiliare un consum de energie net de 1,852 MW la un efect mult mai prost de purificare a gazului rezidual. Astfel, procedeul, conform acestei invenții, dă posibilitatea pe lângă cea a unei purificări mai bune, unei economisiri de energie de cca. 2,8 MW.

Exemplul 2. În *fig. 3* este reprezentată o purificare alternativă a gazului rezidual, care corespunde foarte mult instalației reprezentate în *fig. 1*. După condensarea parțială a substanțelor încărcate în răcitorul **4**, se scoate din gazul rezidual mai întâi în spălătorul **3A**, *p-X* însă dizolvat cu un amestec din *p-TE* și BME. În cea de a doua desorbție **3B** se spală cu metanol **134** BME și *p-TE* dizolvați în curentul de gaz rezidual. La sfârșit se spală în coloana de spălare **18** cu apă metanolul dizolvat în gazul rezidual.

RO 111420 B1

13

14

Tabelul 1.1.

Curent de substanță Substanța	Unitatea	100	101	102	104	106	108	110
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Cantitatea	kg/oră	93402	93402	24083	69319	6287	5000	5000
Presiunea	bar	7	7	7	7		1,1	7
Temperatura	°C	158	120	40	40	48	140	100
Conținut de căldură*	kW	10916	8365	638	569	167	362	259
Subst. cu pf. ridicat	% în greutate	urme	urme	urme				
DMT DMI DMO	% în greutate	0,21	0,21	0,81		11,93	15,00	15,00
MMT	% în greutate	0,02	0,02	0,08				
TPA	% în greutate	urme	urme	urme				
TAE	% în greutate	0,03	0,03	0,12		3,18	4,00	4,00
p-TE	% în greutate	3,67	3,67	14,22	urme	58,56	73,60	73,60
p-TA	% în greutate	0,21	0,21	0,81		0,32	0,40	0,40
BME	% în greutate	2,10	2,10	8,12	urme	6,00	7,00	7,00
Xileni	% în greutate	12,35	12,35	44,34	1,25	13,72		
Acetat de metil	% în greutate	0,11	0,11	0,25	0,06	0,15		
Formiat de metil	% în greutate	0,05	0,05	0,08	0,04	0,02		
Acid acetic	% în greutate	0,42	0,42	1,59	0,01	0,15		
DME	% în greutate							
Acid formic	% în greutate	0,21	0,21	0,78	0,01	0,09		

RO 111420 B1

15

16

Continuare tabelul 1.1.

1	2	3	4	5	6	7	8	9
Aldehydă acetică	% în greutate	0,05	0,05	0,06	0,04	urme		
Metanol	% în greutate	0,65	0,65	2,06	0,16	0,50		
Bioxid de carbon	% în greutate	1,50	1,50		2,02			
Oxigen	% în greutate	2,32	2,32		3,13			
Monoxid de carbon	% în greutate	0,41	0,41		0,55			
Azot	% în greutate	68,48	68,48		92,27			
Apă	% în greutate	7,20	7,20	26,67	0,45	4,38		
NO _x ca NO ₂	% în greutate							

Observație: urme egal cu < 0,01 % în greutate

^{x)} Temperatura de referință 0°C

Tabelul 1.2.

Curent de substanță	Unitatea	112	114	116	118	120	122	126
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Substanța								
Cantitatea	kg/oră	76833	100	76933	76933	68132	9392	9500
Presiunea	bar	7	1,1	7	7	7	7	7
Temperatura	°C	46	104	46,5	25	26	20	15
Conținut de căldură ^x	kW	2041	6	2290	1758	540	205	162
Subst. cu pf. ridicat %	în greutate							
DMT DMI DMO	% în greutate	0,32		0,32	0,32			
MMT	% în greutate							

RO 111420 B1

17

18

Continuare tabelul 1.2.

