



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2007 020 144 A1** 2008.10.30

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2007 020 144.5**

(22) Anmeldetag: **26.04.2007**

(43) Offenlegungstag: **30.10.2008**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **B01D 53/00** (2006.01)  
**C01B 7/04** (2006.01)

(71) Anmelder:  
**Bayer MaterialScience AG, 51373 Leverkusen, DE**

(72) Erfinder:  
**Brettschneider, Ole, Dr., 10711 Berlin, DE; Werner,  
Knud, Dr., 47800 Krefeld, DE**

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

(54) Bezeichnung: **Kondensations-Adsorptionsprozess zur Entfernung organischer Komponenten aus einem Chlorwasserstoff enthaltenden Gasstrom**

(57) Zusammenfassung: Es wird ein Verfahren zur Entfernung organischer Komponenten aus einem gegebenenfalls heißen Chlorwasserstoff enthaltenden Rohgasstrom mit den Schritten beschrieben:

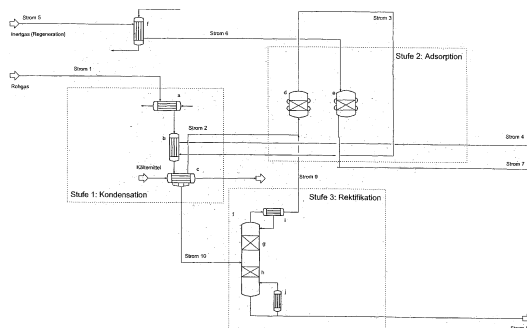
A) Einstellung des zu reinigenden Rohgasstroms auf eine Temperatur von höchstens 40°C;

B) Kondensation mindestens eines Teils der organischen Komponenten des Rohgasstroms bei einer Temperatur von höchstens 0°C, bevorzugt von höchstens -10°C;

C) mindestens teilweise Adsorption der nach der Kondensation im vorgereinigten Gasstrom verbliebenen restlichen organischen Komponenten an einem ersten Adsorptionsmedium;

D) gegebenenfalls nachfolgender Wärmeaustausch zwischen dem aus der Adsorption C) austretenden Gasstrom und dem in den Prozess eintretenden Rohgasstrom;

E) Bereitstellung des gereinigten Gasstromes (4); wobei das unter B) erhaltene Kondensat einer Rektifikation C) unterzogen wird.





**Beschreibung**

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufarbeitung von Chlorwasserstoff enthaltenden Gasströmen, die mit organischen Verbindungen verunreinigt sind, mittels einer Kombination von Kondensation und Adsorption.

**[0002]** Speziell betrifft die Erfindung die Reinigung von Chlorwasserstoff enthaltenden Prozessgasen der Isocyanatherstellung.

**[0003]** Die adsorptive Abscheidung vor allem organischer Komponenten aus Gasströmen findet häufige Anwendung in der Prozessindustrie.

**[0004]** Bei der Regeneration wird das Adsorbens üblicherweise erhitzt und mit einem Regenerationsgasstrom in Kontakt gebracht. Hierdurch lösen sich die adsorbierten Komponenten in den Regenerationsgasstrom und das Adsorbens wird entladen.

**[0005]** Aus der EP 233 773 B1 ist ein Verfahren zur katalytischen Oxidation von HCl-Gas bekannt geworden, bei dem ein mit organischen Verunreinigungen wie Benzol, Chlorbenzol und ähnlichem verunreinigtes HCl-Gas für die Verwendung in einem Deacon-Verfahren (katalytische HCl-Oxidation mittels Sauerstoff) vorgereinigt wird.

**[0006]** Hierzu wird Aktivkohle als Adsorber verwendet, die nach Gebrauch regeneriert wird. Es wird weiter vorgeschlagen, den Adsorber bei höheren Temperaturen oder unter vermindertem Druck und gegebenenfalls unter Verwendung eines Inertgases zu regenerieren.

**[0007]** Näheres über die Ausgestaltung der HCl-Reinigung ist der EP 233 773 B1 nicht zu entnehmen.

**[0008]** Abhängig von der Organikfracht des zu reinigenden Gasstromes und dem Dampfdruck der abzuscheidenden Organikkomponenten kann der Einsatz einer dem Adsorptionsprozess vorgelagerten Kondensation bei tiefen Temperaturen wirtschaftlich vorteilhaft sein. In diesem Fall wird in der Regel der Hauptteil der Organikfracht in einem Kondensationsystem abgeschieden, während die Nachreinigung bis auf die geforderten Reinheiten mit Hilfe eines Adsorptionsschrittes erfolgt.

