

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 378 563**

51 Int. Cl.:  
**C01B 21/22** (2006.01)  
**B01D 53/14** (2006.01)  
**C07C 45/27** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **06830062 .3**  
96 Fecha de presentación: **21.11.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1966083**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **10.09.2008**

54 Título: **Método para aislar N2O**

30 Prioridad:  
**22.11.2005 DE 102005055588**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**13.04.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**13.04.2012**

73 Titular/es:  
**BASF SE**  
**67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:  
**TELES, Joaquim Henrique;**  
**RÖSSLER, Beatrice y**  
**BAUMANN, Dieter**

74 Agente/Representante:  
**Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 378 563 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Método para aislar N<sub>2</sub>O

La presente invención se refiere a un método para la purificación de una mezcla de gas G-0 que contiene óxido nitroso.

- 5 Del estado de la técnica se conocen diversos métodos de preparación de óxido nitroso. Igualmente se conoce que el óxido nitroso puede emplearse, por ejemplo, como agente de oxidación para olefinas.

De esta manera, la WO 98/25698 divulga un método para preparar óxido nitroso mediante oxidación parcial catalítica de NH<sub>3</sub> con oxígeno. En tal caso, de acuerdo con la WO 98/25698 se emplea un catalizador de óxido de manganeso, óxido de bismuto y óxido de aluminio, el cual conduce a óxido nitroso con alta selectividad. Un sistema catalizador similar también se describe más detalladamente en un trabajo científico (Noskov et al., Chem. Eng. J. 91 (2003) 235-242). De acuerdo con la US 5,849,257 también se divulga un método para preparar óxido nitroso mediante oxidación de amoníaco. En tal caso, la oxidación tiene lugar en presencia de un catalizador de óxido de cobre-manganeso.

10 Según el método divulgado en la WO 00/01654 el óxido nitroso se prepara reduciendo una corriente de gas que contiene NO<sub>x</sub> y amoníaco.

La oxidación de un compuesto olefínico hacia un aldehído o una cetona mediante óxido nitroso se describe, por ejemplo, en la GB 649,680 o en la equivalente a ésta US 2,636,898. En ambos documentos se divulga de manera muy general que la oxidación puede efectuarse en principio en presencia de un catalizador de oxidación adecuado.

En los nuevos artículos científicos de G. L. Panov et al., "Non-Catalytic Liquid Phase Oxidation of Alkenes with Nitrous Oxide. 1. Oxidation of Cyclohexene to Cyclohexanone", React. Kinet. Catal. Lett. Vol. 76, No. 2 (2002) páginas 401-405, y K. A. Dubkov et al., "Non-Catalytic Liquid Phase Oxidation of Alkenes with Nitrous Oxide. 2. Oxidation of Cyclopentene to Cyclopentanone", React. Kinet. Catal. Lett. Vol. 77, No. 1 (2002) páginas 197-205 se describen igualmente oxidaciones de compuestos olefínicos con óxido nitroso. Un artículo científico, "Liquid Phase Oxidation of Alkenes with Nitrous Oxide to Carbonyl Compounds" de E. V. Starokon et al. in Adv. Synth. Catal. 2004, 346, 268 – 274, también incluye un estudio mecanicista de la oxidación de alquenos con óxido nitroso en fase líquida.

La síntesis de compuestos de carbonilo a partir de alquenos con óxido nitroso también se describe en diferentes solicitudes internacionales de patente. De esta manera, la WO 03/078370 divulga un método para preparar compuestos carbonilo a partir de alquenos alifáticos con óxido nitroso. La reacción se realiza a temperaturas en el rango de 20 a 350°C y presiones de 0,01 a 100 atm. La WO 03/078374 divulga un método correspondiente para la preparación de ciclohexanona. Según la WO 03/078372 se producen cetonas cíclicas con 4 a 5 átomos. Según la WO 03/078375 en estas condiciones de proceso se preparan cetonas cíclicas a partir de alquenos cíclicos con 7 a 20 átomos de C. WO03/078371 divulga un método para la preparación de cetonas sustituidas a partir de alquenos sustituidos. WO 041000777 divulga un método para la reacción de di- y polialquenos con óxido nitroso hacia los correspondientes compuestos de carbonilo. La purificación de óxido nitroso no se menciona en estos documentos.

Igualmente se conoce que las corrientes de gas de escape que contienen óxido nitroso pueden emplearse para reacciones adicionales. Se produce óxido nitroso como producto secundario indeseado en diferentes procesos químicos, principalmente en la oxidación con ácido nítrico y allí muy particularmente en la oxidación de ciclohexanona y/o ciclohexanol hacia ácido adípico. Otros ejemplo de procesos en los que se produce óxido nitroso como subproducto indeseado son la oxidación de ciclododecanona y/o ciclododecanol con ácido nítrico hacia ácido dodecandicarboxílico y la oxidación parcial de NH<sub>3</sub> hacia NO.

De esta manera, la WO 2005/030690, la WO 2005/030689 y la WO 2004/096745 divulgan métodos para la oxidación de olefinas con óxido nitroso, más precisamente la oxidación de ciclododecatrieno, de ciclododeceno y de ciclopenteno. Todas las tres solicitudes divulgan que además de otras fuentes de óxido nitroso también puede emplearse corrientes de gas de escape que pueden purificarse mediante métodos de destilación, por ejemplo, antes de emplearlos como agentes de oxidación.

En la GB 649,680 se divulga un método para la oxidación de olefinas por medio de óxido nitroso. En tal caso también se divulga que las olefinas pueden ser olefinas cíclicas que se oxidan hasta cetonas cíclicas por medio de óxido nitroso.

50 Tanto durante la preparación de óxido nitroso como también al usar gases de escape, N<sub>2</sub>O se produce primero como mezcla gaseosa diluida con otros componentes. Estos componentes pueden subdividirse en aquellos que actúan como obstáculo y aquellos que se comportan de manera inerte. Para el empleo como medio de oxidación pueden

mencionarse como aquellos gases que actúan como obstáculo, entre otros,  $\text{NO}_x$  u oxígeno, por ejemplo. El término " $\text{NO}_x$ ", tal como se entiende en el contexto de la presente invención, designa todos los compuestos  $\text{N}_a\text{O}_b$ , donde a es 1 o 2 y b es un número de 1 a 6, excepto  $\text{N}_2\text{O}$ . En lugar del término " $\text{NO}_x$ ", en el contexto de la presente invención también se usa el término "óxidos de nitrógeno". Como componentes secundarios que obstaculizan también pueden mencionarse  $\text{NH}_3$  y ácidos orgánicos.

Para aplicaciones especiales también es necesario purificar el óxido nitroso antes de la reacción. Por ejemplo, para el uso de óxido nitroso como agente de oxidación es necesario retirar componentes secundarios que obstaculizan, como oxígeno u óxidos de nitrógeno  $\text{NO}_x$ .

Del estado de la técnica en principio se conocen métodos para retirar  $\text{NO}_x$ . Por ejemplo, en M. Thiemann et. al in Ullmann's Encyclopedia, 6th Edition, 2000, Electronic Edition, capítulo "Nitric Acid, Nitrous Acid, and Nitrogen Oxides", sección 1.4.2.3, se da una reseña.

La solicitud WO 00/73202 describe un método de cómo retirar  $\text{NO}_x$  y  $\text{O}_2$  de una corriente gaseosa que contiene  $\text{N}_2\text{O}$ . El  $\text{NO}_x$  se retira por reducción catalítica con  $\text{NH}_3$  y el oxígeno mediante reducción catalítica con hidrógeno u otros agentes de reducción. Este método tiene sin embargo la desventaja de que el producto se contamina con  $\text{NH}_3$ . Solo es posible una fuerte disminución en la concentración de oxígeno, por ejemplo de arriba de 90 % de la cantidad original, si se acepta una pérdida de  $\text{N}_2\text{O}$  de, por ejemplo 3 a 5% de la cantidad original.

Para aplicaciones especiales puede ser necesario retirar también los compuestos inertes puesto que, por dilución, pueden volver lenta la reacción deseada con  $\text{N}_2\text{O}$ . El término "gas inerte", tal como se usa en el contexto de la presente invención, designa un gas que se comporta de modo inerte respecto de la reacción de  $\text{N}_2\text{O}$  con una olefina; es decir que en condiciones de la reacción de olefinas con  $\text{N}_2\text{O}$  no reacciona con las olefinas no con  $\text{N}_2\text{O}$ . Como gases inertes pueden mencionarse, por ejemplo, nitrógeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono, hidrógeno, argón, metano, etano y propano. Pero los gases inertes pueden disminuir el rendimiento espacio-tiempo de tal modo que una disminución de su concentración puede ser igualmente ventajosa. Pero igualmente puede ser ventajoso obtener una mezcla de gas que contenga todavía gases inertes y luego pueda emplearse directamente en otra reacción.

En DE 27 32 267 A1 se divulga, por ejemplo, un método para purificar óxido nitroso, en cuyo caso primero se retiran óxido de nitrógeno, dióxido de nitrógeno, dióxido de carbono y agua y a continuación la mezcla de gas se licúa mediante compresión a 40 a 300 bar y enfriamiento a 0 hasta  $-88^\circ\text{C}$ . De esta mezcla gaseosa licuada se retira luego el óxido nitroso. Este método logra una purificación y una concentración del  $\text{N}_2\text{O}$ , pero debido a la alta presión requerida (60 bar), a las bajas temperaturas ( $-85^\circ\text{C}$ ) y a las altas inversiones asociadas no es atractivo económicamente.

En US 4,177,645 se divulga un método para retirar óxido nitroso de las corrientes de gas de escape que comprende igualmente una purificación previa y una destilación a baja temperatura. La solicitud EP 1 076 217 A1 describe igualmente un método para retirar del  $\text{N}_2\text{O}$  impurezas con bajo punto de ebullición mediante destilación a baja temperatura.