1	2	3	4	5	6	7	8	9
TPA	% în greutate							
TAE	% în greutate	0,26		0,26	0,26			
p-TE	% în greutate	37,83		37,78	37,78	urme		
p-TA	% în greutate	1,01		0,01	0,01			
BME	% în greutate	57,90	98,00	57,95	0,02			
Xileni	% în greutate	0,11		0,11	0,11	urme		urme
Acetat de metil	% în greutate	0,25		0,25	0,25	0,05		
Formiat de metil	% în greutate	0,07		0,07	0,07	0,04		
Acid acetic	% în greutate							
DME	% în greutate							
Acid formic	% în greutate	0,08		0,08	0,08	urme	0,78	1,10
Aldehidă acetică	% în greutate	0,05		0,05	0,05	0,05		
Metanol	% în greutate	0,83	2,00	0,83	0,83	0,11	0,86	0,05
Bioxid de carbon	% în greutate					2,05		
Oxigen	% în greutate					3,18		
Monoxid de carbon	% în greutate					0,56		
Azot	% în greutate					93,88		
Apă	% în greutate	2,28		2,28	2,28	0,05	96,81	96,62
NO _x ca NO ₂	% în greutate							

Observație : urme egal cu < 0,01 % în greutate

*¹ Temperatura de referință 0°C

Tabelul 1.3.

Curent de substantă Substanță	Unitatea	128	130	150	152	184	228	230
Capacitatea	kg/oră	68240	68240	83535	443	9500	95150	95150
Presiunea	bar	7	7	9	1,1	1,1	7	7
Temperatura	°C	15	131	115	25	40	123	340
Conținut de căldură*	kW	497	2761	2750	13	440	3329	9750
Subst. cu p.f. ridicat	% în greutate							
DMT DMI DMO	% în greutate							
MMT	% în greutate							
TPA	% în greutate							
TAE	% în greutate							
p-TE	% în greutate	urme	urme				urme	urme
BME	% în greutate	0,02	0,02				0,01	0,01
Xileni	% în greutate	urme	urme			urme	urme	urme
Acetat de metil	% în greutate	0,05	0,05				0,04	0,04
Formiat de metil	% în greutate	0,03	0,03				0,03	0,03
Acid acetic	% în greutate	0,10	0,10			2,22	0,07	0,07
DME	% în greutate							
Acid formic	% în greutate	0,05	0,05			1,10	0,03	0,03
Aldehidă acetică	% în greutate	0,05	0,05				0,03	0,03
Metanol	% în greutate	urme	urme			0,05	urme	urme
Bioxid de carbon	% în greutate	2,05	2,05				1,47	1,47
Curent de substanță								
Oxigen	% în greutate	3,17	3,17	23,13			8,79	8,79
Monoxid de carbon	% în greutate	0,56	0,56				0,40	0,40
Azot	% în greutate	93,73	93,73	76,57			88,80	88,80
Apă	% în greutate	0,17	0,17	0,30	100,096,62	0,32	0,32	
NO _x ca NO ₂	% în greutate							

Observație : Urme egal cu < 0,01 % în greutate
Temperatura de referință °C

Tabelul 1.4.

Curent de substanță Substanța	Unitatea	238	234	236	238	240	242
Cantitatea	kg/oră	97368	97368	97368	97368	110888	26910
Presiunea	bar	7	7	1,05	1,05	1,1	7
Temperatura	°C	1000	650	380	165	15	15
Conținut de căldură ^x	kW	36675	19650	10978	4517	787	568
Subst. cu p.f. ridicat	% în greutate						
DMT DMI DMO	% în greutate						
NMT	% în greutate						
TPA	% în greutate						
TAE	% în greutate						
p-TE	% în greutate						
p-TA	% în greutate						
BME	% în greutate						
Xileni	% în greutate						
Acetat de metil	% în greutate						
Formiat de metil	% în greutate						
Acid acetic	% în greutate						
DME	% în greutate						
Acid formic	% în greutate						
Aldehidă acetică	% în greutate						
Metanol	% în greutate						
Bioxid de carbon	% în greutate						
Oxigen	% în greutate	2,51	2,51	2,51	2,51	23,04	23,04
Monoxid de carbon	% în greutate						
Azot	% în greutate	86,77	86,77	86,77	86,77	76,27	76,56
Apă	% în greutate	2,63	2,63	2,63	2,63	0,69	0,40
NO _x ca NO ₂	% în greutate	urme	urme	urme	urme		

Observație : Urme egal < 0,01 % în greutate
x Temperaturade referință °C.

