

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 423 311**

51 Int. Cl.:

C01B 21/22 (2006.01)

B01D 53/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.03.2009 E 09727777 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.05.2013 EP 2271584**

54 Título: **Proceso para purificar N₂O**

30 Prioridad:

02.04.2008 EP 08153952

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
19.09.2013

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**RÖSSLER-FEIGEL, BEATRICE;
TELES, JOAQUIM HENRIQUE y
BAUMANN, DIETER**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 423 311 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

Proceso para purificar N₂O

5 La presente invención se refiere un proceso para purificar una mezcla de gases que comprende monóxido de dinitrógeno, que comprende al menos el tratamiento de una mezcla de gas G-0 que comprende monóxido de dinitrógeno para obtener una mezcla de gases G-A, que comprende al menos la absorción de la mezcla de gases G-0 en una mezcla de solventes S-I para obtener una corriente de gas de escape y una composición C-A, y la desorción de una mezcla de gases G-1 de la composición C-A para obtener una mezcla de solventes S-I', una condensación subsiguiente de la mezcla de gases G-A para obtener una composición líquida C-1 que comprende monóxido de dinitrógeno de una mezcla gaseosa G-K, y la mezcla gaseosa G-K se recicla al proceso.

10 En el contexto de la presente invención también es posible que la composición de la mezcla gaseosa G-A corresponda a aquella de la mezcla gaseosa G-1.

Del estado de la técnica se conocen diferentes procesos de producción y proceso de purificación de monóxido de dinitrógeno. También se conoce que el monóxido de dinitrógeno puede emplearse, por ejemplo, como agente de oxidación para olefinas.

15 De esta manera, la WO 98/25698 divulga un proceso para producir monóxido de dinitrógeno mediante oxidación parcial catalítica de NH₃ con oxígeno. En tal caso, según la WO 98/25698 se emplea un catalizador de óxido de manganeso, óxido de bismuto y óxido de aluminio el cual conduce con alta selectividad al monóxido de dinitrógeno. 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 proceso para producir monóxido de dinitrógeno mediante oxidación de amoníaco. En tal caso, la oxidación tiene lugar en presencia de un catalizador de cobre-óxido de manganeso.

De acuerdo con el proceso divulgado en la WO 00/01654 se produce un monóxido de dinitrógeno reduciendo una corriente de gas que contiene NO_x y amoníaco.

25 La oxidación de un compuesto olefínico en un aldehído o en una cetona por medio de monóxido de dinitrógeno se describe, por ejemplo, en la GB 649,680 o en su equivalente US 2,636,898. En ambos documentos se divulga de manera muy general que la oxidación puede efectuarse de manera teórica en presencia de un catalizador adecuado para oxidación.

30 En los nuevos artículos científicos de G. I. Panov et al., "Non-Catalytic Liquid Phase Oxidation of Alkenes with Nitrous Oxide. 1. Oxidation of Cyclohexene to Cyclohexanone" (Oxidación en fase líquida no catalítica de alquenos con óxido nitroso. 1. Oxidación de ciclohexeno en ciclohexanona), 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" (oxidación en fase líquida no catalítica de alquenos con óxido nitroso. 2. Oxidación de ciclopenteno en ciclopentanona), React. Kinet. Catal. Lett. Vol. 77, No. 1 (2002) páginas 197-205 también se describen oxidación este compuestos olefínicos con monóxido de dinitrógeno. Incluso un artículo científico "Liquid Phase Oxidation of Alkenes with Nitrous Oxide to Carbonyl Compounds" (oxidación en fase líquida de alquenos con óxido nitroso en compuestos carbonilo) de E. V. Starokon et al. in Adv. Synth. Catal. 2004, 346, 268 - 274 contiene un estudio mecánico de la oxidación de alquenos con monóxido de dinitrógeno en fase líquida.

40 La síntesis de compuestos carbonilo a partir de alquenos con monóxido de dinitrógeno también se describe en diferentes solicitudes internacionales de patentes. De esta manera, la WO 03/078370 divulga un proceso para producir compuestos carbonilo a partir de alquenos alifáticos con monóxido de dinitrógeno. 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 proceso correspondiente para producir ciclohexanona. De acuerdo con la WO 03/078372 se producen cetonas con 4 a 5 átomos de carbono. De acuerdo con la WO 03/078375 en estas condiciones de proceso se producen cetonas cíclicas a partir de alquenos cíclicos con 7 a 20 átomos de carbono. WO 03/078371 divulga un proceso para la preparación de cetonas sustituidas a partir de alquenos sustituidos. WO 04/000777 divulga un proceso para la conversión de di- y polialquenos con monóxido de dinitrógeno en los correspondientes compuestos carbonilo. La purificación de monóxido de dinitrógeno no se menciona en estos documentos.

45 Asimismo se conoce que las corrientes de gas de escape que contienen monóxido de dinitrógeno pueden emplearse para otras reacciones. El monóxido de dinitrógeno se produce como un subproducto indeseado en diferentes procesos químicos, principalmente en oxidaciones con ácido nítrico y allí, de manera muy particular, en el caso de la oxidación de ciclohexanona y/o ciclohexanol en ácido adípico. Otros ejemplos de procesos en los cuales se produce monóxido de dinitrógeno como un subproducto indeseado son la oxidación de ciclododecanol con ácido nítrico en ácido dodecandicarboxílico y la oxidación parcial de NH₃ en NO.

De esta manera, la WO 2005/030690, la WO 2005/030689 y la WO 2004/096745 divulgan procesos para la oxidación de olefina con monóxido de dinitrógeno, a saber la oxidación de ciclododecatrieno, de ciclododeceno y de ciclohexeno. Todas las tres solicitudes divulgan que además de las otras fuentes de monóxido de dinitrógeno también pueden emplearse corrientes de gas de escape que pueden purificarse, por ejemplo, mediante métodos de destilación, antes de emplearse como agentes de oxidación.