US 6,505,482, US 6,370,911 y US 6,387,161 también divulgan métodos para la purificación de óxido nitroso, en los que se realiza respectivamente una destilación a baja temperatura en un equipo especial.

No obstante, una destilación a baja temperatura requiere un alto esfuerzo desde el punto de vista de los aparatos por las altas presiones y bajas temperaturas, lo cual hace cara a intensa en costes la purificación del óxido nitroso con un proceso de este tipo. Aquí es particularmente perturbador es el hecho de que a presión normal el punto de fusión de  $\text{N}_2\text{O}$  se encuentra solo 3K por debajo del punto de ebullición. Por lo tanto deben aplicarse altas presiones.

La US 6,080,226 divulga un método para purificar óxido nitroso mediante absorción a presión cambiante. US 4,844,715 divulga un método para separación de gases nobles. En tal caso se emplea un método de absorción-desorción. Aquí se separan en un paso el gas noble a purificarse y óxido nitroso, en cuyo caso el óxido nitroso permanece en el medio de absorción.

DE20 40 219 divulga un método de preparación para óxido nitroso, en cuyo caso después de la síntesis el óxido nitroso obtenido se concentra y se purifica. En este caso, según la DE20 40 219, primero se prepara óxido nitroso mediante oxidación de amoníaco. El óxido nitroso producido se purifica separando los gases oxidados y concentrando mediante absorción y alta presión, seguido de una desorción y presión reducida. Los componentes secundarios se retiran, por ejemplo, mediante tratamiento con una solución alcalina. Como solvente para la absorción de la mezcla de gases se usa agua de acuerdo con DT 20 40 219.

Con el método divulgado en DE20 40 219 es posible una separación de los diferentes óxidos de nitrógeno, aunque debido a la comparativamente baja solubilidad de N<sub>2</sub>O en agua el método exige el empleo de grandes cantidades de solvente y/o altas presiones para la absorción.

5 En DE 10 2004 046167.8 se divulga un método para purificar una mezcla de gases que contiene óxido nitroso, el cual comprende al menos una absorción de la mezcla de gas en un solvente orgánico y desorción a continuación de la mezcla de gas del solvente orgánico cargado así como el ajuste del contenido de óxidos de nitrógeno NO<sub>x</sub> en la mezcla de gases a máximo 0,5 % en volumen, respecto del volumen total de la mezcla de gases. En DE 10 2004 046167.8 también se divulga que el método puede comprender varios pasos de absorción y desorción. En DE 10 2004 046167.8 se divulgan solo solventes orgánicos como medio de absorción.

10 A partir de este estado de la técnica, el objetivo fundamental de la presente invención consistió en proporcionar un método industrialmente seguro inocuo mediante el cual se purifiquen y se concentren de manera efectiva y económica corrientes que contienen óxido nitroso. El óxido nitroso purificado de esta manera se necesita principalmente como agente de oxidación.

15 Otro objetivo de la presente invención era proporcionar métodos para la preparación de mezclas de gases que pudieran emplearse como agente de oxidación sin tratamiento adicional o sin adición de otros agentes inertes.

De acuerdo con la invención este objetivo se logra mediante un método para purificar una mezcla de gases G-0 que contiene óxido nitroso, que comprende al menos los siguientes pasos:

A1 Absorción de la mezcla de gases G-0 en un solvente orgánico

20 A2 Desorción de una mezcla de gases G-1 del solvente orgánico cargado

B1 Absorción de la mezcla de gases G-1 en agua

B2 Desorción de una mezcla de gases G-2 del agua cargada.

25 El método de la invención tiene, entre otras, la ventaja de que además de los componentes obstaculizantes también se retiran los componentes inertes. Es decir que el óxido nitroso purificado según la invención se concentra simultáneamente.

De acuerdo con la invención la mezcla de gases G-1 tiene un contenido más alto de óxido nitroso que la mezcla de gases G-0. La mezcla de gases G-2 según la invención tiene a su vez un contenido más alto de óxido nitroso que la mezcla de gases G-1.

30 En tal caso, el método de la invención tiene además la ventaja de que durante la segunda absorción, es decir a un contenido más alto de óxido nitroso, se emplea agua como agente de absorción. Con esto se impide que el óxido nitroso, como agente de oxidación fuerte en concentraciones más altas, entre en contacto con un solvente orgánico, lo cual conduciría a un alto gasto en aparatos y a costes altos. Mediante el uso de agua como solvente de acuerdo con la invención en la segunda absorción y desorción según el paso B1 y B2 se impide además que la mezcla de gases G-2 se contamine con solvente orgánico, lo cual podría conducir a más pasos de purificación.

35 El uso de una absorción/desorción de dos etapas con un solvente orgánico según el paso A1 y A2 y con agua según el paso B1 y B2 tiene principalmente la ventaja de que en la primera etapa se utiliza la alta solubilidad de N<sub>2</sub>O en solventes orgánicos para lograr altos factores de concentración con aparatos más pequeños y ciclos más cortos. La mezcla de gases G-1 después de la primera absorción /desorción tiene ya una concentración de N<sub>2</sub>O que hace ventajoso un uso de agua como solvente en la absorción/desorción por razones de seguridad industrial. No obstante, la alta concentración de N<sub>2</sub>O en la segunda etapa hace posible el uso de aparatos más pequeños.

40 El óxido nitroso purificado de esta manera puede emplearse de manera ventajosa como agente de oxidación, principalmente en forma líquida. De manera ventajosa la mezcla de gases G-2 también puede contener dióxido de carbono además de óxido nitroso. CO<sub>2</sub> actúa como material inerte y garantiza una operación inocua, industrialmente segura durante la elaboración y principalmente durante el almacenamiento y el uso posterior de la mezcla de gases G-2 que contiene óxido nitroso. Se encontró que en la presencia de CO<sub>2</sub> como gas inerte en mezclas de gases que contienen N<sub>2</sub>O se necesitan cantidades ostensiblemente menores de dióxido de carbono en comparación con otros gases inertes para evitar la capacidades de auto-descomposición del óxido nitroso. De esta manera son suficientes pequeñas cantidades de CO<sub>2</sub> para volver inerte la mezcla.

45 De acuerdo con la invención, la mezcla de gases empleada G-0 que contiene óxido nitroso puede proceder básicamente de cualquier fuente.

El término "mezcla de gases", tal como se usa en el contexto de la presente invención, designa una mezcla de dos o más compuestos que se encuentran en estado gaseoso a la presión ambiente y a la temperatura ambiente. A temperatura modificada o presión modificada, la mezcla gaseosa también puede existir en otro estado de agregación, por ejemplo líquido, y en el contexto de la presente invención se sigue denominando mezcla de gases.

- 5 Si se emplea una mezcla de gases G-0, entonces su contenido de óxido nitroso es esencialmente cualquiera mientras se garantice que la purificación de acuerdo con la invención es posible.

10 Las mezclas de gases que contienen  $N_2O$  que se emplean como mezcla de gases G-0 para este proceso tienen por lo regular un contenido de  $N_2O$  entre 2 y 80 % en volumen de  $N_2O$ . Contiene además, por ejemplo, 2 a 21 % en volumen de  $O_2$  y hasta 30 % en volumen de  $NO_x$  como componentes no deseados. Puede contener además, en cantidades fluctuantes  $N_2$ ,  $H_2$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $H_2O$ ,  $NH_3$ , también pueden estar contenidos en trazas además ácido nítrico y compuestos orgánicos.

En el contexto de la presente invención, la composición de las mezclas de gases o de las mezclas de gases licuadas puede indicarse en % en volumen. En tal caso, las indicaciones se refieren a la composición de las mezclas de gases a presión ambiente y temperatura ambiente.

- 15 Según una forma preferida de realización del método de la invención, se emplea una mezcla de gases G-0 que contiene al menos 3 % en volumen de óxido nitroso, en cuyo caso a su vez se emplean preferiblemente mezclas con un contenido de óxido nitroso en el rango de 4 a 60 % en volumen, más preferible en el rango de 5 a 25 % en volumen y principalmente preferible en el rango de 8 a 14 % en volumen.

20 Fundamentalmente, en el contexto de la presente invención la composición de las mezclas de gases puede determinarse de cualquier manera conocida por el experto en la materia. En el contexto de la presente invención, la composición de las mezclas de gases se determina preferiblemente por medio de cromatografía de gas. Sin embargo también puede determinarse por medio de espectroscopía UV, espectroscopía IR o mediante métodos químicos por vía húmeda.

25 Según una forma preferida de realización de la presente invención, la mezcla de gases G-0 que contiene óxido nitroso es al menos un gas de escape que contiene óxido nitroso, que proviene de un proceso químico. En el contexto de la presente invención también están comprendidas formas de realización en las que al menos dos gases de escape de una misma planta, que contienen monóxido de nitrógeno, sirven como mezcla de gases que contienen óxido nitroso. De la misma forma están comprendidas formas de realización en las que al menos un gas de escape de una planta el cual contiene óxido nitroso y al menos otro gas de escape de al menos otra planta, que contiene óxido nitroso, sirven como mezcla de gases que contiene óxido nitroso.

Por consiguiente, la presente invención también se refiere a un método, como el arriba descrito, en cuyo caso la mezcla de gases que contiene óxido nitroso es al menos un gas de escape de al menos un proceso industrial, el cual contiene óxido nitroso.

35 El término "mezcla de gases que contiene óxido nitroso" designa en el contexto de la presente invención tanto formas de realización en las que el mencionado gas de escape en forma no modificada se somete al proceso de purificación de la invención, como también formas de realización en las que al menos uno de los gases de escape mencionados se somete a una modificación.

40 El término "modificación", tal como se usa en este contexto en el marco de la presente invención, designa cada uno de los métodos adecuados con el que se modifica la composición química de una mezcla de gases. Por consiguiente, el término "modificación" comprende, entre otras, modalidades en las que un gas de escape que contiene óxido nitroso está concentrado respecto del contenido de óxido nitroso de acuerdo con al menos un método adecuado. El gas de escape no se somete preferiblemente a modificación alguna.