Tabelul 2

Curentul de energie	Încărcătură în	Încărcarea și repartiția energiei (kW)			
		Abur	Combustibil	Energie electrică	Căldură evac.
200	Condensator 4				7158
202	Pompă 6			2	
204	Răcitor 8	-103			
206	Pompă 9			3	
208	Pompă 10			1	
210	Răcitor 11				289
212	Pompă 15			4	
214	Răcitor 17				278
221	Răcitor intermediar 27				6128
222	Căldură de ardere DME		4940		
224	Căldura de ardere Reziduu DMT		8150		
226	Căldura de combustie gaz natural		5720		
228	Schimbător de căldură 52	-11025			
230	Turbina cu gaz fierbinte 54			-8672	
232	Compresorul de aer 56			8672	

temperatura de referință 0°C

Prescurtări

- DME - Dimetileter
- DMI - Dimetilizoftalat
- DMO - Dimetilortoftalat
- DMT - Dimetiltereftalat
- MMT - Monometiltereftalat
- p-TA - Acid *para*-toluilic
- p-TE - Metil ester al acidului *para*-toluilic (ester pT)
- p-X - *Para* - xilen
- TPA - Acid tereftalic
- TAE - Metil ester al acidului tereftalaldehidic
- BME - Metilester al acidului benzoic

Substanțele cu punct de fierbere ridicat sunt substanțe organice nedefinite detaliat, cu puncte de fierbere mai ridicate decât substanțele indicate mai sus.

Revendicări

1. Procedeu pentru purificarea unui gaz rezidual, care provine de la un proces de oxidare cu aer a xilenului, gaz care este la presiunea de 5 până la 50 bar și este impurificat cu cel puțin xilen, constând dintr-o spălare a gazului rezidual, **caracterizat prin aceea că**, gazul rezidual care provine din oxidarea *para*-xilenului se răcește și se condensează parțial la o temperatură de 10 până la 120°C, de preferință, la 30 până la 60°C, o mare parte a componentelor organice și a apei conținute în gazul rezidual fiind trecute în stare lichidă, condensarea putând fi efectuată într-o instalație de spălare și/sau într-o instalație de condensare, curentul de gaz rezidual rămas, care conține între altele *para*-xilen și metanol se supune unui proces de absorbție într-o treaptă sau în mai multe trepte pentru îndepărtarea acestor substanțe, utilizându-se ca agent de absorbție un ester sau un amestec de esteri, care constă, de preferință, din metil esterul acidului benzoic și din metil esterul acidului *para*-toluilic, în care *para*-xilenul se dizolvă, eventual într-o a doua treaptă de absorbție se spală gazul rezidual îmbogățit cu solvent în contracurent cu un alt solvent, acest solvent având de preferință un punct de fierbere mai scăzut decât solventul menționat și care constă, mai ales, din metil ester al acidului benzoic și/sau metanol, în această treaptă gazul se răcește la o temperatură de 30 până la 20°C și se eliberează în acest timp în totalitate sau parțial de solventul din prima treaptă și conține în esență metanol ca produs valoros, eventual într-o a treia treaptă de absorbție metanolul se îndepărtează în totalitate sau parțial prin spălare cu apă la o temperatură de 10 până la 25°C, de preferință la o temperatură de 15°C.

2. Procedeu, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, esterul, respectiv amestecul de esteri, care se utilizează pentru absorbție, provine dintr-o treaptă de proces care urmează după

treapta de oxidare a xilenului.

3. Procedeu, conform revendicării 1 și 2, **caracterizat prin aceea că**, în a treia treaptă de absorbție se absoarbe metanolul cu apă de proces, care este îmbogățită cu produse organice distilabile (acid acetic, acid formic, aldehydă formică și altele), cu care se saturează gazul rezidual.