Tanto en la producción de monóxido de dinitrógeno, como también en el uso de corrientes de gas de escape, N_2O se produce primero como una mezcla gaseosa diluida con otros componentes. Estos componentes pueden dividirse en aquellos que actúan como un obstáculo para aplicaciones especiales, y aquellos que se comportan de manera inerte. Para el empleo como agente de oxidación pueden mencionarse como aquellos gases que actúan como un obstáculo, entre otros, NO_x o, por ejemplo, oxígeno (O_2). El término " NO_x ", tal como se entiende en el contexto de la presente invención, se refiere a todos los compuestos N_aO_b , donde a es 1 o 2 y b es un número de 1 a 6, excepto N_2O . En lugar del término " NO_x " en el contexto de la presente invención también se usa el término "óxidos de nitrógeno". Como componentes secundarios obstaculizan tres también pueden mencionarse NH_3 y ácidos orgánicos.

Para aplicaciones especiales es necesario purificar el monóxido de dinitrógeno empleado antes de la reacción. A manera de ejemplo, para el uso de monóxido de dinitrógeno como agentes de oxidación es necesario separar los componentes secundarios obstaculizantes, tales como oxígeno u óxidos de nitrógeno.

Del estado de la técnica son conocidos fundamentalmente los procesos para separar NO_x . A manera de 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 encuentra una reseña.

La solicitud WO 00/73202 describe un método como se puede retirar NO_x y O_2 de una corriente gaseosa que contiene N_2O . El NO_x se retira por medio de reducción catalítica con NH_3 y el oxígeno por medio de reducción catalítica con hidrógeno u otros agentes de reducción. Este método tiene, sin embargo, la desventaja de que el producto se contamina con NH_3 . Sólo es posible una fuerte merma de oxígeno si se acepta una pérdida en N_2O , de por ejemplo 3 a 5% de la cantidad originalmente contenida.

Para aplicaciones especiales puede ser necesario separar también los compuestos inertes ya que pueden ralentizar por dilución la reacción deseada con N_2O . El término "gas inerte", tal como se usa en el contexto de la presente invención, designa un gas que se comporta de manera inerte con respecto a la reacción de N_2O con una olefina, es decir en las condiciones de la reacción de olefinas con N_2O no reacciona con las olefinas ni con N_2O . Como gases inertes pueden mencionarse, por ejemplo, nitrógeno, dióxido de carbono, argón, metano, heptano y propano. Sin embargo, los gases inertes pueden disminuir el rendimiento espacio-tiempo de tal manera que una merma también puede ser ventajosa. Pero asimismo puede ser ventajoso obtener una mezcla gaseosa que contiene todavía gases inertes tales como, por ejemplo, dióxido de carbono y que pueden usarse directamente en otra reacción.

En DE 27 32 267 A1 se divulga, por ejemplo, un proceso para purificar monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso primero se separan óxido de nitrógeno, dióxido de nitrógeno, dióxido de carbono y agua y a continuación se licúa la mezcla gaseosa mediante compresión a 40 hasta 300 bares y enfriamiento a 0 hasta -88 °C. De esta mezcla gaseosa licuada se separa entonces el monóxido de dinitrógeno. Aunque este método logra una purificación y una concentración del N_2O , pero debido a la alta presión requerida (60 bar), a las bajas temperaturas (-85 °C) y a las altas inversiones asociadas con esto es, no obstante, económicamente poco atractivo.

En US 4,177,645 se divulga un proceso para la separación de monóxido de dinitrógeno de las corrientes de gas de escape, el cual comprende asimismo una pre-purificación y una destilación a baja temperatura. La solicitud EP 1 076 217 A1 describe asimismo un método para retirar impurezas con un punto bajo de ebullición de N_2O mediante destilación a baja temperatura.

También US 6,505,482, US 6,370,911 y US 6,387,161 divulgan procesos para la purificación de monóxido de dinitrógeno en los que se realiza respectivamente una destilación a baja temperatura en un equipo especial.

Una destilación a baja temperatura requiere, sin embargo, un gasto alto en aparatos debido a las altas presiones y las bajas temperaturas, lo cual hace que la purificación de monóxido de dinitrógeno con un proceso de este tipo sea complicada y costosa. Particularmente perturbador es en este caso el hecho de que a presión normal el punto de fusión de N_2O se encuentra solamente 3K por debajo del punto de ebullición. Por esto tienen que aplicarse altas presiones.

DE 20 40 219 divulga un proceso de producción para monóxido de dinitrógeno en el que el monóxido de dinitrógeno obtenido se concentra se purifica después de la síntesis. En tal caso, de acuerdo con la DE 20 40 219, primero se prepara monóxido de dinitrógeno mediante oxidación de amoníaco. El monóxido de dinitrógeno preparado se purifica separando los gases oxidados, y se concentran mediante absorción a alta presión, a la cual le sigue una desorción a presión reducida. Los componentes secundarios se retiran, por ejemplo, mediante tratamiento con

solución alcalina en una torre de lavado. Como solvente para la absorción de la mezcla gaseosa se usa agua de acuerdo con la DE 20 40 219.

5 Con el proceso divulgado en la DT 20 40 219 es posible una separación de los diferentes óxidos de nitrógeno aunque el proceso requiere el empleo de grandes cantidades de solvente y/o de altas presiones para la absorción. Simultáneamente es necesaria otra torre de lavado para el proceso de separación de otros componentes obstaculizantes, divulgado de acuerdo con DT 20 40 219.

10 En WO 2006/032502 se divulga un proceso para purificar una mezcla gaseosa que contiene monóxido de nitrógeno, el cual comprende al menos una absorción de la mezcla gaseosa en un solvente orgánico y una desorción subsiguiente de la mezcla gaseosa del solvente orgánico cargado así como el ajuste del contenido de óxidos de nitrógeno NO_x en la mezcla gaseosa a máximo 0,5% en volumen respecto del volumen total de la mezcla gaseosa. En WO 2006/032502 también se divulga que el proceso puede comprender varios pasos de absorción y desorción. En WO 2006/032502 se divulga solamente solventes orgánicos en calidad de medios de absorción.

15 La DE 10 2005 055588.5 se refiere a un proceso para la purificación de una mezcla gaseosa G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno, el cual comprende al menos la absorción de la mezcla gaseosa G-0 en un solvente orgánico, la desorción subsiguiente de una mezcla gaseosa G-1 desde el solvente orgánico cargado, absorción de la mezcla gaseosa G-1 en agua y desorción subsiguiente de una mezcla gaseosa G-2 desde el agua cargada, así como al uso de una mezcla gaseosa purificada que contiene monóxido de dinitrógeno, que puede obtenerse según un proceso de este tipo como agente de oxidación para olefinas.