De acuerdo con otra forma de realización, la composición química de un gas de escape también puede modificarse mediante adición de óxido nitroso puro al gas de escape.

45 La mezcla de gas empleada G-0 que contiene  $N_2O$  puede ser, por ejemplo, un gas de escape de un proceso industrial. Preferiblemente proviene de un gas de escape de una planta para la producción de ácidos carboxílicos mediante oxidación de alcoholes o de cetonas con ácido nítrico, como por ejemplo de una planta de ácido adipico o de ácido dodecandicarboxílico, del gas de escape de una planta de ácido nítrico que emplea las corrientes de gas de escape como producto reactante, del gas de escape de una planta para la oxidación parcial de  $NH_3$  o de un gas de escape de una planta que emplea las mezclas de gas que allí se produzcan, como por ejemplo una planta de hidroxilamina.

De acuerdo con la invención también puede emplearse una mezcla de diferentes gases de escape.

Según una forma más de realización de la presente invención, el gas de escape, al menos uno, que contiene óxido nitroso proviene de una planta de ácido adípico, de una planta de ácido dodecandicarboxílico, de una planta de hidroxilamina y/o de una planta de ácido nítrico, en cuyo caso a su vez se prefiere operar con al menos un gas de escape de una planta de ácido adípico, de una planta de ácido dodecandicarboxílico o de una planta de hidroxilamina.

5

De acuerdo con una forma preferida de realización se emplea una corriente de gas de escape de una planta de ácido adípico en la que se forman en general 0,8 a 1,0 moles de N<sub>2</sub>O por mol de ácido adípico formado mediante oxidación de mezclas de ciclohexanol/ciclohexanona con ácido nítrico. Tal como a manera de ejemplo se describe en A. K. Uriarte et al., Stud. Surf. Sci. Catal. 130 (2000) páginas 743-748, los gases de escape de plantas de ácido adípico contienen además otros componentes en diferentes concentraciones como, entre otros, nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono, óxidos de nitrógeno, agua y compuestos orgánicos volátiles.

10

La planta de ácido dodecandicarboxílico mencionada previamente es esencialmente de un tipo de planta idéntico.

Una composición típica ejemplos de un gas de escape de una planta de ácido adípico o de una planta de ácido dodecandicarboxílico se reproduce en la siguiente tabla:

Componente	Concentraciones / % en peso
NO <sub>x</sub>	19 - 25
N <sub>2</sub> O	20 - 28
N <sub>2</sub>	30 - 40
O <sub>2</sub>	7 - 10
CO <sub>2</sub>	2 - 3
H <sub>2</sub> O	-7

15

La corriente de gas de escape de una planta de ácido adípico o de una planta de ácido dodecandicarboxílico puede emplearse directamente en el método de la invención.

De acuerdo con una forma también preferida de realización se emplea la corriente de gas de escape de una planta de ácido nítrico que se alimenta total o parcialmente con óxido nitroso y gases de escape que contienen óxidos de nitrógeno de otros procesos. En plantas de ácido nítrico de este tipo se adsorben óxidos de nitrógeno y en su mayor parte se convierten en ácido nítrico, mientras que el óxido nitroso no se convierte. Por ejemplo, una planta de ácido nítrico de este tipo puede suministrarse mediante óxidos de nitrógeno que se producen mediante combustión dirigida de amoníaco y mediante gases de escape de una planta de ácido dodecandicarboxílico. Asimismo es posible suministrar una planta de ácido nítrico de este tipo solo mediante gases de escape de una planta de ácido adípico y/o mediante gases de escape de una planta de ácido dodecandicarboxílico.

20

25

Los gases de escape de plantas de ácido nítrico de este tipo contienen fundamentalmente en concentraciones diferentes además otros componentes como, entre otros, nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono, óxidos de nitrógeno, agua y compuestos orgánicos volátiles.

Una composición típica ejemplar de un gas de escape de una planta de ácido nítrico de este tipo se reproduce en la siguiente tabla:

30

Componente	Concentraciones / % en peso
NO <sub>x</sub>	< 0,1
N <sub>2</sub> O	4-36

(continuación)

Componente	Concentraciones / % en peso
N <sub>2</sub>	57 - 86
O <sub>2</sub>	3 - 9
CO <sub>2</sub>	1 - 4
H <sub>2</sub> O	-0,6

5 La corriente de gas de escape de una planta de ácido nítrico puede emplearse directamente en el método de la invención.

10 Según otra modalidad igualmente preferida del proceso de la invención se emplea la corriente de gas de escape de una planta de hidroxilamina, en la cual por ejemplo primero se oxida amoníaco con aire u oxígeno hasta NO, en cuyo caso no se forman cantidades de óxido nitroso como producto secundario. A continuación el NO se hidrogena con hidrógeno para producir hidroxilamina. Puesto que el óxido nitroso es inerte en las condiciones de hidrogenación, éste se acumula en el circuito de hidrógeno. En versiones preferidas del proceso, la corriente de purga de una planta de hidroxilamina contiene óxido nitroso en el rango de 9 a 13 % en volumen en hidrógeno. Esta corriente de purga puede emplearse como tal para la purificación de acuerdo con la invención. Igualmente es posible concentrar adecuadamente esta corriente respecto del contenido de óxido nitroso, como se describió arriba.

15 Por consiguiente, la presente invención también se refiere a un método como está descrito arriba, en cuyo caso la mezcla de gases que contiene óxido nitroso es el gas de escape de una planta de ácido adípico y/o de una planta de ácido dodecandicarboxílico y/o de una planta de hidroxilamina y/o de una planta de ácido nítrico operada con el gas de escape de una planta de ácido adípico y/o de una planta de ácido dodecandicarboxílico y/o de una planta de hidroxilamina.

20 Asimismo en el contexto del método de la invención puede producirse óxido nitroso de manera dirigida para emplear en el proceso. Se prefiere en tal caso, entre otras, la producción a través de descomposición térmica de NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>, tal como esto se describe, por ejemplo, en US 3,656,899. Así mismo se prefiere además la preparación a través de oxidación catalítica de amoníaco, tal como se describe en US 5,849,257 o en WO 98/25698.

25 La mezcla de gases G-2, obtenida mediante el proceso de purificación de acuerdo con la invención, contiene al menos 50 % en volumen de N<sub>2</sub>O, particularmente preferible al menos 60 % en volumen de N<sub>2</sub>O y muy particularmente preferible al menos 75 % en volumen de N<sub>2</sub>O. La mezcla de gases g-2 contiene usualmente hasta 99 % en volumen de N<sub>2</sub>O, principalmente hasta 97 % en volumen de N<sub>2</sub>O, por ejemplo hasta 96 % en volumen de N<sub>2</sub>O, hasta 95 % en volumen de N<sub>2</sub>O, hasta 94 % en volumen de N<sub>2</sub>O, hasta 93 % en volumen de N<sub>2</sub>O, hasta 92 % en volumen de N<sub>2</sub>O, hasta 91 % en volumen de N<sub>2</sub>O, hasta 90 % en volumen de N<sub>2</sub>O o también hasta 85 % en volumen de N<sub>2</sub>O.

30 La mezcla de gases G-2 contiene simultáneamente menos de 1 % en volumen de O<sub>2</sub>, principalmente menos de 0,5 % en volumen de O<sub>2</sub>, menos de 0,5 % en volumen de NO<sub>x</sub> y menos de 1 % en volumen de NH<sub>3</sub>.

La mezcla de gases G-2 obtenida mediante el método de purificación de acuerdo con la invención contiene 5 a 20 % en volumen de CO<sub>2</sub>, particularmente preferible 6 a 18 % en volumen de CO<sub>2</sub> y muy particularmente preferible 8 a 12 % en volumen de CO<sub>2</sub>.

35 La concentración de N<sub>2</sub>O se efectúa de acuerdo con la invención mediante una primera absorción selectiva de N<sub>2</sub>O y con este también de CO<sub>2</sub>, preferentemente debido a las propiedades físicas similares, desde la mezcla de gases G-0 en un solvente orgánico adecuado y desorción subsiguiente de la mezcla de gases G-1 desde el solvente cargado de acuerdo con el paso A1 y A2. La mezcla de gases G-1 se absorbe en agua para una concentración adicional según el paso B1. Al desorber según el paso B2 se obtiene la mezcla de gases G-2 de acuerdo con la invención.

40 Son solventes adecuados para la absorción según el paso A1 aquellos que para N<sub>2</sub>O y preferentemente también CO<sub>2</sub> como componente inerte tienen una mejor solubilidad que para los componentes no deseados del gas reactante G-0 que ingresa.