**[0009]** Die oben beschriebene Kombination aus Kondensation und Adsorption ist Stand der Technik und beispielsweise in der US-A-5740682 beschrieben. Hierbei werden beispielsweise Kohlenwasserstoffe aus Luft entfernt.

**[0010]** Die oben beschriebene Kombination aus Kondensation bei tiefen Temperaturen und nachfol-

gender Adsorption hat bei der gegebenen Problemstellung der Entfernung organischer Komponenten aus HCl Gasströmen jedoch zur Folge, dass sich in der durch die Kondensation abgeschiedenen organischen Komponenten signifikante Mengen an HCl und gegebenenfalls im Gasstrom vorhandenes Phosgen lösen. Das Einlösen dieser Komponenten verursacht nachfolgend signifikante Folgekosten zur Umwandlung von Phosgen und HCl mittels Natronlauge in Natriumchlorid und Natriumkarbonat. Gleichzeitig stellen die auf diesem Wege aus dem Prozess ausgeschleusten Phosgen- und HCl-Mengen einen nicht unerheblichen Chlorverlust dar, der insbesondere in einem Verfahren mit Chlorkreislauf unerwünscht ist.

**[0011]** Aufgabe der Erfindung ist es, ein verbessertes Trennverfahren bereitzustellen, das die Entfernung und gegebenenfalls die Wiederverwendung von organischen Komponenten aus einem HCl enthaltenden Rohgas ermöglicht.

**[0012]** Die vorliegende Erfindung hat insbesondere ferner die Verringerung des Verlustes von Wertstoffkomponenten wie Chlor in der Prozessgasreinigung von mit organischen Verbindungen verunreinigten Chlorwasserstoff enthaltenden Gasströmen zum Ziel.

**[0013]** Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Entfernung organischer Komponenten aus einem gegebenenfalls heißen Chlorwasserstoff enthaltenden Rohgasstrom mit den Schritten:

- A) Einstellung des zu reinigenden Rohgasstroms auf eine Temperatur von höchstens 40°C;
- B) Kondensation mindestens eines Teils der organischen Komponenten des Rohgasstroms bei einer Temperatur von höchstens 0°C, bevorzugt von höchstens -10°C;
- C) mindestens teilweise Adsorption der nach der Kondensation im vorgereinigten Gasstrom verbliebenen restlichen organischen Komponenten an einem Adsorptionsmedium;
- D) gegebenenfalls nachfolgender Wärmeaustausch zwischen dem aus der Adsorption C) austretenden Gasstrom und dem in den Prozess eintretenden Rohgasstrom;
- E) Bereitstellung des gereinigten Gasstromes;

dadurch gekennzeichnet, dass das unter B) erhaltene Kondensat einer Rektifikation C) unterzogen wird.

**[0014]** Als Adsorptionsmittel für die Adsorption D) kommen hierbei in der Regel Aktivkohle, Zeolithe, Aluminiumoxid, Betont, Kieselgel oder auch metallorganische Komplexe zum Einsatz. Bevorzugt ist Aktivkohle. Gängige Apparatetypen zur Herstellung eines intensiven Gas-Adsorbens Kontaktes sind einfache Festbetten, Fließbetten, Wirbelbetten oder auch als ganzes bewegbare Festbetten.



**[0015]** Die Vorteile der adsorptiven Entfernung von Komponenten aus Gasströmen sind sehr hohe erreichbare Reinheiten des gereinigten Gasstromes sowie bei regenerativen Adsorptionsprozessen die Möglichkeit der Rückgewinnung der organischen Komponenten zur gezielten Entsorgung oder zur Rückführung in vorgängige Herstellungsverfahren.

**[0016]** Vorzugsweise handelt es sich daher bei einem solchen Chlorwasserstoff enthaltenden Rohgasstrom um einen chlorwasserstoffhaltigen Abstrom, der als Koppelprodukt beispielsweise in einem der folgenden Verfahren anfällt: der Isocyanatherstellung aus Phosgen und Aminen, der Säurechloridherstellung der Polycarbonatherstellung, der Herstellung von Vinylchlorid aus Ethylendichlorid und der Chlorierung von Aromaten.

**[0017]** Die Temperatur des Rohgasstroms beträgt insbesondere bis zu 400°C, bevorzugt bis zu 250°C, besonders bevorzugt bis zu 150°C.