4. Procedeu, conform revendicărilor 1 până la 3, **caracterizat prin aceea că**, se adaugă gazul rezidual, care conține numai urme de substanțe organice, oxigen sau aer și/sau combustibil suplimentar și apoi gazul rezidual se arde sub presiune, gazele de fum formate folosindu-se apoi eventual într-o turbină cu detentă pentru obținerea de energie.

5. Procedeu, conform revendicărilor 1 până la 4, **caracterizat prin aceea că**, componentele combustibile care mai sunt încă conținute în gazul rezidual, mai ales CO și parțial substanțele organice care mai provin din apa de spălare, precum și componentele gazului rezidual, care nu au fost îndepărtate prin absorbție, se utilizează prin ardere sub presiune pentru încălzirea gazului rezidual.

6. Procedeu, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, gazul rezidual se alimentează într-o turbină cu detentă, după ce a fost încălzit eventual într-un schimbător de căldură la o temperatură de 140 până la 180°C.

7. Procedeu, conform revendicărilor 1 până la 5, **caracterizat prin aceea că**, gazul după ultima treaptă de absorbție, se încălzește eventual, se saturează cu apă de proces și acest gaz rezidual saturat se arde, prin care apa de proces se elimină complet sau parțial.

8. Procedeu, conform revendicărilor 1 și 7, **caracterizat prin aceea că**, energia conținută în apa de proces se recuperează într-un schimbător de căldură și/sau într-o turbină cu detentă.