20 La EP 06 125 807.5 se refiere a un proceso para purificar una mezcla gaseosa que contiene monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso se efectúa una absorción y desorción en mezclas de solventes acuosos a determinados valores de pH.

25 A partir de este estado de la técnica el objetivo fundamental de la presente invención consistió en proporcionar un proceso con el cual pudieran purificarse y concentrarse de manera efectiva y económica corrientes que contienen monóxido de dinitrógeno. El monóxido de dinitrógeno purificados de esta manera se necesita principalmente como agentes de oxidación.

Otro objetivo de la presente invención era proporcionar procesos para producir mezclas gaseosas que pudieran emplearse sin más tratamiento o adición de otros agentes que las vuelvan inertes diferentes de los agentes de oxidación y que no tengan cantidades obstaculizantes de impurezas.

30 De acuerdo con la invención este objetivo se logra mediante un proceso para purificar una mezcla gaseosa que contienen monóxido de dinitrógeno el cual comprende al menos los pasos de

(A) tratamiento de una mezcla gaseosa G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno y se obtiene una mezcla gaseosa G-A, el cual comprende al menos los pasos de

(i) absorción de la mezcla gaseosa G-0 en una mezcla de solventes S-I para obtener una corriente de gas de escape y una composición C-A

35 (ii) desorción de una mezcla gaseosa G-1 desde la composición C-A para obtener una mezcla de solventes S-I'

(B) condensación de la mezcla gaseosa G-A para obtener una composición líquida C-1 que contiene monóxido de dinitrógeno y una mezcla gaseosa G-K,

en cuyo caso la mezcla gaseosa G-K se recicla al tratamiento según el paso (A).

40 En el contexto de la presente invención también es posible que la composición de la mezcla gaseosa G-A corresponda a la de la mezcla gaseosa G-1.

45 El proceso de invención tiene un trío tras la ventaja de que además de los componentes obstaculizantes también pueden separarse parcialmente los componentes inertes. El monóxido de dinitrógeno purificados de acuerdo con la invención se concentra simultáneamente. Mediante el proceso de la invención queda, sin embargo, de dióxido de carbono que actúa con efecto de agente inerte, al menos parcialmente en la composición líquida C-1, de tal manera que la composición líquida C-1 pueden emplearse directamente, de manera industrialmente segura, sin objeciones, como agentes de oxidación sin adicionar otros gases inertes.

De esta manera, con el proceso de la invención es posible proporcionar un agente de oxidación industrialmente seguro, sin objeciones, en calidad de mezcla gaseosa. Simultáneamente se incrementa el rendimiento mediante la condensación parcial y el reciclaje de la mezcla gaseosa G-K.

5 Mediante el régimen del proceso de acuerdo con la invención pueden evitarse altas presiones y/o muy bajas temperaturas al licuar la mezcla gaseosa, ya que mediante el reciclaje de acuerdo con la invención no es imprescindible lograr un alto rendimiento en la condensación.

10 El proceso de acuerdo con la invención comprende un paso (A), el cual comprende los pasos (i) y (ii). De acuerdo con el paso (A), se trata una mezcla gaseosa G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno para obtener una mezcla gaseosa G-A, en cuyo caso el paso (A) comprende al menos los pasos (i) y (ii). De acuerdo con el paso (i) la mezcla gaseosa G-0 se absorbe en una mezcla de solventes S-I para obtener una corriente de gas de escape y una composición C-A. De acuerdo con el paso (ii) se desorbe una mezcla gaseosa G-1 desde la composición C-A para obtener una mezcla de solventes S-I'.

15 En el contexto de la presente invención, la mezcla gaseosa G-0 es una mezcla gaseosa que comprende monóxido de nitrógeno que se purifica mediante el proceso de la invención. La mezcla gaseosa G-0 puede contener otros componentes así como monóxido de dinitrógeno.

De acuerdo con la invención, la mezcla gaseosa G-0 usada, que contiene monóxido de dinitrógeno, puede provenir fundamentalmente de cualquier fuente.

20 El término "mezcla gaseosa", tal como se usa en el contexto de la presente invención, designa una mezclas de dos o más compuestos que se encuentran en estado gaseoso a la presión ambiente y la temperatura ambiente. A temperatura modificada opresión modificada, la mezcla gaseosa también puede estar presente en otro estado de la materia, por ejemplo líquida, y aun así se denomina mezcla gaseosa en el contexto de la presente invención.

En el contexto de la presente invención, la composición de las mezclas gaseosas o de las mezclas gaseosas licuadas, si no se enuncia explícitamente de otra manera, esta especificada en % en volumen. Los datos se refieren a la composición de las mezclas gaseosas a la presión ambiental y a la temperatura ambiental.

25 Fundamentalmente la composición de las mezclas puede determinarse en el contexto de la presente invención de cualquier manera conocida por el especialista. En el contexto de la presente invención, la composición de las mezclas gaseosas se determina preferiblemente mediante cromatografía de gases. Sin embargo, también puede determinarse por medio de espectroscopia UV, espectroscopia IR o por medio de métodos químicos analíticos convencionales.

30 Cuando se emplea una mezcla gaseosa G-0 contenido de monóxido de dinitrógeno es sustancialmente arbitrario en tanto se garantice que sea posible la purificación de acuerdo con la invención.

35 Las mezclas gaseosas que contienen N_2O , las cuales se usan como mezcla gaseosa G-0 para este proceso, tienen por lo regular un contenido de N_2O entre 2 y 80% en volumen de N_2O . Además contiene, por ejemplo, 2 a 21% en volumen de O_2 y hasta 30% en volumen de NO_x como componentes no deseados. Adicionalmente, puede comprender cantidades variables de N_2 , H_2 , CO_2 , CO , H_2O , NH_3 ; también pueden estar contenidos rastros de compuestos orgánicos. Por ejemplo, la mezcla gaseosa G-0 también puede contener 9 a 13% en volumen de N_2 y hasta 5,5% en volumen de NH_3 . En tal caso la suma de los componentes de la mezcla gaseosa G-0 da como resultado 100% en volumen.

40 De acuerdo con una modalidad preferida del proceso de la invención, se emplea una mezcla gaseosa G-0 que contiene al menos 3% en volumen de monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso a su vez se emplean preferiblemente mezclas con un contenido de monóxido de dinitrógeno en el rango de 4 a 60% en volumen, más preferiblemente en el rango de 5 a 25% en volumen y principalmente preferible en el rango de 6 a 18% en volumen.