- Como solventes orgánicos pueden emplearse de acuerdo con la invención todos los solventes en los que la proporción entre solubilidad de  $N_2O$  (en mol/mol de solvente) y la solubilidad de los componentes secundarios no deseados en las condiciones que rigen en el absorbente (esta proporción se llama en lo sucesivo  $\gamma$ ) es de al menos 5. Esta proporción puede determinarse para cada componente individual contenido en la mezcla de gases. Los solventes orgánicos preferidos tienen, por ejemplo, a 30 °C un valor  $\gamma_{O_2}$  de 6 a 30, preferible de 9 a 25 y un valor  $\gamma_{N_2}$  de más de 10, preferible de más de 15, principalmente de más de 20.
- Ejemplos de solventes adecuados son, por ejemplo, hidrocarburos alifáticos, preferible con al menos 5 átomos de C, más preferible con al menos 8 átomos de C, hidrocarburos aromáticos sustituidos o no sustituidos, ésteres, éteres, amidas, lactonas, lactamas, nitrilos, haluros de alquilo, olefinas o mezclas de estos solventes.
- Muy particularmente se prefieren solventes de acuerdo con la invención que tienen un punto de ebullición a presión normal de al menos 100°C puesto que de esta manera se reducen las pérdidas de solvente tanto en la corriente de gas de escape del absorbente como también del desorbente.
- Además, los solventes adecuados de acuerdo con la invención tienen simultáneamente una buena solubilidad para óxido nitroso. La solubilidad se indica a través de la proporción entre la presión parcial de  $N_2O$  en la fase gaseosa y la fracción molar de  $N_2O$  en la fase líquida (coeficiente de Henry,  $H_{N_2O}$ ), es decir, un valor pequeño significa una alta solubilidad de óxido nitroso en el solvente. Preferiblemente, para un solvente orgánico empleado a 30 °C principalmente en la primera etapa, esta proporción es menor a 1000, más preferible menor a 750, particularmente preferible menor a 500, principalmente menor a 150.
- Solventes adecuados son, entre otros, N-metilpirrolidona, dimetilformamida, dimetilsulfóxido, carbonato de propileno, sulfolano, N,N-dimetilacetamida o ciclopentano. Particularmente, en el contexto de la presente invención, se prefieren por ejemplo tolueno, nitrobenzono, 1,2-diclorobenzono, tetradecano, por ejemplo una mezcla técnica de hidrocarburos saturados, de manera predominante con 14 átomos de carbono y ftalato de dimetilo.
- Por lo tanto, la presente invención se refiere en una modalidad preferida a un método para purificar una mezcla de gases que comprende óxido nitroso tal como se describe arriba, en cuyo caso el solvente orgánico se selecciona del grupo que se compone de tolueno, nitrobenzono, 1,2-diclorobenzono, tetradecano y ftalato de dimetilo.
- En el contexto de la presente invención, la mezcla de gases G-1 tiene, por ejemplo, un contenido de  $N_2O$  desde 50 a 80 % en volumen, preferentemente de 55 a 75 % en volumen, principalmente de 58 a 70 % en volumen, particularmente preferible por ejemplo 59 % en volumen, 60 % en volumen, 61 % en volumen, 62 % en volumen, 63 % en volumen, 64 % en volumen, 65 % en volumen, 66 % en volumen, 67 % en volumen, 68 % en volumen o 69 % en volumen.
- La mezcla de gases G-1 tiene, por ejemplo, un contenido de  $CO_2$  de 5 a 15 % en volumen, preferentemente de 6 a 12 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, 7 % en volumen, 9 % en volumen, 10 % en volumen o 11 % en volumen. Simultáneamente la mezcla de gases G-1 tiene, por ejemplo, un contenido de  $O_2$  de 1,0 a 3,0 % en volumen, preferentemente de 1,5 a 2,5 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, de 1,1 % en volumen, 1,2 % en volumen, 1,3 % en volumen, 1,4 % en volumen, 1,5 % en volumen, 1,6 % en volumen, 1,7 % en volumen, 1,8 % en volumen, 1,9 % en volumen, 2,0 % en volumen, 2,1 % en volumen, 2,2 % en volumen, 2,3 % en volumen, 2,4 % en volumen. Además, la mezcla de gases G-1 puede contener además 20 a 40 % en volumen de  $N_2$ , preferentemente 20 a 35 % en volumen, así como otros componentes, por ejemplo óxidos de nitrógeno o residuos de solvente. En tal caso, la suma de los componentes de la mezcla de gases G-1 da como resultado 100 % en volumen.
- Según el paso B1 y B2 se efectúa una absorción/desorción con agua como solvente. El agua tiene una alta selectividad para los componentes deseados, principalmente óxido nitroso y dióxido de carbono. Al mismo tiempo, la solubilidad absoluta de óxido nitroso en agua es suficiente para lograr más concentración. En tal caso, el agua como solvente tiene la ventaja de que incluso a presión en presencia de óxido nitroso concentrado no se presentan problemas de seguridad industrial. Al mismo tiempo no puede aparecer ninguna contaminación de la mezcla de gases G-2 con un solvente orgánico que haría necesarios pasos adicionales de purificación.
- En el contexto de la presente invención, la mezcla de gases G-2 tiene, por ejemplo, un contenido de  $N_2O$  de 70 a 95 % en volumen, preferentemente de 75 a 90 % en volumen, principalmente de 80 a 85 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo 81 % en volumen, 82 % en volumen, 83 % en volumen o 84 % en volumen.
- La mezcla de gases G-2 tiene, por ejemplo, un contenido de  $CO_2$  de 1 a 20 % en volumen, preferentemente de 5 a 15 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, de 6 % en volumen, 7 % en volumen, 8 % en volumen, 9 % en volumen, 10 % en volumen, 11 % en volumen, 12 % en volumen, 13 % en volumen o 14 % en volumen. Simultáneamente la mezcla de gases G-2 tiene, por ejemplo, un contenido de  $O_2$  de 0,01 a 5,0 % en volumen, preferentemente de 0,1 a 2,5 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, de 0,2 a 1,0 % en volumen.

Además, la mezcla de gases G-2 puede contener además 0,1 a 10 % en volumen de N<sub>2</sub>, preferentemente 0,5 a 5 % en volumen, así como otros componentes, por ejemplo óxidos de nitrógeno o residuos de solvente. En tal caso, la suma de los componentes de la mezcla de gases G-2 da como resultado 100 % en volumen.

5 La absorción de acuerdo con el paso A1 o B1 del método de la invención puede efectuarse fundamentalmente según todos los métodos conocidos por el experto en la materia. La absorción de N<sub>2</sub>O puede producirse principalmente en el solvente incrementando la presión del gas reactante o reduciendo la temperatura del solvente o mediante una combinación de las medidas mencionadas. En el contexto de la presente solicitud, por solventes se entienden tanto agua como solventes orgánicos.

10 En la absorción, preferentemente primero se comprime la mezcla de gases, por ejemplo a una presión de 10 a 35 bar, preferible de 15 a 30 bar, preferentemente de 16 a 25 bar. A continuación la mezcla de gases comprimida preferentemente se absorbe a esta presión en un solvente orgánico según el paso A1 o en agua según el paso B1.

Por lo tanto, una modalidad preferida de la presente invención se refiere a un método de purificación como el descrito previamente donde la presión durante la absorción según A1 o B1 se encuentra en un rango de 10 a 35 bar.

15 La absorción según el paso A1 y paso B1 se efectúa de acuerdo con la invención en dispositivos (absorbentes) en los que se genera una interfase gas – líquido a través de la cual se hace posible una transferencia de sustancias y calor entre las fases y los cuales, en caso de necesidad, están equipados con dispositivos internos o externos para suministrar y/o disipar calor.

La conducción de las fases en el absorbente puede efectuarse en corriente del mismo sentido, en contracorriente o en una combinación de las mencionadas.

20 La absorción puede realizarse de acuerdo con la invención en una o dos etapas, preferentemente en una etapa. En tal caso, en la absorción se usa preferentemente en calidad de absorbente un dispositivo con varios platos teóricos, principalmente 2 a 8 platos teóricos, particularmente preferible 3 a 6.

25 Posibles modalidades de realización del absorbente son respectivamente columnas con platos, por ejemplo platos de columna con campana o platos de tamiz, columnas con dispositivos internos estructurados tales como, por ejemplo, paquetes, columnas con dispositivos internos no estructurados, como por ejemplo, cuerpos de relleno, aparatos en los que la fase líquida está presente en forma dispersa, por ejemplo mediante aspersion en boquillas o una combinación de los mencionados.

30 La desorción de N<sub>2</sub>O desde el solvente cargado según el paso A2 o B2 del método de la invención puede producirse mediante reducción de la presión sobre el solvente, incremento de la temperatura del solvente o mediante destilación por arrastre con vapor del solvente o una combinación de las mencionadas.

Los requisitos para los dispositivos (desorbentes) para la desorción de N<sub>2</sub>O desde el solvente cargado, así como para la conducción de las fases, son análogos a aquellos del absorbente, es decir, son dispositivos en los que se genera una interfase gas-líquido a través de la cual se hace posible una transferencia de sustancias y calor entre las fases y, en caso de necesidad, se equipan con dispositivos para suministrar y/o disipar calor.

35 De acuerdo con la invención, la desorción puede realizarse en una o dos etapas.

Modalidades posibles del absorbente son un simple recipiente (de despresurización) y columnas.

40 Una forma preferida de realización de la presente invención en la que están unidas la absorción y desorción en un aparato es, por ejemplo, la columna con pared de separación. En tal caso la absorción y desorción se operan en varias etapas a contracorriente mediante el cambio de temperatura, combinado con una destilación por arrastre (*stripping*) con vapor del solvente. En este caso puede efectuarse una unificación de la absorción y la desorción en un solo aparato, tanto de acuerdo con A1 y A2 como también de acuerdo con B1 y B2, principalmente en una columna con pared de separación.

45 En una forma preferida de realización, la presente invención se refiere por lo tanto a un método como el descrito, en cuyo caso los pasos A1 y A2 o los pasos B1 o B2 o los pasos A1 y A2 y los pasos B1 y B2 se realizan en una columna con pared de separación.

50 En el sentido de una forma particularmente preferida de realización, de acuerdo con el paso A1 primero se absorbe la mezcla de gases G-0 que contiene N<sub>2</sub>O a presión elevada  $p_{\text{Abso}}$  en una columna de absorción, empacada con cuerpos de relleno, operada a contracorriente y de acuerdo con A2 se transfiere a un recipiente en el que el solvente cargado con N<sub>2</sub>O se despresuriza hasta una presión más baja  $p_{\text{Deso}} < p_{\text{Abso}}$ . El proceso se opera preferentemente casi de manera isotérmica con una diferencia de temperatura entre la temperatura de absorción y la de desorción de

máximo 20K, preferentemente de máximo 15K, principalmente máximo 10 K. La presión de absorción es en este caso de 1 a 100 bar, preferible de 5 a 65 bar, principalmente 10 a 40 bar, preferible 10 a 35 bar, particularmente preferible 15 a 30 bar, más preferible aproximadamente 16 a 25 bar y la presión de desorción es de 0,1 a 2 bar, preferentemente de 0,5 a 1,5 bar, particularmente preferible de 1,0 a 1,2 bar.