**[0018]** Bevorzugt ist ein Verfahren, das dadurch gekennzeichnet ist, dass die Abkühlung des Rohgasstroms zunächst in einem Kühler auf eine Temperatur von höchstens 45°C erfolgt. Weiterhin bevorzugt erfolgt die Abkühlung des Rohgasstroms in einem zweiten Schritt, insbesondere in einem Rekuperator, auf eine Temperatur von höchstens 40°C. In einer besonders bevorzugten Variante erfolgt der Wärmeaustausch zwischen dem aus der Adsorption austretenden Gasstrom und dem in den Prozess eintretenden Rohgasstrom in einem Rekuperator. Bevorzugt erfolgt die Abkühlung in einem ersten Schritt in einem Kühler auf eine Temperatur von höchstens 45°C und in einem zweiten Schritt in einem Rekuperator auf eine Temperatur von höchstens 40°C.

**[0019]** Eine besonders bevorzugte Variante des Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass das Adsorptionsmedium mit Hilfe eines weiteren aufgeheizten, insbesondere auf eine Temperatur von mindestens 50°C, geheizten Inertgasstromes regeneriert wird.

**[0020]** In einer bevorzugten Variante erfolgt die Rektifikation bei einer Temperatur im Sumpfverdampfer von mindestens 40°C, bevorzugt mindestens 60°C.

**[0021]** Das Verfahren wird besonders bevorzugt angewendet, wenn der zu reinigende Rohgasstrom im wesentlichen aus Chlorwasserstoff und ggf. bis zu 2 Gew.-% Phosgen besteht. Die aus dem Rohgasstrom abzutrennenden organischen Komponenten sind besonders bevorzugt im wesentlichen Kohlenwasserstoffe oder halogenierte Kohlenwasserstoffe, insbesondere bevorzugt aromatische Kohlenwasserstoffe wie Benzol, Toluol, Xylol und C<sub>6</sub>-C<sub>12</sub>-Aliphaten oder chlorierte Kohlenwasserstoffe wie Tetrachlor-

kohlenwasserstoff, Vinylchlorid und Dichlorethan oder chlorierte aromatische Kohlenwasserstoffe wie Hexachlorbenzol oder Orthodichlorbenzol.

**[0022]** Eine besonders vorteilhafte Variante des neuen Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass der bei der Rektifikation anfallende Kopfgasstrom zusammen mit dem vorgereinigten Gasstrom der Adsorption nach Stufe D) unterzogen wird.

**[0023]** Eine weitere besonders bevorzugte Variante des Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass die Adsorption in wenigstens zwei Adsorptionsstufen erfolgt. Insbesondere bevorzugt wird dabei das erste Adsorptionsmedium der ersten Stufe C) mit Hilfe eines Teilstroms des Rohgasstroms regeneriert und der beladene Rohgasteilstrom gegebenenfalls mit dem in die Kondensation B) eintretenden Rohgasstrom vereinigt.

**[0024]** Eine bevorzugte Abwandlung des Verfahrens ist dadurch gekennzeichnet, dass das erste Adsorptionsmedium der ersten Stufe der Adsorption C) von Zeit zu Zeit im Wechsel mit dem Rohgasteilstrom mittels eines Inertgases im einfachen Durchgang regeneriert wird.

**[0025]** Das Verfahren wird besonders bevorzugt angewendet, wenn der chlorwasserstoffhaltige gereinigte Gasstrom in einem Produktionsverfahren zur Herstellung von Chlor aus Chlorwasserstoff und Sauerstoff weiterverwendet wird, insbesondere bei einer katalysierten Gasphasenoxidation von Chlorwasserstoff mit Sauerstoff oder einer nicht-thermischen Umsetzung von Chlorwasserstoff und Sauerstoff. Die Kopplung mit der katalysierten Gasphasenoxidation von Chlorwasserstoff mit Sauerstoff (Deacon-Verfahren) ist besonders bevorzugt.

