

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

69 591

Patent dodatkowy
do patentu

68813

Zgłoszono:

10.01.1970 (P. 138 101)

Pierwszeństwo:

16.01.1969 Niemiecka
Republika
Federalna

Opublikowano:

18.03.1974

Kl. 12o,19/01

MKP C07c 11/24

Współtwórcy wynalazku: Walter Krause, Hartmut Schilken, Günther Heck, Egon Malow

Właściciel patentu: Farbwerke Hoechst Aktiengesellschaft vormals Meister Lucius u. Brüning, Frankfurt n/Menem (Niemiecka Republika Federalna)

Sposób wydzielania acetylenu i dwutlenku węgla z gazu rozkładowego

1

Przedmiotem patentu głównego nr 68813 jest sposób wydzielania acetylenu i dwutlenku węgla z zagęszczonego, wstępnie oczyszczonego i wstępnie wysuszonego gazu rozkładowego, który zawiera w zasadzie wodór, tlenek węgla, metan, dwutlenek węgla, etylen, acetylen i niewielkie ilości etanu, wyższych węglowodorów i wody, z zastosowaniem acetonu i dwumetyloformamidu jako rozpuszczalników w wielostopniowych płuczkach, polegający na tym, że gaz rozkładowy poddaje się płukaniu acetonem pod ciśnieniem 10—20 ata i w temperaturze cieczy wyczerpanej od —10 do —50°C; w następującym potem pierwszym, frakcjonującym stadium absorpcji — desorpcji rozpręża się roztwór acetonowy do ciśnienia 2—6 ata przy temperaturze cieczy wyczerpanej od —20 do + 20°C, odpędza się acetylen, dwutlenek węgla i etylen, wymywa się acetonem dwutlenek węgla ze zdesorbowanych gazów do zawartości 10 — 20% molowych, a etylen — do zawartości najwyżej 0,2% molowego w przeliczeniu na ilość zawartą w wyjściowym gazie rozkładowym; w drugim stadium desorpcji rozpręża się do ciśnienia 1 — 5,5 ata przy jednoczesnym doprowadzeniu ciepła, a w następującym po tym stadium absorpcji uwalnia się gaz rozkładowy od wody za pomocą acetonu, po czym praktycznie bezwodny acetylen, dwutlenek węgla i etylen poddaje się razem przemywaniu dwumetyloformamidem, przy czym dwutlenek węgla, zawierający najwyżej 0,2% molowego ety-

2

lenu, odprowadza się w stanie gazowym jako destylat, a acetylen zaabsorbowany w dwumetyloformamidzie odpędza się i wydziela w znany sposób w następującym po tym stadium desorpcji.

5 Stwierdzono, że przez zastosowanie szczególnie korzystnego sposobu według wynalazku można podczas desorpcji acetylenu ograniczyć ilość powstających ewentualnie z dwumetyloformamidu produktów rozkładu i nie dopuścić do zanieczyszczania acetylenu tymi produktami.

10 Przedmiotem wynalazku jest sposób polegający na tym, że strumień dwumetyloformamidu występujący w płuczce dwumetyloformamidowej po odpędzeniu dwutlenku węgla i zawierający przeważnie acetylen odgazowuje się wstępnie pod ciśnieniem 1,05—1,3 ata w temperaturze 95 — 110°C, a następnie zawraca się 60—70% strumienia dwumetyloformamidu, zawierającego jeszcze częściowo składniki gazowe, do omówionej powyżej płuczki, w której praktycznie bezwodny acetylen, dwutlenek węgla i etylen poddaje się razem przemywaniu dwumetyloformamidem, przy czym dwutlenek węgla, zawierający najwyżej 0,2% molowego etylenu, odprowadza się w stanie gazowym jako destylat, a acetylen zaabsorbowany w dwumetyloformamidzie odpędza się i wydziela w znany sposób w następującym po tym stadium desorpcji, zaś resztę dwumetyloformamidu odgazowuje się całkowicie pod ciśnieniem 0,25 — 0,55 ata w temperaturze 110 — 130°C.

Przy wstępnym odgazowaniu sposobem według wynalazku uzyskuje się acetylen o szczególnie wysokiej czystości. Podczas następującego po tym dodatkowego odgazowania dwumetyloformamidu odchodzi z głowicy kolumny próżniowej do odgazowania dodatkowego reszta acetyleny, niewielkie ilości produktów rozkładu, co jest nie do uniknięcia, nieco powietrza przedostającego się przez nieszczelności inne trudne rozpuszczalne gazy. Tę gazową mieszaninę zawraca się również do pierwszej kolumny płuczki dwumetyloformidowej i ponownie poddaje się płukaniu.

Przez zastosowanie sposobu według wynalazku uzyskuje się w porównaniu ze sposobem według patentu głównego czystszy acetylen kosztem nieco większego zanieczyszczenia dwutlenku węgla. Spośród tych zanieczyszczeń można łatwo usunąć dwumetyloaminę przez zastosowanie znanego płukania wodą. Na rysunku pokazano przebieg ulepszonego sposobu według wynalazku; pompy, wymienniki ciepła i inne urządzenia pomocnicze narysowano tylko częściowo celem uproszczenia rysunku. Górna część schematu z kolumnami 2, 4 i 6 odpowiada płuczce acetonowej według zgłoszenia patentu głównego. Dolna część z kolumnami 11, 12, 13 i narysowanym schematycznie urządzeniem do odgazowania wstępnego 13a odpowiada płuczce dwumetyloformamidowej zmodyfikowanej według wynalazku. Poniższy przykład służy do objaśnienia sposobu według wynalazku.