5 Asimismo, de acuerdo con el paso B1, primero se absorbe la mezcla de gases G-1 a presión elevada  $p_{\text{Abso}}$  en una columna de absorción operada a contracorriente, empacada con cuerpos de relleno, y se transfiere según el paso B2 a un recipiente en el que el agua cargada con  $\text{N}_2\text{O}$  se despresuriza a una presión más baja  $p_{\text{Deso}} < p_{\text{Abso}}$ . Igualmente, el proceso se opera preferentemente casi de manera isotérmica con una diferencia de temperatura entre la temperatura de absorción y desorción de máximo 20K, preferentemente máximo 15K, principalmente de máximo 10 K. La presión de absorción es aquí de 1 a 100 bar, preferible de 5 a 65 bar, principalmente de 10 a 40 bar, preferible de 10 a 35 bar, particularmente preferible de 16 a 30 bar, más preferible de aproximadamente 20 a 25 bar y la presión de desorción es de 0,1 a 2 bar, preferentemente 0,5 a 1,5 bar, particularmente preferible de 1,0 a 1,2 bar.

15 El método de acuerdo con la invención, de acuerdo con otra modalidad puede comprender además un paso C done el contenido de óxidos de nitrógeno en la mezcla de gases se ajusta a máximo 0,5 % en volumen respecto del volumen total de la mezcla de gases.

Por lo tanto, la presente invención también se refiere a un método como el descrito previamente en cuyo caso el método comprende adicionalmente el paso

20 C ajustar el contenido de óxidos de nitrógeno  $\text{NO}_x$  en la mezcla de gases a máximo 0,5 % en volumen, respecto del volumen total de la mezcla de gases.

25 En el contexto de la presente invención, el paso C puede realizarse antes o después de los pasos A1, A2, B1 y B2. Por lo tanto, la presente invención, en una forma de realización, se refiere a un método como descrito arriba, en cuyo caso los pasos A1, A2, B1 y B2 se realizan antes del paso C. En una forma de realización alterna, la presente invención se refiere a un método como el descrito arriba, en cuyo caso el paso C se realiza antes de los pasos A1, A2, B1 y B2.

Siempre que el paso C se realiza antes de los pasos A1, A2, B1 y B2, se ajusta el contenido de los  $\text{NO}_x$  en la mezcla de gases G-0.

30 La mezcla de gases G-0 tiene en este caso durante la absorción según A1 preferentemente un contenido de  $\text{N}_2\text{O}$  de 4 a 25 % en volumen, preferentemente de 6 a 20 % en volumen, principalmente de 8 a 18 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, 9 % en volumen, 10 % en volumen, 11 % en volumen, 12 % en volumen, 13 % en volumen, 14 % en volumen, 15 % en volumen, 16 % en volumen o 17 % en volumen.

35 La mezcla de gases tiene, por ejemplo, un contenido de  $\text{CO}_2$  de 0,1 a 7,5 % en volumen, preferentemente de 0,5 a 5 % en volumen, particularmente preferible 1 a 2,5 % en volumen. Simultáneamente la mezcla de gases tiene, por ejemplo, un contenido de  $\text{O}_2$  de 1 a 10 % en volumen, preferentemente de 2 a 7,5 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, de 3,0 a 6 % en volumen. Además, la mezcla de gases también puede contener 50 a 95 % en volumen de  $\text{N}_2$ , preferentemente 60 a 90 % en volumen, particularmente preferible 70 a 85 % en volumen, así como otros componentes, por ejemplo óxidos de nitrógeno o residuos de solvente.  $\text{NO}_x$  pueden estar contenidos en tal caso en una cantidad de 0 a 0,1 % en volumen, preferentemente 0,0001 a 0,01 % en volumen, particularmente preferible 0,0005 a 0,05 % en volumen. En tal caso, la suma de los componentes de la mezcla de gases da como resultado 100 % en volumen.

45 Después de la primera absorción / desorción según A1 y A2 y antes de la segunda absorción / desorción según B1 y B2, la mezcla de gases tiene preferentemente un contenido de  $\text{N}_2\text{O}$  de 40 a 80 % en volumen, preferentemente de 50 a 75 % en volumen, principalmente de 55 a 70 % en volumen, particularmente preferible por ejemplo 56 % en volumen, 57 % en volumen, 58 % en volumen, 59 % en volumen, 60 % en volumen, 61 % en volumen, 62 % en volumen, 63 % en volumen, 64 % en volumen, 65 % en volumen, 66 % en volumen, 67 % en volumen, 68 % en volumen o 69 % en volumen.

50 La mezcla de gases tiene, por ejemplo, un contenido de  $\text{CO}_2$  de 1 a 15 % en volumen, preferentemente de 2 a 10 % en volumen, particularmente preferible 7 a 9 % en volumen. Simultáneamente, la mezcla de gases tiene, por ejemplo, un contenido de  $\text{O}_2$  de 0,5 a 7,5 % en volumen, preferentemente de 1 a 5 % en volumen, particularmente preferible de, por ejemplo, 2,5 a 3,5 % en volumen. Además, la mezcla de gases también puede contener 5 a 40 % en volumen de  $\text{N}_2$ , preferentemente 10 a 35 % en volumen, particularmente preferible 20 a 30 % en volumen así como otros componentes, por ejemplo óxidos de nitrógeno o residuos de solvente.  $\text{NO}_x$  puede estar contenido, por ejemplo, en una cantidad de 0 a 0,1 % en volumen, preferentemente de 0,0001 a 0,01 % en volumen,

particularmente preferible de 0,0005 a 0,05 % en volumen. En tal caso, la suma de los componentes de la mezcla de gases da como resultado 100 % en volumen.

Después de la segunda absorción / desorción según B1 y B2, la mezcla de gases tiene preferentemente un contenido de N<sub>2</sub>O de 60 a 95 % en volumen, preferentemente de 70 a 90 % en volumen, principalmente de 75 a 85 % en volumen, particularmente preferible de, por ejemplo, 76 % en volumen, 77 % en volumen, 78 % en volumen, 79 % en volumen, 80 % en volumen, 81 % en volumen, 82 % en volumen, 83 % en volumen, 84 % en volumen o 85 % en volumen.

La mezcla de gases tiene, por ejemplo, un contenido de CO<sub>2</sub> de 1 a 20 % en volumen, preferentemente de 5 a 15 % en volumen, particularmente preferible 7,5 a 12,5 % en volumen. Simultáneamente, la mezcla de gases tiene por ejemplo un contenido de O<sub>2</sub> de 0,01 a 7,5 % en volumen, preferentemente de 0,1 a 5 % en volumen, particularmente preferible de, por ejemplo, 0,2 a 2,5 % en volumen. Además, la mezcla de gases también puede contener 0,1 a 10 % en volumen de N<sub>2</sub>, preferentemente de 0,5 a 5 % en volumen, particularmente preferible de 1 a 2,5 % en volumen, así como otros componentes, por ejemplo óxidos de nitrógeno o Residuos de solvente. NO<sub>x</sub> puede estar contenido en tal caso, por ejemplo, en una cantidad de 0 a 0,1 % en volumen, preferentemente de 0,0001 a 0,01 % en volumen, particularmente preferible de 0,0005 a 0,05 % en volumen. En tal caso, la suma de los componentes de la mezcla de gases da como resultado 100 % en volumen.

Siempre que el paso C se realiza después de los pasos A1, A2, B1 y B2, es tratada la mezcla de gases G-2.

Después de la segunda absorción / desorción según B1 y B2 y el paso C a continuación, la mezcla de gases tiene preferentemente un contenido de N<sub>2</sub>O de 60 a 95 % en volumen, preferentemente de 70 a 90 % en volumen, principalmente de 75 a 85 % en volumen, particularmente preferible de, por ejemplo, 76 % en volumen, 77 % en volumen, 78 % en volumen, 79 % en volumen, 80 % en volumen, 81 % en volumen, 82 % en volumen, 83 % en volumen, 84 % en volumen o 85 % en volumen.

La mezcla de gases tiene, por ejemplo, un contenido de CO<sub>2</sub> de 1 a 20 % en volumen, preferentemente de 5 a 15 % en volumen, particularmente preferible 7,5 a 12,5 % en volumen. Simultáneamente, la mezcla de gases tiene, por ejemplo, un contenido de O<sub>2</sub> de 0,01 a 7,5 % en volumen, preferentemente de 0,1 a 5 % en volumen, particularmente preferible de, por ejemplo, 0,2 a 2,5 % en volumen. Además, la mezcla de gases también puede contener 0,1 a 10 % en volumen de N<sub>2</sub>, preferentemente de 0,5 a 5 % en volumen, particularmente preferible de 1 a 2,5 % en volumen, así como otros componentes, por ejemplo óxidos de nitrógeno o residuos de solvente. NO<sub>x</sub> puede estar contenido en este caso, por ejemplo, en una cantidad de 0 a 0,1 % en volumen, preferentemente de 0,0001 a 0,01 % en volumen, particularmente preferible de 0,0005 a 0,05 % en volumen. En tal caso la suma de los componentes de la mezcla de gases da como resultado 100 % en volumen.

En el contexto de la presente invención, el paso C también puede realizarse entre los pasos A1 y A2 y los pasos B1 y B2. En este caso, la mezcla de gases G-2 tiene aproximadamente la misma composición que la mezcla de gases, que se obtiene después de la segunda absorción / desorción según B1 y B2 y el paso C a continuación.

Así mismo es posible en el contexto de la presente invención que el proceso comprenda varios pasos C. De esta manera, por ejemplo, también puede realizarse un paso C antes de los pasos A1, A2, B1 y B2 y otro paso C después de los pasos A1, A2, B1 y B2.

Por consiguiente, la presente invención también se refiere a un proceso como el descrito previamente, en cuyo caso el paso C se realiza antes de los pasos A1, A2, B1 y B2.