45 De acuerdo con esta modalidad, la mezcla gaseosa G-0 tienen preferentemente un contenido de N_2O de 6 a 18% en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, 7% en volumen, 8% en volumen, 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.

50 La mezcla gaseosa G-0 tienen, por ejemplo, un contenido de 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 gaseosa G-0 tiene, por ejemplo, un contenido de O_2 de 1 a 10 % en volumen, preferentemente de 2 a 7,5 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, 3,0 a 6 % en volumen. Además, la mezcla gaseosa G-0 puede contener además 50 a 95 % en volumen de 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. En tal caso NO_x

puede estar contenido, por ejemplo, en una cantidad de 0 a 0,2 % en volumen, preferentemente 0,0001 a 0,15 % en volumen, particularmente preferible 0,0005 a 0,1 % en volumen. En tal caso la suma de los componentes de la mezcla gaseosa G-0 da como resultado 100 % en volumen.

5 De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención la mezcla gaseosa G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno es al menos un gas de escape de un proceso químico que contiene monóxido de dinitrógeno. En el contexto de la presente invención también están comprendidas modalidades en las que al menos dos gases de escape que contienen monóxido de dinitrógeno sirven en calidad de mezcla gaseosa que contienen monóxido de dinitrógeno para un único equipo. Asimismo están comprendidas modalidades en las cuales al menos un gas de escape que contiene monóxido de dinitrógeno y al menos otro gas de escape que contienen monóxido de dinitrógeno de al menos otro equipo sirven como mezcla gaseosa que contiene monóxido de dinitrógeno.

Por consiguiente, la presente invención también se refiere a un proceso, tal como se describió previamente, donde la mezcla gaseosa que comprende monóxido de dinitrógeno es al menos un gas de escape que contiene monóxido de dinitrógeno de al menos un proceso industrial.

15 El término "mezcla gaseosa que contiene monóxido de dinitrógeno" en el marco de la presente invención designa tanto modalidades en las cuales el mencionado gas de escape se somete en forma no modificada al proceso de purificación de la invención, como también a modalidades en las cuales al menos uno de los gases de escape mencionados se somete a una modificación.

20 El término "modificación", tal como se usa en este contexto dentro del alcance de la presente invención se refiere a cualquier proceso adecuado por medio del cual se modifica la composición química de una mezcla de gases. Por consiguiente, el término "modificación" comprende, entre otros, modalidades en las cuales se concentra un gas de escape que contienen monóxido de dinitrógeno con respecto al contenido de monóxido de dinitrógeno en al menos un proceso adecuado. Preferentemente, el gas de escape no se somete a ninguna modificación.

De acuerdo con otra modalidad, la composición química de un gas de escape también puede modificarse adicionando monóxido de dinitrógeno puro al escape.

25 La mezcla gaseosa empleada G-0 que contienen N₂O puede ser, por ejemplo, un gas de escape de un proceso industrial. Preferentemente proviene de un gas de escape de una planta para la producción de ácidos carboxílicos mediante oxidación de alcoholes, aldehídos o cetonas con ácido nítrico, por ejemplo de una planta de producción de ácido adípico, una planta de ácido dodecandicarboxílico o de una planta de glioxal, del gas de escape de una planta de ácido nítrico que usa las corrientes de gas de escape mencionadas antes como un reactivo, del gas de escape de una planta para la oxidación parcial de NH₃ o del gas de escape de una planta que usa las mezclas gaseosas generadas aquí, por ejemplo una planta de hidroxilamina.

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

35 De acuerdo con otra modalidad preferida de la presente invención el, al menos uno, gas de escape que contiene monóxido de dinitrógeno proviene de una planta de ácido adípico, una planta de ácido dodecandicarboxílico, una planta de glioxal, una planta de hidroxilamina y/o una planta de ácido nítrico, en cuyo caso esta última opera a su vez preferiblemente con al menos un gas de escape de una planta de ácido adípico, una planta de ácido dodecandicarboxílico o una planta de glioxal.

40 De acuerdo con una modalidad preferida, se emplea una corriente de gas de escape de una planta de ácido adípico en la cual se forman en general 0,8 a 1,0 moles de N₂O mediante oxidación de mezclas de ciclohexanol/ciclohexanona con ácido nítrico por mol de ácido adípico formado. Tal como se describe, por ejemplo, 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 en diferentes concentraciones otros componentes tales como, entre otros, nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono, óxidos de nitrógeno, agua y compuestos orgánicos volátiles.

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

45 Una composición típica, a manera de ejemplo, 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 _x	19 -25
N ₂ O	20 -28
N ₂	30 -40
O ₂	7 -10
CO ₂	2 -3

Componente	Concentraciones / % en peso
H ₂ O	~ 7

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

5 De acuerdo con una modalidad asimismo preferida, se emplea la corriente de gas de escape de una planta de ácido nítrico, la cual se alimenta total o parcialmente un gases de escape que comprenden monóxido de dinitrógeno y óxidos de nitrógeno de otros procesos. En tales plantas de ácido nítrico se absorben óxidos de nitrógeno y se convierten en gran parte en ácido nítrico, mientras que el monóxido de dinitrógeno no se convierte. Por ejemplo, una planta de ácido nítrico de este tipo puede proveerse con óxidos de nitrógeno que se preparan mediante combustión selectiva de amoníaco y con gases de escape de una planta de ácido adípico y/o con gases de escape de una planta de ácido dodecandicarboxílico y/o con gases de escape de una planta de glioxal. Asimismo es posible proveer una planta de ácido nítrico de este tipo solamente con gases de escape de una planta de ácido adípico y/o con gases de escape de una planta de ácido dodecandicarboxílico y/o con gases de escape de una planta de glioxal.

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

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

Componente	Concentraciones / % en peso
NO _x	< 0,1
N ₂ O	4 -36
N ₂	57 -86
O ₂	3 -9
CO ₂	1 -4
H ₂ O	-0,6

20 La corriente de gas de escape de una planta de ácido nítrico puede usarse directamente en el proceso de acuerdo con la invención.