**[0026]** Bevorzugt wird wie oben bereits beschrieben das als Deacon-Prozess bekannte katalytische Verfahren in Kombination mit dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt. Hierbei wird Chlorwasserstoff mit Sauerstoff in einer exothermen Gleichgewichtsreaktion zu Chlor oxidiert, wobei Wasserdampf anfällt. Die Reaktionstemperatur beträgt üblicherweise 150 bis 500°C, der übliche Reaktionsdruck beträgt 1 bis 25 bar. Da es sich um eine Gleichgewichtsreaktion handelt, ist es zweckmäßig, bei möglichst niedrigen Temperaturen zu arbeiten, bei denen der Katalysator noch eine ausreichende Aktivität aufweist. Ferner ist es zweckmäßig, Sauerstoff in überstöchiometrischen Mengen zum Chlorwasserstoff einzusetzen. Üblich ist beispielsweise ein zwei- bis vierfacher Sauerstoff-Überschuss. Da keine Selektivitätsverluste zu befürchten sind, kaum es wirtschaftlich vorteilhaft sein, bei relativ hohem Druck und dementsprechend bei gegenüber Normaldruck längerer Verweilzeit zu arbeiten.



**[0027]** Geeignete bevorzugte Katalysatoren für das Deacon-Verfahren enthalten Rutheniumoxid, Rutheniumchlorid oder andere Rutheniumverbindungen auf Siliziumdioxid, Aluminiumoxid, Titandioxid oder Zirkondioxid als Träger. Geeignete Katalysatoren können beispielsweise durch Aufbringen von Rutheniumchlorid auf den Träger und anschließendes Trocknen oder Trocknen und Calcinieren erhalten werden. Geeignete Katalysatoren können ergänzend zu oder an Stelle einer Rutheniumverbindung auch Verbindungen anderer Edelmetalle, beispielsweise Gold, Palladium, Platin, Osmium, Iridium, Silber, Kupfer oder Rhenium enthalten. Geeignete Katalysatoren können ferner Chrom(III)oxid enthalten.

**[0028]** Die katalytische Chlorwasserstoff- Oxidation kann adiabatisch oder bevorzugt isotherm oder annähernd isotherm, diskontinuierlich, bevorzugt aber kontinuierlich als Fließ- oder Festbettverfahren, bevorzugt als Festbettverfahren, besonders bevorzugt in Rohrbündelreaktoren an Heterogenkatalysatoren bei einer Reaktortemperatur von 180 bis 500°C, bevorzugt 200 bis 400°C, besonders bevorzugt 220 bis 350°C und einem Druck von 1 bis 25 bar (1000 bis 25000 hPa), bevorzugt 1,2 bis 20 bar, besonders bevorzugt 1,5 bis 17 bar und insbesondere 2,0 bis 15 bar durchgeführt werden.

**[0029]** Übliche Reaktionsapparate, in denen die katalytische Chlorwasserstoff-Oxidation durchgeführt wird, sind Festbett- oder Wirbelbettreaktoren. Die katalytische Chlorwasserstoff- Oxidation kann bevorzugt auch mehrstufig durchgeführt werden.

**[0030]** Bei der adiabatischen, der isothermen oder annähernd isothermen Fahrweise können auch mehrere, also 2 bis 10, bevorzugt 2 bis 6, besonders bevorzugt 2 bis 5, insbesondere 2 bis 3, in Reihe geschaltete Reaktoren mit Zwischenkühlung eingesetzt werden. Der Sauerstoff kann entweder vollständig zusammen mit dem Chlorwasserstoff vor dem ersten Reaktor oder über die verschiedenen Reaktoren verteilt zugegeben werden. Diese Reihenschaltung einzelner Reaktoren kann auch in einem Apparat zusammengeführt werden.

**[0031]** Eine weitere bevorzugte Ausführungsform einer für das Verfahren geeigneten Vorrichtung besteht darin, dass man eine strukturierte Katalysatorschüttung einsetzt, bei der die Katalysatoraktivität in Strömungsrichtung ansteigt. Eine solche Strukturierung der Katalysatorschüttung kann durch unterschiedliche Tränkung der Katalysatorträger mit Aktivmasse oder durch unterschiedliche Verdünnung des Katalysators mit einem Inertmaterial erfolgen. Als Inertmaterial können beispielsweise Ringe, Zylinder oder Kugeln aus Titandioxid, Zirkondioxid oder deren Gemischen, Aluminiumoxid, Steatit, Keramik, Glas, Graphit oder Edelstahl eingesetzt werden. Beim bevorzugten Einsatz von Katalysatorformkörpern sollte

das Inertmaterial bevorzugt ähnliche äußeren Abmessungen haben.

**[0032]** Als Katalysatorformkörper eignen sich Formkörper mit beliebigen Formen, bevorzugt sind Tabletten, Ringe, Zylinder, Sterne, Wagenräder oder Kugeln, besonders bevorzugt sind Ringe, Zylinder oder Sternstränge als Form.