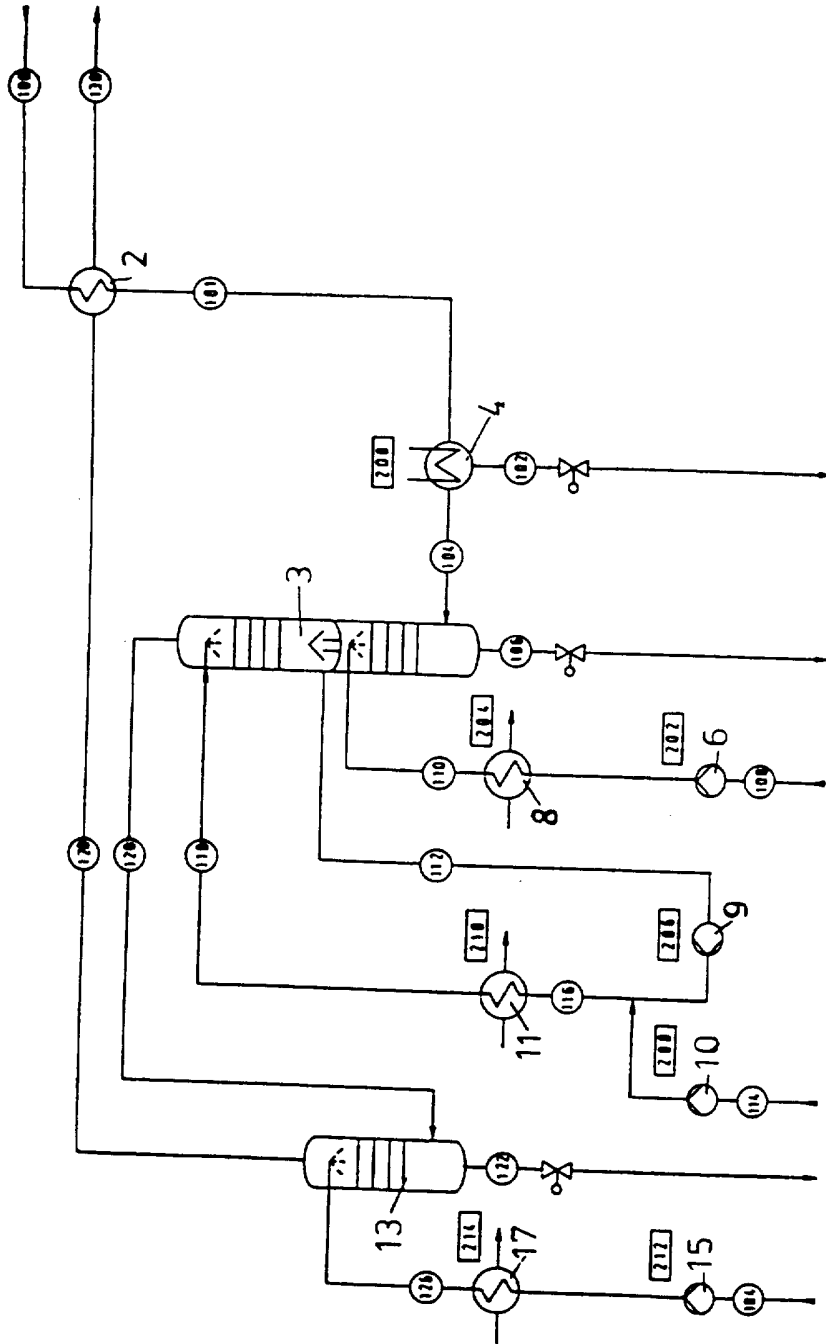


Fig. 1

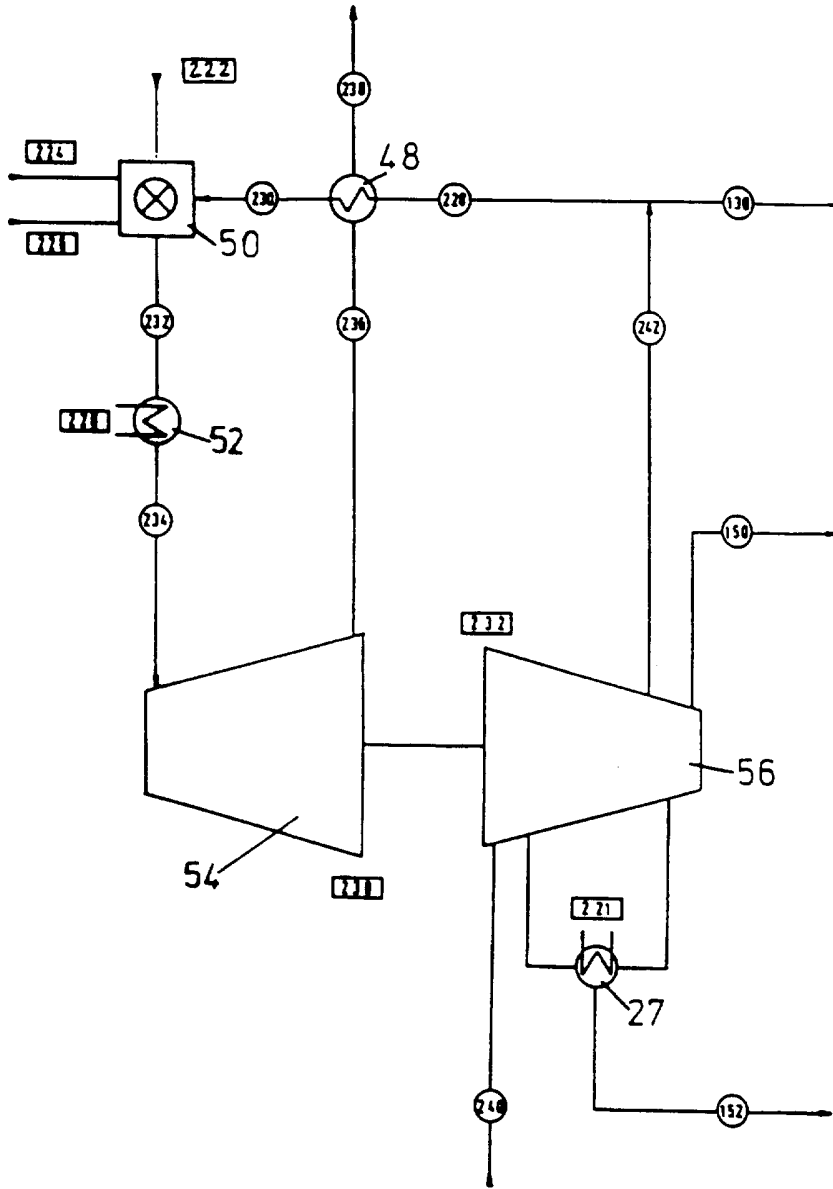