25 De acuerdo con una modalidad asimismo preferida del proceso de la invención, se emplean la corriente de gas escape de una planta de hidroxilamina en la cual, por ejemplo, primero se oxida amoníaco con aire o con oxígeno en NO, en cuyo caso se forman pequeñas cantidades de monóxido de dinitrógeno como subproducto. A continuación se hidrogena NO con hidrógeno para producir hidroxilamina. Puesto que el monóxido de dinitrógeno es inerte en las condiciones de hidrogenación, se acumula en el circuito de hidrógeno. En versiones preferidas del proceso, la corriente de purga de una planta de hidroxilamina contiene monóxido de dinitrógeno en el rango de 9 a 13% en volumen de hidrógeno. Esta corriente de purga puede usarse como tal para la purificación de acuerdo con la invención. Asimismo es posible concentrar esta corriente de una manera adecuada respecto del contenido de monóxido de dinitrógeno, tal como se describe anteriormente.

35 Por consiguiente, la presente invención también se refiere a un proceso tal como se describió previamente, donde la mezcla gaseosa G-0 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 glioxal 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 glioxal.

Asimismo es posible en el contexto del proceso según la invención preparar selectivamente monóxido de dinitrógeno para usarlo en el proceso. Se da preferencia, entre otros, a la preparación a través de la descomposición térmica de NH₄NO₃, tal como esto se describe, por ejemplo, en la US 3,656,899. Asimismo se prefiere la preparación por medio de la oxidación catalítica de amoníaco, tal como se describe, por ejemplo, en la US 5,849,257 o en la WO 98/25698.

40 En la absorción según el paso (i), la mezcla gaseosa G-0 se absorben una mezcla de solventes S-I. En el contexto de la presente invención, puede usarse fundamentalmente cualquier método de absorción conocido al especialista. En tal caso se obtiene una corriente de un gas de escape y una composición C-A. La composición C-A sigue tratándose luego en el paso (ii). En tal caso la mezcla gaseosa G-1 se desorbe de la composición C-A para obtener una mezcla de solventes S-I'.

La mezcla gaseosa G-1 contiene en tal caso de acuerdo con la invención al menos monóxido de dinitrógeno y puede contener otros componentes.

5 De acuerdo con la invención, la mezcla de solventes S-I usada puede ser cualquier mezcla de solventes adecuada conocida al especialista, en tanto garantice que la mezcla gaseosa G-0, principalmente el monóxido de dinitrógeno, se absorba al menos parcialmente.

De acuerdo con el paso (A) se obtiene una mezcla gaseosa G-A que contiene monóxido de dinitrógeno. La mezcla gaseosa G-A puede contener además otros componentes. Si el paso (A) después del paso (ii) no comprende más pasos, la composición de la mezcla gaseosa G-1 es idéntica a la de la mezcla gaseosa G-A.

10 De acuerdo con el paso (B), la mezcla gaseosa G-A obtenida del paso (A) se condensa al menos parcialmente para obtener una composición líquida C-1 que contiene monóxido de dinitrógeno y una mezcla gaseosa G-K. En tal caso, en el contexto de la presente invención, la composición líquida C-A contiene monóxido de dinitrógeno y puede contener otros componentes. La mezcla gaseosa G-K contiene, en el contexto de la presente invención, preferentemente, sólo cantidades bajas de monóxido de dinitrógeno. En el proceso de acuerdo con la invención, después de la condensación en el paso (B), la mezcla gaseosa G-K se recicla al tratamiento en el paso (A).

15 De esta manera, de acuerdo con el proceso de la invención es posible que incluso cantidades pequeñas de monóxido de dinitrógeno, que pueden estar contenidas en la mezcla G-K, se reciclen al proceso a fin de incrementar el rendimiento.

De acuerdo con la invención, el proceso puede comprender más pasos. Por ejemplo, es posible que, en el contexto de la presente invención, se incluyan más pasos entre los pasos (A) y (B).

20 De acuerdo con la invención, el paso (A) también puede comprender otros pasos. Principalmente es posible que el paso (A) comprenda una absorción más de la mezcla gaseosa G-1 en una mezcla de solvente adecuada y una desorción más.

25 Por lo tanto, la presente invención se refiere, en otra modalidad, a un proceso tal como se describió previamente para purificar una mezcla gaseosa que contienen monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso el paso (A) comprende adicionalmente los pasos (iii) y (iv):

(iii) absorción de la mezcla gaseosa G-1 en una mezcla de solventes S-II para obtener una corriente de gas de escape y una composición C-B

(iv) desorción de una mezcla gaseosa G-2 de la composición C-B para obtener una mezcla de solventes S-II'.

30 De acuerdo con la invención, como mezcla de solventes S-II pueden emplearse cualquier mezcla de solventes adecuada, conocida al especialista, en tanto se garantice que la mezcla gaseosa G-1, principalmente monóxido de dinitrógeno, se absorba al menos parcialmente.

Si el paso (A) después del paso (iv) no comprende más pasos, la composición de la mezcla gaseosa G-2 es idéntica a la de la mezcla gaseosa G-A.

35 En el contexto de la presente invención también es posible que el paso (A), además de los pasos (i) y (ii) o además de los pasos (i), (ii), (iii) y (iv) comprenda otros pasos, incluso otras absorciones y desorciones.

De esta manera, en el contexto de la presente invención es posible que el proceso comprenda varios pasos (i) y (ii) o varios pasos (iii) y (iv).

40 Por lo tanto, la presente invención se refiere, de acuerdo con otra modalidad, a un proceso tal como se describió previamente para la purificación de la mezcla gaseosa que contiene monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso el paso (A) comprende más pasos.

45 Tal como se describió previamente, la mezcla gaseosa G-K obtenida de acuerdo con el paso (B) se recicla al paso (A) del proceso de acuerdo con la invención. En tal caso, en el contexto de la presente invención, la mezcla gaseosa G-K se mezcla con otra mezcla gaseosa. En tal caso, la mezcla gaseosa G-K se recicla preferentemente al paso (A) de tal manera que sea posible una recuperación del monóxido de dinitrógeno contenido opcionalmente en la mezcla gaseosa G-K. Por lo tanto, en el contexto de la presente invención se prefiere la mezcla gaseosa G-K se mezcle con una mezcla gaseosa que se introduce a una absorción, principalmente con la mezcla gaseosa G-0 o la mezcla gaseosa G-1. De esta manera, en el contexto de la presente invención se prefiere reciclar la mezcla gaseosa G-K al paso (i) o al paso (iii) del paso (A).