**[0033]** Als Heterogenkatalysatoren eignen sich insbesondere Rutheniumverbindungen oder Kupferverbindungen auf Trägermaterialien, die auch dotiert sein können, bevorzugt sind gegebenenfalls dotierte Rutheniumkatalysatoren. Als Trägermaterialien eignen sich beispielsweise Siliziumdioxid, Graphit, Titandioxid mit Rutil- oder Anatas-Struktur, Zirkondioxid, Aluminiumoxid oder deren Gemische, bevorzugt Titandioxid, Zirkondioxid, Aluminiumoxid oder deren Gemische, besonders bevorzugt  $\gamma$ - oder  $\delta$ -Aluminiumoxid oder deren Gemische.

**[0034]** Die Kupfer- bzw. die Rutheniumträgerkatalysatoren können beispielsweise durch Tränkung des Trägermaterials mit wässrigen Lösungen von  $\text{CuCl}_2$  bzw.  $\text{RuCl}_3$  und gegebenenfalls eines Promotors zur Dotierung, bevorzugt in Form ihrer Chloride, erhalten werden. Die Formgebung des Katalysators kann nach oder bevorzugt vor der Tränkung des Trägermaterials erfolgen.

**[0035]** Zur Dotierung der Katalysatoren eignen sich als Promotoren Alkalimetalle wie Lithium, Natrium, Kalium, Rubidium und Cäsium, bevorzugt Lithium, Natrium und Kalium, besonders bevorzugt Kalium, Erdalkalimetalle wie Magnesium, Calcium, Strontium und Barium, bevorzugt Magnesium und Calcium, besonders bevorzugt Magnesium, Seltenerdmetalle wie Scandium, Yttrium, Lanthan, Cer, Praseodym und Neodym, bevorzugt Scandium, Yttrium, Lanthan und Cer, besonders bevorzugt Lanthan und Cer, oder deren Gemische.

**[0036]** Die Formkörper können anschließend bei einer Temperatur von 100 bis 400°C, bevorzugt 100 bis 300°C beispielsweise unter einer Stickstoff-, Argon- oder Luftatmosphäre getrocknet und gegebenenfalls kalziniert werden. Bevorzugt werden die Formkörper zunächst bei 100 bis 150°C getrocknet und anschließend bei 200 bis 400°C kalziniert.

**[0037]** Der Umsatz an Chlorwasserstoff im einfachen Durchgang kann bevorzugt auf 15 bis 90%, bevorzugt 40 bis 85%, besonders bevorzugt 50 bis 70% begrenzt werden. Nicht umgesetzter Chlorwasserstoff kann nach Abtrennung teilweise oder vollständig in die katalytische Chlorwasserstoff-Oxidation zurückgeführt werden. Das Volumenverhältnis von Chlorwasserstoff zu Sauerstoff am Reaktoreintritt beträgt bevorzugt 1:1 bis 20:1, bevorzugt 2:1 bis 8:1, besonders bevorzugt 2:1 bis 5:1.



**[0038]** Die Reaktionswärme der katalytischen Chlorwasserstoff-Oxidation kann in vorteilhafter Weise zur Erzeugung von Hochdruck-Wasserdampf genutzt werden. Dieser kann zum Betrieb eines Phosgenierungsreaktors und oder von Destillationskolonnen, insbesondere von Isocyanat-Destillationskolonnen genutzt werden.

**[0039]** In einem weiteren Schritt wird das gebildete Chlor abgetrennt. Der Abtrennschritt umfasst üblicherweise mehrere Stufen, nämlich die Abtrennung und gegebenenfalls Rückführung von nicht umgesetztem Chlorwasserstoff aus dem Produktgasstrom der katalytischen Chlorwasserstoff-Oxidation, die Trocknung des erhaltenen, im wesentlichen Chlor und Sauerstoff enthaltenden Stroms sowie die Abtrennung von Chlor aus dem getrockneten Strom.

**[0040]** Die Abtrennung von nicht umgesetztem Chlorwasserstoff und von gebildetem Wasserdampf kann durch Auskondensieren von wässriger Salzsäure aus dem Produktgasstrom der Chlorwasserstoffoxidation durch Abkühlung erfolgen. Chlorwasserstoff kann auch in verdünnter Salzsäure oder Wasser absorbiert werden.