Fundamentalmente, para el paso C del método de la invención se consideran todos los métodos adecuados para retirar NO<sub>x</sub>. Son adecuadas, por ejemplo, la reducción catalítica con hidrocarburos o amoníaco, la descomposición catalítica en catalizadores adecuados, absorción en soluciones fuertemente oxidantes así como la absorción en soluciones ácidas o alcalinas.

Soluciones oxidantes adecuadas en el contexto de la presente invención son, por ejemplo, soluciones de peróxido de hidrógeno, como soluciones fuertemente ácidas son adecuadas de acuerdo con la invención, por ejemplo, soluciones que contienen ácido nítrico ácido sulfúrico. Como soluciones alcalinas son adecuadas de acuerdo con la invención, por ejemplo, soluciones que contienen hidróxidos o carbonatos, por ejemplo hidróxido de sodio o carbonato de sodio. Como líquidos para este lavado son adecuados, además de los ya mencionados, principalmente aquellos que son familiares al experto en la materia para retirar NO<sub>x</sub> de los gases de escape. Como soluciones o suspensiones de lavado son adecuados, por ejemplo, soluciones o suspensiones acuosas que contienen carbonato de magnesio, hidróxido de magnesio, soluciones de vanadio en ácido nítrico, sulfuro de amonio y bisulfuro de amonio, lechada de cal, amoníaco, peróxido de hidrógeno y principalmente soluciones que contienen carbonato de sodio, bicarbonato de sodio o hidróxido de sodio.

Métodos adecuados se mencionan, por ejemplo, en M. Thiemann et. al en Ullmann's Encyclopedia, 6th Edition, 2000, Electronic Edition, capítulo "Nitric Acid, Nitrous Acid, and Nitrogen Oxides", sección 1.4.2.3.

5 La absorción de  $\text{NO}_x$  se efectúa generalmente en dispositivos en los que existe un interfase gas – líquido a través de la cual se hace posible una transferencia de sustancias y calor entre las fases y que, en caso de necesidad, están equipadas con dispositivos internos o externos para suministrar o disipar calor. La conducción de las fases en el absorbente puede efectuarse en el mismo sentido de corriente, a contracorriente o en una combinación de las mencionadas.

La absorción puede realizarse de acuerdo con la invención en una o varias etapas.

10 La absorción se efectúa de acuerdo con la invención a temperaturas entre  $-20$  y  $100$  °C, preferiblemente entre  $0$  y  $60$  °C, particularmente preferible entre  $0$  y  $40$  °C y a presiones entre  $0,1$  y  $100$  bar, preferible entre  $1$  y  $30$  bar.

Modalidades posibles del absorbente son columnas con platos, por ejemplo platos con campana o platos de tamiz, columnas con dispositivos internos estructurados, como por ejemplo paquetes, columnas con dispositivos internos no estructurados como, por ejemplo, cuerpo de relleno, o aparatos en los que la fase líquida está presente de manera dispersa, por ejemplo mediante aspersion en boquillas o una combinación de los mencionados.

15 En otra forma de realización, la presente invención se refiere, por lo tanto, a un método tal como se describió arriba, en donde el paso C comprende la absorción de óxidos de nitrógeno en solución ácida o alcalina.

20 En el sentido de la presente invención, la remoción de  $\text{NO}_x$  puede efectuarse mediante absorción en una solución ácida o en una alcalina. La absorción se realiza entre  $-20$  y  $120$ °C, principalmente entre  $-10$  y  $75$ °C, p preferiblemente entre  $0$  y  $60$ °C, por ejemplo entre  $0$  y  $40$  °C y a una presión entre  $0,2$  y  $100$  bar, principalmente entre  $0,5$  a  $50$  bar, preferible entre  $1$  y  $10$  bar.

25 En tanto la concentración de  $\text{NO}_x$  en la mezcla de gases que contiene  $\text{N}_2\text{O}$  sea de más de  $1$  % en volumen, como solvente para el paso C se emplea preferiblemente ácido nítrico acuoso, con un contenido de  $\text{HNO}_3$  entre  $0$  y  $69$  % en peso, preferiblemente entre  $0$  y  $10$  % en peso. Aquí es ventajoso que la reducción de concentración de  $\text{NO}_x$  en la fase gaseosa esté asociada con la producción de ácido nítrico con  $1$  a  $69$  % en peso de  $\text{HNO}_3$ . En el sentido de mayor utilidad, en este caso se prefiere producir un ácido nítrico con  $30$  a  $60$  % en peso de  $\text{HNO}_3$ .

Este procedimiento se emplea preferiblemente, en el contexto de la presente invención, por ejemplo, en el caso de que el gas reactante que contiene  $\text{N}_2\text{O}$  provenga de un proceso de ácido carboxílico (por ejemplo ácido adípico), en cuyo caso se presentan concentraciones de  $\text{NO}_x$  de  $1$  a  $50$  % en volumen. La remoción de  $\text{NO}_x$  de acuerdo con el paso C se realiza en este caso preferiblemente antes de la concentración de  $\text{N}_2\text{O}$  según el paso A1 y A2.

30 Según una forma de realización de la presente invención a los pasos A1, A2, B1 y B2 puede seguir otro paso C, preferentemente un lavado químico, particularmente preferible con solución de carbonato de sodio o hidróxido de sodio.

35 En el contexto de la presente invención el contenido de  $\text{NO}_x$  puede ajustarse preferentemente mediante una reducción catalítica selectiva con amoníaco en la cual el  $\text{N}_2\text{O}$  se comporta de manera inerte. Esta, así llamada, tecnología SCR-DeNO<sub>x</sub> o DeNO<sub>x</sub>, se describe por ejemplo en Ullmann's Encyclopedia of Chemical Technology, capítulo "Air", sección 7.2.3.1. "Catalytic Reduction of Nitrogen Oxides in Flue Gases and Process Off-Gases", de J. Wolf et al., 6. Edición (Online Edition), 2000. Según esta modalidad preferida de la presente invención pueden lograrse concentraciones  $\text{NO}_x$  de menos de  $100$  ppm, preferentemente de menos de  $50$  ppm, por ejemplo de menos de  $25$  ppm y particularmente preferible de hasta  $5$  ppm y concentraciones muy bajas de  $\text{NH}_3$  en el producto, por ejemplo de menos de  $10$  ppm.

Según una modalidad preferida como paso C se realiza la reducción catalítica con amoníaco antes de los pasos A1, A2, B1 y B2.

45 Según una modalidad particularmente preferida de la presente invención la mezcla de gases que contiene óxido nitroso empleada en el método de la invención puede provenir de una planta de ácido adípico. Preferentemente, el gas de escape de la planta de ácido adípico se mezcla con gas de síntesis  $\text{NO}$  y se refrigera. La corriente gaseosa se comprime luego, preferentemente a  $7$  bar, y opcionalmente se mezcla con aire. El gas caliente se refrigera después de la compresión y se conduce a una torre de absorción en la que se disminuye la concentración de  $\text{NO}_x$ . El gas en la cabeza de la columna tiene preferentemente una temperatura de aproximadamente  $0$  a  $100$ °C, p or ejemplo  $20$  a  $50$ °C, preferentemente  $30$  a  $45$ °C, princ ipalmente  $35$  a  $40$ °C a una presión de  $1$  a  $15$  bar, p referible  $4$  a  $14$  bar, particularmente preferible  $5$  a  $13$  bar, principalmente  $6$  a  $12$  bar.

50

El gas de escape puede emplearse directamente en el método de acuerdo con la invención. No obstante, según otra modalidad preferida, el gas de escape puede calentarse a 100 a 250°C, preferentemente a 150 a 200 °C, preferible a 160 a 180°C, particularmente preferible a 170°C y llevarse a reacción de acuerdo con el paso C a la planta DeNOx.

5 A continuación, preferentemente la corriente se refrigera, se comprime y se refrigera nuevamente antes de que se realice una absorción / desorción según pasos A1 y A2 y B1 y B2.

10 En tanto esté presente una concentración de NOx < 1 % en volumen en la mezcla de gases que contiene N<sub>2</sub>O, como por ejemplo en el caso de un gas de escape de una planta de ácido nítrico, como absorbente para el paso C se emplea preferiblemente una solución alcalina. En el sentido de la presente invención, este procedimiento se emplea preferiblemente para la purificación fina del gas N<sub>2</sub>O después de concentrarse según los pasos A1, A2, B1 y B2.

Además de los pasos A1, A2, B1 y B2 u opcionalmente C, el método de acuerdo con la invención también puede comprender otros pasos. De esta manera, el método también puede comprender, por ejemplo, un tratamiento más entre los pasos A y B y el paso C. Tratamientos de este tipo comprenden, por ejemplo, una modificación de la temperatura o una modificación de la presión o una modificación de la temperatura y de la presión.

15 En tal caso, por ejemplo, la composición de una mezcla de gases puede modificarse, por ejemplo mediante condensación de uno de los componentes. Estos componentes pueden ser, por ejemplo, agua u otro solvente, preferentemente un solvente que se emplea para la absorción según el paso A1 en el contexto del método de la invención.

20 De acuerdo con la invención es posible que se retiren otros componentes de la mezcla de gases. De esta manera es posible, por ejemplo, que de la mezcla de gases G-2, mediante compresión y refrigeración subsiguiente, se retiren trazas de agua que pueden estar contenidas en la mezcla de gases G-2 después de la desorción según el paso B2.

En tal caso se comprime la mezcla de gases G-2 ventajosamente a una presión de 1 a 35 bar, preferible 2 a 30 bar, más preferible 3 a 27 bar. A continuación se efectúa preferentemente una refrigeración, preferible a 2 a 25 °C, particularmente preferible a 3 a 20 °C, principalmente a 4 a 15°C, más preferible a 5 a 10°C.

25 Igualmente es posible en el contexto de la presente invención realizar una condensación parcial de óxido nitroso, por ejemplo, o una rectificación, principalmente para retirar las sustancias con punto de ebullición bajo, como por ejemplo oxígeno y nitrógeno.