Por lo tanto, la presente invención se refiere, en otra modalidad, a un proceso tal como el descrito previamente para purificar una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso la mezcla gaseosa G-K se recicla al paso (i) o al paso (iii) del paso (A).

5 El proceso de acuerdo con la invención comprende, de acuerdo con el paso (A), al menos los pasos (i) y (ii) y de acuerdo a otra modalidad también los pasos (iii) y (iv), en cuyo caso se emplean las mezclas de solventes S-I y S-II.

De acuerdo con la invención, en calidad de mezcla de solventes S-I y o S-II también pueden emplearse mezclas de solventes adecuadas, conocidas por el especialista, en tanto se garantice que se absorba principalmente monóxido de dinitrógeno.

10 Las mezclas de solventes S-I y S-II adecuadas para la absorción de acuerdo con el paso (i) o (iii) son aquellas que tienen una mejor solubilidad para N_2O y preferentemente también CO_2 como componente inerte, que para los componentes no deseados de gas reactante G-0 que ingresa.

15 De acuerdo con la invención, como mezcla de solventes S-I y/o S-II pueden emplearse solventes orgánicos o mezclas de solventes acuosos. Por lo tanto, la presente invención se refiere, de acuerdo a otra modalidad, a un proceso tal como el descrito previamente, para la purificación de la mezcla gaseosa que contiene monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso la mezcla de solventes S-I o la mezcla de solventes S-II o la mezcla de solventes S-I y la mezcla de solventes S-II se selecciona del grupo constituido por solventes orgánicos y mezclas de solventes acuosos.

20 Como solventes orgánicos pueden emplearse todos los solventes en los que la proporción entre la solubilidad de N_2O (en mol/mol de solvente) y la solubilidad de los componentes secundarios no deseados en las condiciones reinantes en el absorbente (esta proporción se denomina de aquí en adelante γ) es de al menos 5. Esta proporción puede determinarse para cada uno de los componentes individuales contenidos en la mezcla gaseosa. Los solventes orgánicos preferidos vienen, por ejemplo, a 30 °C un valor γ_{O_2} de 6 a 30, preferible de 9 a 25 y un valor γ_{N_2} de mayor a 10, preferible mayor a 15, principalmente mayor a 20.

25 Ejemplos de solventes orgánicos adecuados son hidrocarburos alifáticos, preferiblemente con al menos 5 átomos de carbono, más preferiblemente con al menos 8 átomos de carbono, hidrocarburos aromáticos sustituidos o no sustituidos, ésteres, éteres, amidas, lactonas, lactamas, nitrilos, haluros de alquilo, olefinas o mezclas de estos solventes.

30 Muy particularmente se prefieren de acuerdo con la invención solventes orgánicos 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.

35 Además, los solventes adecuados de acuerdo con la invención tienen simultáneamente una buena solubilidad para monóxido de dinitrógeno. La solubilidad se indica mediante 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, HN_2O), es decir un valor pequeño significa una alta solubilidad del monóxido de dinitrógeno en el solvente. Preferentemente esta proporción para un solvente orgánico empleado principalmente en el primer paso es, a 30 °C, menos a 1000, más preferible menor a 750, particularmente preferible menor a 500, principalmente menor a 150.

40 Solventes orgánicos adecuados son, entre otros, N-metilpirrolidona, dimetilformamida, dimetilsulfóxido, carbonato de propileno, sulfolano, N,N-dimetilacetamida o ciclopentano. En el contexto de la presente invención particularmente se prefieren, por ejemplo, tolueno, nitrobenzono, 1,2-diclorobenceno, tetradecano, por ejemplo una mezcla industrial de hidrocarburos saturados de manera preponderante con 14 átomos de carbono y ésteres dimetílicos de ácido ftálico.

45 Por lo tanto, la presente invención se refiere, en otra modalidad, a un proceso para purificar una mezcla gaseosa que comprende monóxido de dinitrógeno, tal como se ha descrito previamente, en cuyo caso el solvente orgánico se selecciona del grupo constituido por tolueno, nitrobenzono, 1,2-diclorobenceno, tetradecano y éster dimetílico de ácido ftálico.

50 De acuerdo con la invención también es posible emplear como mezcla de solventes S-I y/o S-II mezclas de solventes acuosos. En tal caso, para la aptitud de las mezclas de solventes para el proceso de acuerdo con la invención son válidas fundamentalmente las explicaciones dadas previamente. Como mezcla de solventes S-I y/o S-II pueden emplearse en principalmente mezclas de solventes que contienen al menos 50% en peso de agua respecto de toda la mezcla de solventes. En el contexto de la presente invención también es posible que el valor de pH de la mezcla de solventes empleada se ajuste en un rango determinado. Un valor de pH adecuado hará una mezcla de solventes acuosa se encuentra de acuerdo con la invención, por ejemplo, en el rango de 2,0 a 8,0. En tal

caso, de acuerdo con la invención también es posible que varíe el valor de pH de las mezclas de solventes empleadas en los pasos individuales de absorción S-I o S-II.

5 En el contexto de esta solicitud, el valor de pH se mide con un electrodo de vidrio disponibles comercialmente, el cual ácido calibrado previamente con un amortiguador de pH que tiene un valor de pH conocido. Todos los datos de valores de pH se refieren a una medición con un electrodo de video calibrado y compensado para la temperatura. Si la temperatura de calibración se desvía de la temperatura medición se usa una compensación de temperatura. Esta definición y este procedimiento corresponden a la recomendación de IUPAC válida en la actualidad (R.P.Buck et al., Pure Appl. Chem. (2002) 74(11), páginas 2169-2200 y principalmente la sección 11 de allí).

10 El agua tiene una alta selectividad para los componentes deseados, principalmente monóxido de dinitrógeno y dióxido de carbono. Simultáneamente, la solubilidad absoluta de monóxido de dinitrógeno en el agua es suficiente para alcanzar una concentración adicional. En tal caso, el agua como solvente tiene la ventaja de que incluso a presión, en presencia de monóxido de dinitrógeno concentrado, no se presentan problemas de seguridad industrial. Simultáneamente, no puede presentarse una contaminación de la mezcla gaseosa G-2 con un solvente orgánico que hicieran necesarios pasos adicionales de purificación.