**[0041]** Das Verfahren wird nachstehend anhand der Figuren beispielhaft erläutert. Es zeigt:

**[0042]** [Fig. 1](#) ein Verfahrensfließbild der erfindungsgemäßen Rohgasreinigung

Beispiele

Beispiel 1

**[0043]** Das Rohgas **1** (hier Chlorwasserstoffgas aus einer TDI-Produktion) wird in einem Kühler **21** vorgekühlt und durch den Rekuperator **22** zur Einstellung einer Temperatur unterhalb von 10°C geleitet. Organische Verunreinigungen wie Hexachlorbenzol werden im Kondensator **23** bei einer Temperatur von -35°C kondensiert und als Strom **10** abgeführt ([Fig. 1](#)). Gleichzeitig werden wie bereits oben beschrieben HCl und ggf. Phosgen in das Kondensat eingelöst.

**[0044]** (Das vorgereinigte Rohgas wird über ein Adsorberbett **24** geleitet und der gereinigte Gasstrom aus Chlorwasserstoff über den Rekuperator **22** zum Wärmetausch mit eingehendem Rohgas **1** geleitet und als Produktstrom **4** ausgeleitet und in einem (nicht gezeichneten) Deacon-Verfahren zu Chlor oxidiert.)

**[0045]** Das beladene Adsorberbett **24'**, das im Wechsel mit dem Adsorberbett **24** betrieben wird, wird mit einem Inertgas **5** gereinigt, das aus frischem Inertgas **5** und einem Rückstrom **10** zusammengesetzt ist und im Wärmetauscher **25** vorerhitzt wird.

**[0046]** Nach Durchlaufen des Adsorbers **24** wird der beladene Regenerationsgasstrom **7** aufgearbeitet.

**[0047]** In der zweiten Stufe wird der Gasstrom auf ein redundantes Adsorbersystem **24, 24'** aus Aktivkohle geleitet. In diesem redundanten Adsorbersystem steht immer jeweils ein Adsorber **24** zur Adsorption zur Verfügung, während der redundante Adsorber **24'** regeneriert werden kann. Die Regeneration kann dabei wahlweise mit heißem Inertgas oder (jeweils in [Fig. 1](#) nicht dargestellt) mit heißem Rohgas oder mit Inertgas im Kreislaufstrom erfolgen.

**[0048]** Der adsorptiv gereinigte Gasstrom die zweite Stufe des Verfahrens und wird nach Durchlaufen des Rekuperators **22** aus der ersten Stufe **31** des Verfahrens den der Gasreinigung nachfolgenden Verfahren bereitgestellt. Stufe **31** und Stufe **32** des Verfahrens werden bis auf die Apparate- und Leitungsdruckverluste isobar bei einem Druck von 6 bar betrieben.

**[0049]** Das in Stufe **1** des Verfahrens anfallende Kondensat **10** wird Stufe **33** des Verfahrens (Rektifikation) zugeleitet. In der in [Fig. 1](#) dargestellten Ausführungsform besteht die dritte Stufe des Verfahrens im wesentlichen aus einer Rektifikationskolonne **26**, mit einem Verstärkungsteil **28**, einem Abtriebsteil **27** sowie einem Sumpfverdampfer **29** und einem Kopfkondensator **30**. Der unter anderem mit HCl und Phosgen beladene Organikstrom aus Stufe **32** wird der Rektifikationskolonne **26** in Stufe **33** zwischen dem Abtriebs- **27** und dem Verstärkungsteil **28** zugeleitet. Im Abtriebsteil **27** steigt der im Sumpfverdampfer **29** generierte Dampf im Gegenstrom zu dem die Kolonne **26** herabfließenden Organikstrom nach oben. Hierbei wird der HCl- und Phosgenanteil im aufsteigenden Dampfstrom kontinuierlich erhöht. Der herablaufenden Flüssigkeit wird gleichzeitig HCl und Phosgen entzogen. Im Verstärkungsteil **28** der Kolonne kommt es zu einer weiteren Aufkonzentrierung des Gasstromes mit HCl und Phosgen während die organischen Komponenten abgereichert werden. Die HCl/Phosgenkonzentration bzw. die Organikkonzentration am Kolonnenkopf bzw. hinter dem Kopfkondensator **30** der Kolonne wird im wesentlichen durch die Kondensatortemperatur und den damit erzeugten Kolonnenrücklauf beeinflusst. Der Kopfkondensator **30** ist als Dephlegmator ausgebildet, so dass ein gasförmiger, vor allem Phosgen und HCl enthaltender Brüdenstrom **9** über Kopf der Rektifikation entnommen wird und zusammen mit Strom **2** auf die Adsorption der Stufe **32** des Verfahrens geleitet wird. Die Kondensationstemperatur der Rektifikation ist so zu wählen, dass die Organikfracht in Strom **9** nur ein Bruchteil der in Strom **1** vorliegenden Organikfracht beträgt. Die Kondensatortemperatur beträgt -10°C.