Fig. 2

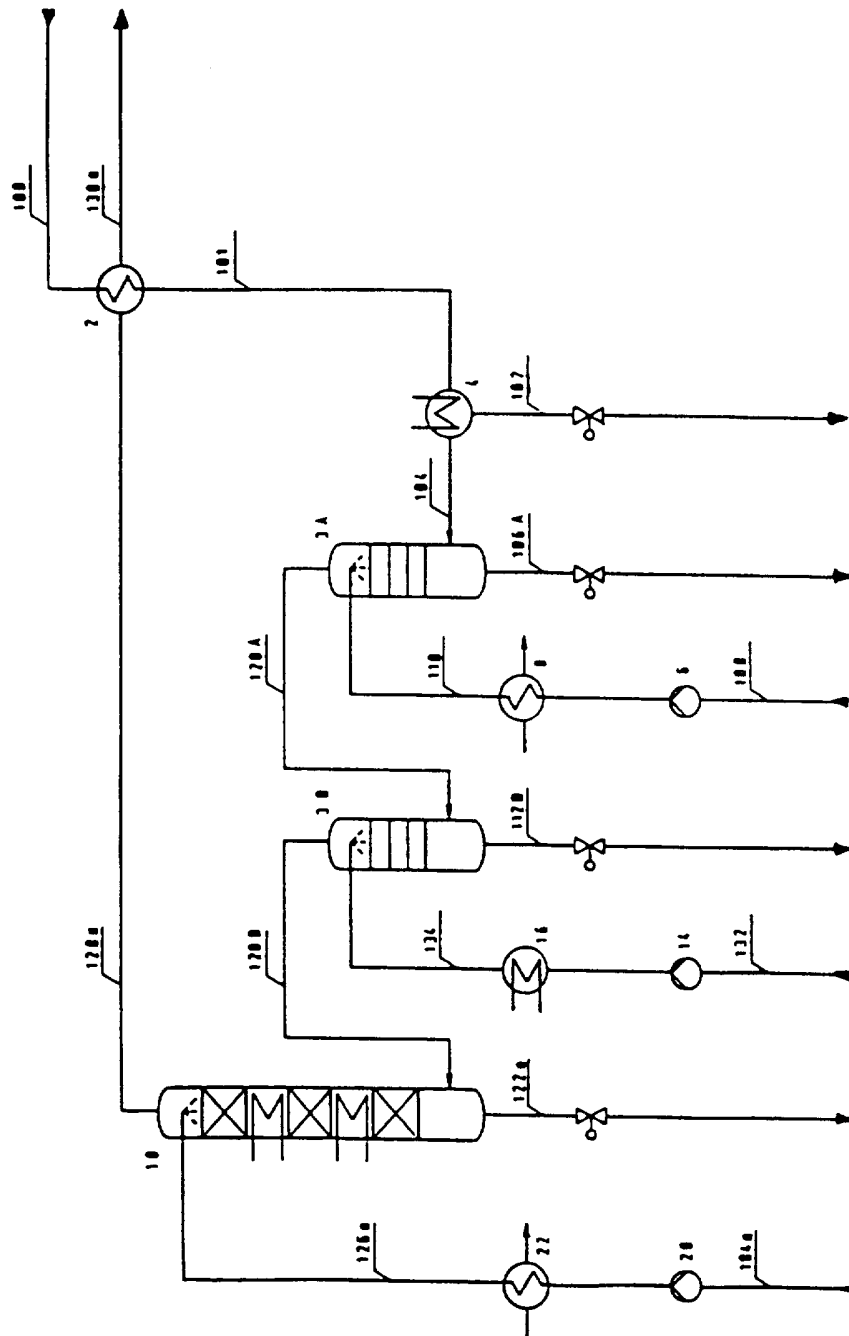


Fig. 3