15 De acuerdo con la invención, tanto la mezcla de solventes S-I como también S-II pueden ser una mezcla de solventes orgánica o una mezcla de solventes acuosa. De acuerdo con la invención es posible que como mezcla de solventes S-I se emplee un solvente orgánico y como mezcla de solventes S-II se emplee una mezcla de solventes acuosa. Asimismo es posible que como mezcla de solventes S-I se emplee una mezcla de solventes acuosa y como mezcla de solventes S-II se emplee un solvente orgánico. En el marco de la presente invención se prefiere que tanto
20 la mezcla de solventes S-I como también la mezcla de solventes S-II sea una mezcla de solventes acuosa.

Además se prefiere que si se emplea como mezcla de solventes S-I y/o S-II una mezcla de solventes acuosa, el valor de pH de la mezcla de solventes acuosa se ajuste en un rango determinado.

25 Seleccionando de acuerdo con la invención el valor de pH de la mezcla de solventes S-I y la mezcla de solventes S-II se logra una merma casi completa de NO_x . De esta manera se vuelve superflua una separación aparte de NO_x , por ejemplo mediante DeNO_x o SCR-DeNO_x . De esta manera en el proceso de acuerdo con la invención, por ejemplo, no existe un riesgo de contaminación de la corriente del producto con NH_3 el cual se usa como un agente reductor para la etapa de DeNO_x .

30 Mediante la selección selectiva preferida de acuerdo con la invención del valor de pH de la mezcla de solventes S-I y de la mezcla de solventes S-II pueden lograrse principalmente una buena merma de NO_x con sólo una modificación mínima del contenido de dióxido de carbono.

35 Las mezclas de solventes S-I y S-II empleadas de acuerdo con la invención tienen en el valor de pH preferido de acuerdo con la invención una alta selectividad por los componentes deseados, principalmente monóxido de dinitrógeno y dióxido de carbono. Simultáneamente, la solubilidad absoluta de monóxido de dinitrógeno en la mezcla de solventes S-I o S-II empleada de acuerdo con la invención es suficiente para lograr una concentración. En tal caso, la mezcla de solventes S-I o S-II empleada de acuerdo con la invención tiene la ventaja de que incluso bajo presión, en presencia de monóxido de dinitrógeno concentrado, no se presentan problemas de seguridad industrial.

40 De acuerdo con la invención, el valor de pH de la mezcla de solventes acuosa durante la absorción puede encontrarse en el rango de 3,5 a 8,0. A este valor de pH de acuerdo con la invención se efectúa una buena absorción del monóxido de nitrógeno y dióxido de carbono en la mezcla de solventes, en cuyo caso no se absorben, o se absorben poco, otros gases que pueden estar contenidos en la mezcla gaseosa G-0. El valor de pH se encuentra preferiblemente en un rango de 5,0 a 7,5, particularmente preferible en un rango de 6,0 a 7,0.

45 En tal caso, de acuerdo con la invención el valor de pH se mide antes o durante la puesta en contacto de la mezcla gaseosa con la mezcla de solventes acuosa y luego el valor de pH se ajusta tomando medidas adecuadas, por ejemplo. Asimismo es posible de acuerdo con la invención que no se tomen medidas necesarias para ajustar el valor de pH.

El valor de pH puede acostarse fundamentalmente de acuerdo con la invención mediante cualquier medida conocida por el especialista. Las medidas adecuadas para ajustar el valor de pH son, por ejemplo, la adición de un ácido o de una lejía o la adición de más solvente.

50 El valor de pH de la mezcla de solventes acuosa se mire, por ejemplo, antes o después de la absorción y el valor de pH se ajusta en el rango de acuerdo con la invención por medio de medidas adecuadas. La medición del valor de pH puede efectuarse en tal caso de acuerdo con la invención de modo continuo o discontinuo.