Przykład. 3314 kilomoli/godz. gazu rozkładowego pozbawionego wyższych homologów acetyleny, węglowodorów C_3 — C_4 i wyższych węglowodorów i wstępnie wysuszonego rozdziela się w płuczce acetonowej na surowy etylen i na mieszaninę złożoną z dwutlenku węgla, acetyleny i zanieczyszczeń.

Mieszanina ta, składająca się z 460 kilomoli/godz. dwutlenku węgla, 300 kilomoli/godz. acetyleny, około 0,2% zanieczyszczeń i gazu pierwotnego, przepływa w kolumnie 11 w przeciwnym kierunku do dwumetyloformamidu, który w 30 — 40% jest całkowicie odgazowany względnie regenerowany, zaś w 60 — 70% zawiera jeszcze resztki gazów, jak acetylen, dwumetyloamina, powietrze pochodzące z nieszczelności i ewentualnie kwas mrówkowy.

Z głowicy kolumny 11 wypływa lekko zanieczyszczony dwutlenek węgla. Ciecz odpływowa z kolumny 11 rozpręża się najpierw w kolumnie 12 do ciśnienia 1,1 — 1,4 ata; przy następującym po tym ogrzaniu w aparacie do wstępnego odgazowania 13a uwalnia się przy ciśnieniu 1,1 ata i w temperaturze 100°C większą część rozpuszczonego acetyleny, który odprowadza się jako produkt.

Z cieczy wyczerpanej z aparatu do wstępnego odgazowania 13a zawraca się niecałkowicie odgazowany dwumetyloformamid w ilości 60 — 70% do kolumny 11, zaś 30—40% po całkowitym odgazowaniu w kolumnie 13 pod ciśnieniem 0,4 ata i w temperaturze 120°C przetłacza się jako zregenerowany rozpuszczalnik również do kolumny 11.

Sprężarka 15 pokonuje różnicę ciśnień między dopływającą mieszaniną gazową i głowicą kolumny 12 i powoduje przetłoczenie gazu powrotnego do połączenia między głowicą kolumny 12 i stroną ssącą sprężarki 15.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wydzielania acetyleny i dwutlenku węgla z gazu rozkładowego zagęszczonego, wstępnie oczyszczonego i wstępnie wysuszonego, który zawiera w zasadzie wodór, tlenek węgla, metan, dwutlenek węgla, etylen, acetylen i niewielkie ilości etanu, ciężkich węglowodorów i wody, przy zastosowaniu acetonu i dwumetyloformamidu jako rozpuszczalników w wielostopniowych płuczkach, przy czym gaz rozkładowy poddaje się płukaniu acetonem pod ciśnieniem 10 — 20 ata i przy temperaturze cieczy wyczerpanej od — 10 do — 50°C w następującym pierwszym, frakcjonującym stadium absorpcji — desorpcji rozpręża się roztwór acetonowy do ciśnienia 2—6 ata przy temperaturze cieczy wyczerpanej od — 20 do +20°C, odpędza się acetylen, dwutlenek węgla i etylen, wymywa się acetonem dwutlenek węgla ze zdesorbowanych gazów do zawartości 10 — 20% molowych, a etylen — do zawartości najwyżej 0,2% molowego w przeliczeniu na ilość zawartą w wyjściowym gazie rozkładowym, w drugim stadium desorpcji rozpręża się do ciśnienia 1—5,5 ata przy jednoczesnym doprowadzeniu ciepła, a w następującym po tym stadium absorpcji uwalnia się gaz rozkładowy od wody za pomocą acetonu, po czym praktycznie bezwodny acetylen, dwutlenek węgla i etylen poddaje się razem przemywaniu dwumetyloformamidem, przy czym dwutlenek węgla, zawierający najwyżej 0,2% molowego etyleny, odprowadza się w stanie gazowym jako destylat, a acetylen zaabsorbowany w dwumetyloformamidzie odpędza się i wydziela w znany sposób w następującym po tym stadium desorpcji, według patentu nr 68813, znamienny tym, że strumień dwumetyloformamidu występujący w płuczce dwumetyloformamidowej po odpędzeniu dwutlenku węgla i zawierający przeważnie acetylen odgazowuje się wstępnie pod ciśnieniem 1,05 — 1,3 ata w temperaturze 95 — 110°C, a następnie zawraca się 60 — 70% strumienia dwumetyloformamidu, zawierającego jeszcze częściowo składniki gazowe, do omówionej powyżej płuczki, w której praktycznie bezwodny acetylen, dwutlenek węgla i etylen poddaje się łącznie przemywaniu dwumetyloformamidem, przy czym dwutlenek węgla, zawierający najwyżej 0,2% molowego etyleny, odprowadza się w stanie gazowym jako destylat, a acetylen zaabsorbowany w dwumetyloformamidzie odpędza się i wydziela w następującym po tym stadium desorpcji, zaś resztę dwumetyloformamidu odgazowuje się całkowicie pod ciśnieniem 0,25 — 0,55 ata w temperaturze 110 — 130°C.