**[0050]** Der am Kolonnensumpf abgezogene Organikstrom **8** ist weitestgehend frei von HCl und Phosgen und wird zur weiteren Verarbeitung bzw. Entsor-



gung bereitgestellt. Die Sumpftemperatur beträgt 140°C. Der Kolonnendruck liegt oberhalb des Druckniveaus der Stufe **32** des Verfahrens. Damit kann Strom **9** ohne eine Kompression in die Adsorption der zweiten Verfahrensstufe eingeleitet werden.



**ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**Zitierte Patentliteratur**

- EP 233773 B1 [[0005](#), [0007](#)]
- US 5740682 A [[0009](#)]



**Patentansprüche**

1. Verfahren zur Entfernung organischer Komponenten aus einem gegebenenfalls heißen Chlorwasserstoff enthaltenden Rohgasstrom mit den Schritten:  
 A) Einstellung des zu reinigenden Rohgasstroms (1) auf eine Temperatur von höchstens 40°C;  
 B) Kondensation mindestens eines Teils der organischen Komponenten des Rohgasstroms bei einer Temperatur von höchstens 0°C, bevorzugt von höchstens -10°C;  
 C) mindestens teilweise Adsorption der nach der Kondensation im vorgereinigten Gasstrom verbliebenen restlichen organischen Komponenten an einem ersten Adsorptionsmedium;  
 D) gegebenenfalls nachfolgender Wärmeaustausch zwischen dem aus der Adsorption C) austretenden Gasstrom und dem in den Prozess eintretenden Rohgasstrom;  
 E) Bereitstellung des gereinigten Gasstromes (4);  
**dadurch gekennzeichnet**, dass das unter B) erhaltene Kondensat einer Rektifikation C) unterzogen wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Reinigung des Rohgasstroms bei einem Druck von bis zu 20 bar, bevorzugt bei 2 bis 12 bar erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Rektifikation bei einer Temperatur im Sumpfverdampfer (29) von mindestens 40°C, bevorzugt mindestens 100°C erfolgt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Wärmeaustausch zwischen dem aus der Adsorption 32 austretenden Gasstrom 3 und dem in den Prozess eintretenden Rohgasstrom 1 in einem Rekuperator 22 erfolgt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatureinstellung A) in einem ersten Schritt in einem Kühler (21) auf eine Temperatur von höchstens 45°C und in einem zweiten Schritt in einem in einem Rekuperator auf eine Temperatur von höchstens 40°C erfolgt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Adsorptionsmedium des Adsorbers (24, 24') der Adsorptionsstufe (32) mit Hilfe eines aufgeheizten Inertgasstromes regeneriert wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der bei der Rektifikation anfallende Kopfgasstrom (9) zusammen mit dem vorgereinigten Gasstrom der Adsorption nach Stufe D) unterzogen wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7,

dadurch gekennzeichnet, dass der zu reinigende Rohgasstrom (1) im Wesentlichen aus Chlorwasserstoff und ggf. bis zu 2 Gew.-% Phosgen besteht.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die aus dem Rohgasstrom 1 abzutrennenden organischen Komponenten im wesentlichen Kohlenwasserstoffe oder halogenierte Kohlenwasserstoffe, insbesondere aromatische Kohlenwasserstoffe wie Benzol, Toluol, Xylole und C<sub>6</sub>-C<sub>12</sub>-Aliphaten oder chlorierte Kohlenwasserstoffe wie Tetrachlorkohlenstoff, Vinylchlorid und Dichlorethan oder chlorierte aromatische Kohlenwasserstoffe wie Hexachlorbenzol oder Orthodichlorbenzol sind.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Adsorption (32) in wenigstens zwei Adsorptionsstufen erfolgt.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass der Rohgasstrom 1 im Wesentlichen aus Chlorwasserstoff und ggf. Phosgen besteht und der gereinigte Chlorwasserstoff enthaltende Gasstrom in einem Produktionsverfahren zur Herstellung von Chlor aus Chlorwasserstoff und Sauerstoff weiterverwendet wird, insbesondere bei einer katalysierten Gasphasenoxidation von Chlorwasserstoff mit Sauerstoff oder einer nicht-thermischen Umsetzung von Chlorwasserstoff und Sauerstoff.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass der Rohgasstrom 1 ein Chlorwasserstoff enthaltender Abstrom ist, der als Koppelprodukt beispielsweise in einem der folgenden Verfahren anfällt: der Isocyanatherstellung aus Phosgen und Aminen, der Säurechloridherstellung der Polycarbonatherstellung, der Herstellung von Vinylchlorid aus Ethylendichlorid und der Chlorierung von Aromaten.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen



## Anhängende Zeichnungen

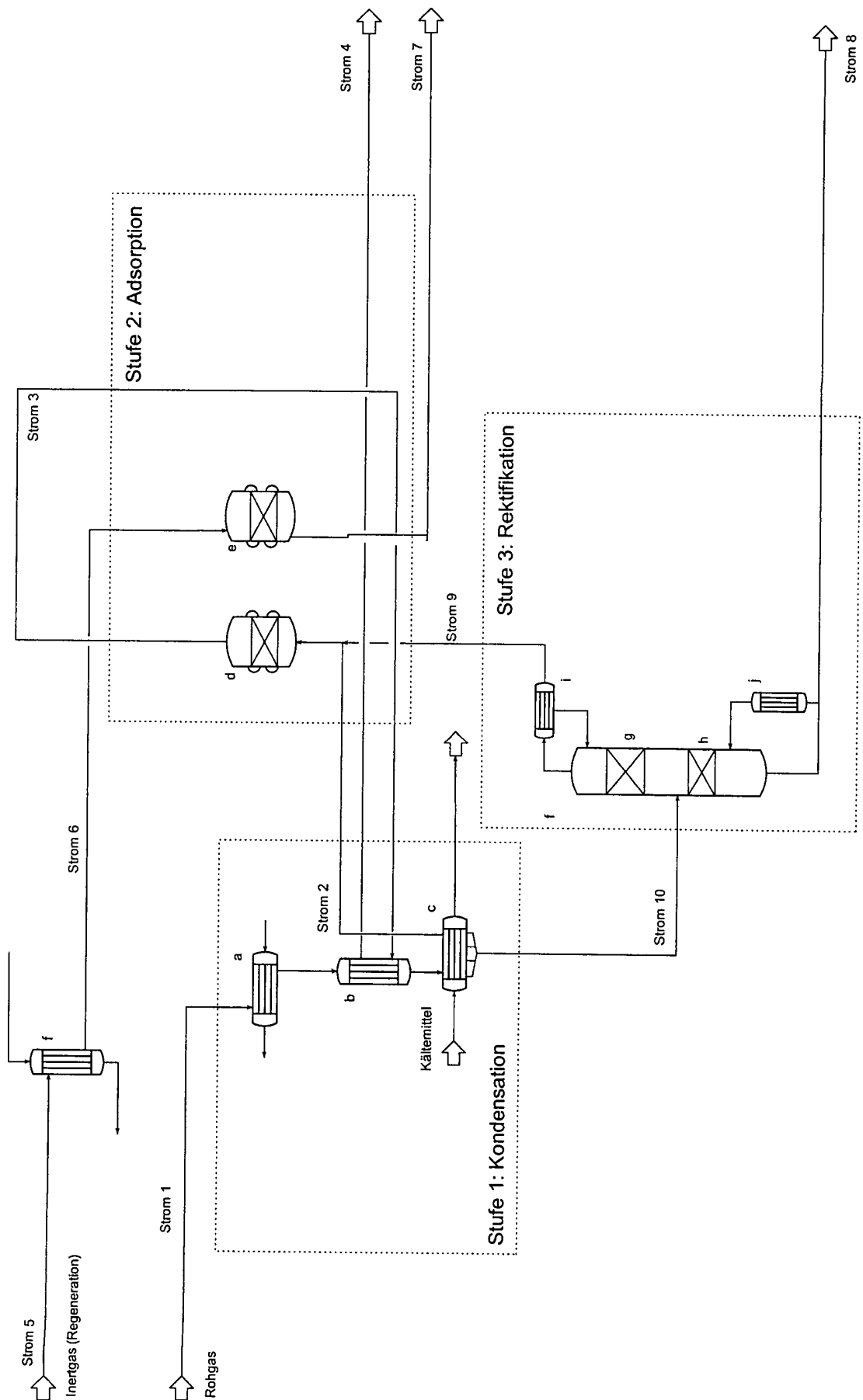


Fig. 1