30 De acuerdo con la invención, la mezcla de gases G-2 que contiene óxido nitroso, purificada mediante el método de acuerdo con la invención, puede emplearse en una reacción más. Para esto, la mezcla de gases puede emplearse en forma gaseosa. Aunque también es posible tratar primero la mezcla de gases obtenida de tal modo que la mezcla de gases se presente en forma líquida o supercrítica y luego se emplee en otra reacción. La mezcla de gases puede licuarse mediante una elección adecuada de la presión o de la temperatura.

De esta manera, la presente invención también se refiere a un método en el que la mezcla de gases G-2 obtenida se licúa.

35 Para esto, preferentemente la mezcla de gases G-2 primero se comprime y a continuación se refrigera. En tal caso la mezcla de gases G-2 se comprime ventajosamente a una presión de de 1 a 35 bar, preferible 2 a 30 bar, más preferible 3 a 27 bar. A continuación se efectúa preferentemente una refrigeración, preferible a 10 a -70 °C, particularmente preferible 8 a -30 °C, principalmente a 5 a -20°C.

40 La mezcla de gases obtenida según un método de la invención G-2 que contiene óxido nitroso puede emplearse fundamentalmente para todas las aplicaciones en las que usualmente corrientes de óxido nitroso puro o corrientes de óxido nitroso puro mezclado con gas inerte. Principalmente son adecuadas las mezclas de gases, por ejemplo, para la oxidación de metanol en formaldehído como se describen, por ejemplo, en la EP-A 0 624 565 o DE-A 196 05 211.

45 Mediante el método de acuerdo con la invención se obtienen mezclas de gases G-2 que contienen óxido nitroso, las cuales contienen una fracción particularmente baja de componentes secundarios que representan un obstáculo. Esto es principalmente ventajoso para el uso de la mezcla de gases que contiene óxido nitroso como agente de oxidación ya que gracias a la pequeña fracción de componentes secundarios que pueden representar un obstáculo, casi no se presentan reacciones secundarias y de esta manera pueden obtenerse productos particularmente puros. Después de la purificación de acuerdo con la invención, la mezcla de gases G-2 también contiene preferentemente, además de óxido nitroso, dióxido de carbono.

50

La mezcla de gases G-2 purificada de acuerdo con la invención contiene preferentemente 50 a 99,9 % en volumen de óxido nitroso, 0,1 a 25 % en volumen de dióxido de carbono y 0 a 25 % en volumen de otros gases. Los % en volumen indicados se refieren respectivamente a la totalidad de la mezcla de gases G-2. La suma de los componentes individuales de la mezcla de gases G-2 siempre da como resultado aquí el 100 % en volumen.

- 5 La mezcla de gases G-2 purificada de acuerdo con la invención contiene preferentemente 65 a 95 % en volumen de óxido nitroso, principalmente 75 a 92,5 % en volumen, particularmente preferible 85 a 90 % en volumen de óxido nitroso.

10 La mezcla de gases G-2 purificada de acuerdo con la invención contiene además 0,1 a 25 % en volumen de dióxido de carbono. La mezcla de gases G-2 contiene preferentemente 1 a 20 % en volumen de dióxido de carbono, principalmente 2 a 15 % en volumen, particularmente preferible 5 a 13 % en volumen de dióxido de carbono.

La mezcla de gases G-2 contiene preferentemente 0,01 a 20 % en volumen de otros gases, por ejemplo 0,1 a 15 % en volumen, principalmente 0,5 a 10 % en volumen, particularmente preferible 1 a 5 % en volumen de otros gases. La mezcla de gases G-2 purificada de acuerdo con la invención puede contener uno o varios gases más, en cuyo caso la cantidad indicada se refiere a la suma de los gases contenidos.

- 15 Se encontró que en presencia de CO<sub>2</sub> como gas inerte en mezclas de gases que contienen N<sub>2</sub>O en comparación con otros gases inertes se requieren cantidades ostensiblemente más bajas de dióxido de carbono en comparación con otros gases inertes para garantizar una operación segura, por ejemplo para evitar una auto-descomposición de óxido nitroso.

20 El método de acuerdo con la invención tiene, entre otras, la ventaja de que el CO<sub>2</sub> presenta, además de un buen efecto de volver inerte en comparación con otros gases inertes, una curva de ebullición muy similar al N<sub>2</sub>O y parámetros críticos similares. De esta manera, la mezcla de gases G-2 que contiene N<sub>2</sub>O y opcionalmente CO<sub>2</sub>, obtenida en el proceso de la invención, puede condensarse a una temperatura más alta que una mezcla comparable de N<sub>2</sub>O y otro gas inerte. Como resultado de curvas de ebullición muy similares, la mezcla de gases condensada tiene casi la misma composición que la mezcla gaseosa, de tal modo que el agente inerte se retiene en la fase líquida.

25

Además, CO<sub>2</sub> presenta una buena solubilidad en compuestos orgánicos de tal modo que una presión baja basta para evitar la formación de una fase gaseosa en el reactor durante una reacción en fase líquida.

Una mezcla de gases que puede obtenerse de acuerdo con un método de la invención tal como se describe arriba puede usarse como agente de oxidación, principalmente como agente de oxidación para olefinas.

- 30 Fundamentalmente son adecuadas las mezclas de gases que contienen óxido nitroso, que pueden obtenerse según la invención, para la oxidación de olefinas. Son olefinas adecuadas, por ejemplo, olefinas de cadena abierta o cíclicas, con uno o varios enlaces dobles. Se prefieren más las olefinas con uno o varios enlaces dobles, por ejemplo ciclopenteno, ciclohexeno, ciclohepteno, cicloocteno, ciclodeceno, cicloundeceno, ciclododeceno, 1,4-ciclohexadieno, 1,5-ciclooctadieno, 1,5-ciclododecadieno o 1,5,9-ciclododecatrieno.

- 35 La corriente de gas G-2 que contiene N<sub>2</sub>O enriquecido y purificado es adecuado muy particularmente para la oxidación de olefinas hacia cetonas. Preferentemente para este propósito, o bien el N<sub>2</sub>O gaseoso puede adsorberse directamente a la olefina a oxidarse o a otro solvente, o bien el N<sub>2</sub>O puede licuarse primero antes de hacerlo reaccionar con la olefina.

- 40 Principalmente al emplear una mezcla de gases licuada que contiene óxido nitroso es ventajoso si la fracción de gases inertes en la mezcla de gases es lo más baja posible, puesto de que otra manera el volumen del reactor se agranda de manera innecesaria.

45 Para el uso como agente de oxidación, principalmente para olefinas, la oxidación puede efectuarse en general de acuerdo con todas las versiones de proceso en las que tiene lugar la oxidación, principalmente de la olefina. Principalmente son posibles tanto las versiones de proceso y procedimientos continuos de la reacción, como también la reacción por lotes. Las condiciones de reacción para la oxidación se seleccionan de acuerdo con la invención de tal manera que tenga lugar una reacción. La presión y la temperatura pueden seleccionarse de manera correspondiente.

- 50 La presión se encuentra preferentemente en un rango de hasta 350 bar, por ejemplo de 1 a 320 bar, preferible de 2 a 300 bar, principalmente de 3 a 280 bar. La temperatura se encuentra preferentemente en un rango de 220 a 320°C, por ejemplo de 230 a 300°C, principalmente 250 a 290°C.

En tal caso, la oxidación puede realizarse en presencia de un solvente adecuado. Pero asimismo es posible realizar la oxidación sin la adición de un solvente.

5 Sin embargo, también es posible en el contexto de la presente invención que la mezcla de gases G-2 se licúe mediante la selección adecuada de la presión y/o de la temperatura o que se lleve a un estado supercrítico. La mezcla de gases licuada puede emplearse directamente en la oxidación.

En este caso, la oxidación se conduce preferentemente mediante la selección adecuada de la presión y de la temperatura de tal manera que en la zona de reacción no se genere una fase gaseosa.

10 La presión se encuentra preferentemente en un rango de hasta 350 bar, por ejemplo de 1 a 320 bar, preferible de 2 a 300 bar, principalmente de 3 a 280 bar. La temperatura se encuentra preferentemente en un rango de 220 a 320°C, por ejemplo 230 a 300°C, principalmente 250 a 290°C.

Por lo tanto, la presente invención también se refiere a un método para la preparación de una cetona que comprende al menos los siguientes pasos

A1 Absorción de una mezcla de gases G-0 que contiene óxido nitroso en un solvente orgánico

A2 Desorción de una mezcla de gases G-1 desde un solvente orgánico cargado

15 B1 Absorción de la mezcla de gases G-1 en agua

B2 Desorción de una mezcla de gases G-2 desde el agua cargada

D Puesta en contacto de la mezcla de gases G-2 con al menos una olefina.

El método también puede comprender, tal como se describió previamente, al menos un paso C.

20 Para las formas preferidas de realización de los pasos A1, A2 y B1 y B2 son válidas las modalidades precedentes. Para la preparación de una cetona puede variar la secuencia de los pasos A1, A2, B1 y B2, por una parte, y de C, por otra parte. En tal caso, de acuerdo con la invención el paso C puede llevarse a cabo después de los pasos A1, A2, B1 y B2. Sin embargo, asimismo es posible que el paso C se lleve a cabo antes de los pasos A1, A2, B1 y B2. En cada caso, sin embargo, el paso D se lleva a cabo después de los pasos A1, A2, B1 y B2.

25 Fundamentalmente es posible llevar a cabo el paso C antes de los pasos A1, A2, B1 y B2. Aunque asimismo es posible en el contexto de la presente invención que el paso C se lleve a cabo después de los pasos A1, A2, B1 y B2. Por lo tanto, la presente invención también se refiere, en otra modalidad, a un método para la preparación de una cetona tal como se describió arriba, en el que los pasos A1, A2, B1 y B2 se lleven a cabo antes del paso C. Según una modalidad alterna, la presente invención también se refiere a un método para la preparación de una cetona en el cual el paso C se lleva a cabo antes de los pasos A1, A2, B1 y B2.

30 En el contexto de la presente invención asimismo es posible que el método comprenda varios pasos A1 y A2 o varios pasos B1 y B2 o varios pasos C, en cuyo caso el paso C puede llevarse a cabo antes o después de los pasos A1, A2, B1 y B2.

35 La reacción de acuerdo con el paso D puede efectuarse generalmente de acuerdo con todas las versiones de proceso en las que la olefina y la mezcla de gases G-2 que contiene óxido nitroso reaccionan entre sí. Principalmente son posibles tanto las versiones de proceso y procedimientos continuos de la reacción como también la reacción por lotes. Las condiciones de reacción para el paso D de acuerdo con la invención se seleccionan de tal manera que tiene lugar una reacción de la, al menos una, olefina con la mezcla de gases purificada de acuerdo con la invención. La presión y la temperatura se seleccionan de manera correspondiente.

40 En tal caso, la reacción puede realizarse en presencia de un solvente adecuado. Pero de acuerdo con la invención también es posible realizar la reacción según el paso D sin la adición de un solvente.

45 De acuerdo con la invención también es posible que el método comprenda otros pasos para la preparación de una cetona. De esta manera, la mezcla de gases que contiene óxido nitroso puede tratarse, por ejemplo, antes del paso D y después de los pasos A1, A2 y B1 y B2. Un tratamiento posible es, por ejemplo, una modificación de la presión y/o de la temperatura de la mezcla de gases. Otro tratamiento posible es, por ejemplo, la absorción en un solvente de tal modo que pueda emplearse la mezcla de gases absorbida en el paso D. En tal caso, el solvente puede ser cualquier solvente adecuado. El solvente es preferiblemente la olefina que debe oxidarse según el paso D.

Sin embargo, en el contexto de la presente invención también es posible que la mezcla de gases G-2 que contiene óxido nitroso se licúe antes del paso D y después de los pasos A1, A2 y B1 y B2 mediante una elección adecuada de la presión y/o de la temperatura o que se lleve a un estado supercrítico. La mezcla de gases licuada que contiene óxido nitroso puede entonces ponerse directamente en contacto con la olefina según el paso D.

- 5 Por lo tanto, según otra modalidad, la presente invención también se refiere a un método para la preparación de una cetona tal como se describió arriba, en cuyo caso la mezcla de gases empleada en el paso D está licuada.

Fundamentalmente en el paso D del método de la invención pueden emplearse todas las olefinas adecuadas, por ejemplo olefinas con 2 a 18 átomos de C, principalmente olefinas con 5 a 12 átomos de C. Olefinas adecuadas son, por ejemplo, olefinas de cadena abierta o cíclicas, con uno o varios enlaces dobles. Más preferidas son olefinas con uno o varios enlaces dobles, por ejemplo ciclopenteno, ciclohexeno, ciclohepteno, cicloocteno, ciclodeceno, cicloundeceno, ciclododeceno, 1,4-ciclohexadieno, 1,5-ciclooctadieno, 1,5-ciclododecadieno o 1,5,9-ciclododecatrieno.

Como olefina particularmente se prefiere emplear ciclopenteno, ciclododeceno o 1,5,9-ciclododecatrieno. Por lo tanto, en una forma preferida de realización, la presente invención se refiere a un método para la preparación de una cetona tal como se describió arriba, en cuyo caso la olefina se selecciona del grupo que se compone de ciclopenteno, ciclododeceno y 1,5,9-ciclododecatrieno.

A continuación la invención se explica por medio de ejemplos.

## EJEMPLOS

**Ejemplo 1** (ejemplo comparativo, doble absorción / desorción en nitrobenceno):

20 El gas de escape de una planta de ácido nítrico que es operada con gas de escape de una planta de ácido adípico y contiene cerca de 1500 ppm en volumen de NO<sub>x</sub>, primero se libera de óxidos de nitrógeno en una etapa DeNO<sub>x</sub>.

La mezcla de gases G-0 obtenida de esta manera (2 kg/h) se comprime a 25 bar y a 35 °C se absorbe en nitrobenceno en una columna de absorción A1 (diámetro = 80 mm, altura = 1800 mm, llenada con un paquete de malla de alambre (Kühni Rombopak 9M)). El nitrobenceno cargado con N<sub>2</sub>O de A1 se despresuriza a 1,1 bar en un recipiente flash A2, también a 35°C. A través de A1 y A2 se hacen circular 200 kg/h de nitrobenceno en circuito.

La mezcla de gases G-1 obtenida del primer desorbente se comprime de nuevo a 25 bar y a 35 °C se absorbe en nitrobenceno en una segunda columna de absorción B1 (diámetro = 30 mm, altura = 1800 mm, llenada con un paquete de malla metálica (Kühni Rombopak 9M)). El nitrobenceno cargado con N<sub>2</sub>O de B1 se despresuriza luego a 1,1 bar en un recipiente flash B2, también a 35°C. De esto resulta la mezcla de gases G-2. A través de B1 y B2 se hacen circular en un circuito 25 kg/h de nitrobenceno.

Componente	G-0, [% en volumen]	G-1, [% en volumen]	G-2, [% en volumen]
N <sub>2</sub> O	8,1	57,2	86,5
N <sub>2</sub>	86,5	30,2	1,9
CO <sub>2</sub>	1,1	7,1	10,5
H <sub>2</sub> O	0,3	2,6	0,7
O <sub>2</sub>	3,1	1,9	0,2
NO <sub>x</sub>	13 vppm	32 vppm	50 vppm

Debido a la alta concentración de N<sub>2</sub>O en la fase gaseosa en los aparatos B1 y B2 y a la presencia del solvente orgánico combustible nitrobenceno, estos aparatos son críticos desde el punto de vista de seguridad industrial. Para garantizar una operación segura de las etapas B1 y B2 estas tendrían que diseñarse para soportar sin daños una ignición, que no debe excluirse, a choques de presión de 1000 bar.

**Ejemplo 2** (Absorción / desorción en nitrobenzeno y absorción / desorción en agua):

El gas de escape de una planta de ácido nítrico que se opera con gas de escape de una planta de ácido adípico y contiene aproximadamente 1500 ppm en volumen de NOx, primero se libera de óxidos de nitrógeno en una etapa DeNOx.

5 La mezcla de gases G-0 (2 kg/h) obtenida de esta manera se comprime a 25 bar y se absorbe en nitrobenzeno a 35 °C en una columna de absorción igual como en el ejemplo 1. La desorción se efectúa como arriba, a 1,1 bar y 35 °C, con el fin de generar una mezcla de gases G-1 idéntica.

10 La mezcla de gases G-1 se comprime a 25 bar, como arriba, y se absorbe en agua a 35 °C en una columna de absorción B1 (diámetro = 70 mm, altura = 1800 mm, llenada con un paquete de malla metálica). En tal caso se hacen circular en circuito 112 kg/h de agua a través de B1 y B2. El agua cargada con N<sub>2</sub>O de B1 luego se despresuriza a 1,1 bar en un recipiente flash B2, también 35°C. De esto resulta la mezcla de gases G-2.

Componente	G-0, [% en volumen]	G-1, [% en volumen]	G-2, [% en volumen]
N <sub>2</sub> O	8,1	58,0	81,6
N <sub>2</sub>	86,5	29,3	2,0
CO <sub>2</sub>	1,1	7,3	10,7
H <sub>2</sub> O	0,3	2,4	5,3
O <sub>2</sub>	3,1	1,9	0,3
NOx	13 vppm	21 vppm	30 vppm

15 Si se descuenta el contenido de agua la mezcla de gases G-2 tiene una composición muy similar que en el ejemplo 1. Pero como en la segunda etapa de absorción / desorción no está presente un solvente orgánico, las etapas B1 y B2 son fácilmente controlables desde el punto de vista de seguridad industrial. Es suficiente diseñar las plantas para una presión máxima de 30 bar.

Entonces, el método de acuerdo con la invención ofrece una ventaja económica ostensible en forma de inversiones más bajas y aplicaciones menores para la seguridad industrial.

**REIVINDICACIONES**

1. Método para purificar una mezcla de gases G-0 que contiene óxido nitroso, que comprende al menos los siguientes pasos:

A1 Absorción de la mezcla de gases G-0 en un solvente orgánico

5 A2 Desorción de una mezcla de gases G-1 del solvente orgánicos cargado

B1 Absorción de la mezcla de gases G-1 en agua

B2 Desorción de una mezcla de gases G-2 del agua cargada.

10 2. Método según la reivindicación 1, en el que la mezcla de gases que contiene óxido nitroso es el gas de escape de una planta de ácido adípico y/o de una planta de ácido dodecandicarboxílico y/o de una planta de hidroxilamina y/o de una planta de ácido nítrico operada con el gas de escape de una planta de ácido adípico y/o de una planta de ácido dodecandicarboxílico y/o de una planta de hidroxilamina.

3. Método según una de las reivindicaciones 1 o 2, en el cual el solvente orgánico se selecciona del grupo compuesto por tolueno, nitrobenceno, 1,2-diclorobenceno, tetradecano y ftalato de dimetilo.

15 4. Método según una de las reivindicaciones 1 a 3, en el cual la presión durante la absorción de acuerdo con A1 o B1 se encuentra en un rango de 10 a 35 bar.

5. Método según una de las reivindicaciones 1 a 4, en el que los pasos A1 y A2 o los pasos B1 y B2 o los pasos A1 y A2 y los pasos B1 y B2 se realizan en una columna con pared de separación.

20 6. Método según una de las reivindicaciones 1 a 5, en el cual el método comprende adicionalmente el paso C de ajustar el contenido de óxidos de nitrógeno NOx en la mezcla de gases a máximo 0,5 % en volumen, respecto del volumen total de la mezcla de gases.

7. Método según una de las reivindicaciones 1 a 6, en el cual el paso C se lleva a cabo antes de los pasos A1, A2, B1 y B2.

8. Método según una de las reivindicaciones 1 a 7, en el cual se licúa la mezcla de gases G-2 obtenida.