- 5 Si se ajusta el valor de pH de la mezcla de solventes S-I y de la mezcla de solventes S-II, los valores de pH de la mezcla de solventes S-I y la mezcla de solventes S-II pueden ajustarse independientemente entre sí. De acuerdo con la invención también es posible que solamente se ajuste el valor de pH de la mezcla de solventes S-I o de la mezcla de solventes S-II. Sin embargo, de acuerdo con la invención los valores de la mezcla de solventes S-I y de la mezcla de solventes S-II también pueden ajustarse en el mismo rango.
- 10 En el contexto de la presente invención, por una mezcla de solventes acuosa se entiende una mezcla de solventes que contiene al menos 50% en peso de agua, por ejemplo 50 a 100% en peso de agua, preferentemente al menos 60% en peso de agua, principalmente al menos 70% en peso de agua, particularmente preferible al menos 80% en peso de agua, por ejemplo al menos 90% en peso de agua. La mezcla de solventes acuosa contiene preferentemente al menos 90% en peso de agua, cada caso respecto de toda la mezcla de solventes acuosa.
- 15 Por lo tanto, la presente invención también se refiere a un proceso, tal como el descrito previamente, para purificar una mezcla gaseosa G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso la mezcla de solventes S-I o la mezcla de solventes S-II o la mezcla de solventes S-I y la mezcla de solventes S-II contiene al menos 90% en peso de agua, cada caso respecto de toda la mezcla de solventes.
- 20 De acuerdo con la invención, la mezcla de solventes acuosa puede contener, además de agua, también otros solventes polares, miscibles con agua, por ejemplo glicoles. Además, la mezcla de solventes acuosa puede contener, además de agua, también sales disueltas, por ejemplo sales de los metales alcalinos o alcalinotérreos, principalmente hidróxidos, hidrogenocarbonatos, carbonatos, nitratos, nitritos, sulfatos, hidrogenofosfatos o fosfatos.
- 25 De acuerdo con la invención, el contenido de sales en la mezcla de solventes acuosa es menor a 5% en peso, preferiblemente menor a 2,5% en peso, particularmente preferible menor a 2,0% en peso. El contenido de sales en la mezcla de solventes acuosa es, por ejemplo, de 0,0001 a 5 % en peso, preferible de 0,001 a 2,5 % en peso, principalmente de 0,01 a 2,0 % en peso.
- De acuerdo con la invención, el contenido de sales en la mezcla de solventes acuosa se controla preferentemente reemplazando de manera continua o discontinua una parte de la mezcla de solventes cargada con sales por una cantidad adaptada de manera correspondiente de la mezcla de solventes recién hecha.
- 30 De acuerdo con la invención, el valor de pH de la mezcla de solventes acuosa puede acostarse por medio de cualquier método conocido por el especialista. El valor de pH puede acostarse principalmente adicionando una base a la mezcla de solventes acuosa.
- En teoría, como base pueden emplearse cualquier compuesto imaginable cuyo valor de pH sea $> 8,0$ como una solución al 1% en peso en agua. De acuerdo con la invención se prefiere emplear bases inorgánicas fuertes, principalmente hidróxidos, carbonatos, hidrogenocarbonatos o fosfatos de metales alcalinos o alcalinotérreos. Particularmente se emplean preferiblemente NaOH, KOH, Na_2CO_3 , NaHCO_3 , Na_3PO_4 , K_3PO_4 . Más preferible es el empleo de las bases en forma de una solución acuosa concentrada.
- 35 En el contexto de la presente invención, rango de concentración adecuados son, por ejemplo, soluciones acuosas al 10 a 60%, preferiblemente soluciones acuosas al 20 a 55%, particularmente preferible soluciones acuosas al 25 a 50%, por ejemplo soluciones acuosas al 30%, soluciones acuosas a 35%, soluciones acuosas al 40%, soluciones acuosas al 45%, o soluciones acuosas al 50%.
- De acuerdo con la invención, particularmente se prefiere el empleo de una solución acuosa de NaOH como base.
- 40 De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención, como base se emplea una solución acuosa de NaOH al 25 a 50 %.
- A manera de ejemplo, el valor de pH de la mezcla de solventes acuosa se ajusta adicionando una base seleccionado del grupo constituido por hidróxidos de metal alcalino, carbonatos de metal alcalino, hidrogenocarbonatos de metal alcalino, fosfato de metal alcalino, hidróxidos de metal alcalinotérreo, carbonatos de metal alcalinotérreo, hidrogenocarbonatos de metal alcalinotérreo y fosfatos de metal alcalinotérreo.
- 45 De acuerdo con el paso (i) según la invención se efectúa al menos parcialmente una absorción de la mezcla gaseosa G-0 en una mezcla de solventes S-I, en cuyo caso se obtiene una composición C-A y una corriente de gas de escape mermada de gases absorbidos.
- En el contexto de la presente invención, por una corriente de gas de escape mermada se entiende una corriente de gas que contienen gases no absorbidos durante la absorción en la mezcla de solventes S-I o S-II.
- 50 La composición C-A comprende la mezcla de solventes S-I y los gases allí absorbidos.

Como mezcla de solventes S-I se emplea agua, la composición C-A contiene, por ejemplo, 90,0 a 99,9999 % en peso de agua, principalmente 95,0 a 99,999 % en peso, preferiblemente 98,0 a 99,99 % en peso de agua; por ejemplo 0,01 a 0,25 % en peso de monóxido de dinitrógeno, principalmente 0,05 a 0,2 % en peso, preferiblemente 0,1 a 0,15 % en peso de monóxido de dinitrógeno; por ejemplo 0,0001 a 0,1 % en peso de dióxido de carbono, principalmente 0,001 a 0,05 % en peso de dióxido de carbono; por ejemplo 0,0001 a 0,1 % en peso de nitrógeno, principalmente 0,001 a 0,05 % en peso de nitrógeno; por ejemplo 0,05 a 1,5 % en peso de nitrito de sodio, principalmente 0,1 a 1,0 % en peso, preferiblemente 0,25 a 0,75 % en peso de nitrito de sodio; por ejemplo 0,05 a 1,5 % en peso de nitrato de sodio, principalmente 0,1 a 1,0 % en peso, preferiblemente 0,25 a 0,75 % en peso de nitrato de sodio; por ejemplo 0,0001 a 0,1 % en peso de hidrogenocarbonato de sodio, principalmente 0,001 a 0,05 % en peso de hidrogenocarbonato de sodio; así como rastros de oxígeno y argón. En tal caso la suma de los componentes de la composición C-A da como resultado 100 % en peso.

De acuerdo con la invención, la corriente de gas de escape mermada contiene, por ejemplo, 0,1 a 2,0 % en volumen de argón, principalmente 0,25 a 1,5 % en volumen, preferiblemente 0,5 a 1,0 % en volumen de argón; por ejemplo 1,0 a 10 % en volumen de oxígeno, principalmente 2,5 a 7,5 % en volumen, preferible 4,0 a 6,0 % en volumen de oxígeno; por ejemplo 1,0 a 10 % en volumen de monóxido de dinitrógeno, principalmente 2,5 a 7,5 % en volumen, preferible 4,0 a 6,0 % en volumen de monóxido de dinitrógeno; por ejemplo 70 a 99,9 % en volumen de nitrógeno, principalmente 75 a 95 % en volumen, preferible 80 a 90 % en volumen de nitrógeno; por ejemplo 0,01 a 0,5 % en volumen Monóxido de carbono, principalmente 0,05 a 0,25 % en volumen, preferible 0,08 a 0,1 % en volumen de monóxido de carbono; por ejemplo 0,1 a 1,5 % en volumen de dióxido de carbono, principalmente 0,25 a 1,0 % en volumen, preferible 0,5 a 0,75 % en volumen de dióxido de carbono; por ejemplo 0,1 a 1,5 % en volumen de agua, principalmente 0,25 a 1,0 % en volumen, preferible 0,5 a 0,75 % en volumen de agua. En tal caso, la suma de los componentes de la corriente de gas de escape da como resultado 100 % en volumen.

El paso (i) del proceso de la invención se realizan preferentemente de manera continua. En el contexto de la presente invención esto significa que la mezcla de solventes S-I y la mezcla de gases G-0 continuamente entran en contacto, en cuyo caso la composición C-A y la corriente de gas de escape mermada se forman continuamente.

Durante la absorción según el paso (i) de acuerdo con la invención se absorben preferentemente monóxido de dinitrógeno y dióxido de carbono. De acuerdo con la invención, también pueden absorberse, por ejemplo, nitrógeno, oxígeno y argón. Según el paso (i) también se absorben óxidos de nitrógeno NO_x.

El proceso de acuerdo con la invención comprende además un paso (ii) en el que una mezcla gaseosa G-1 se desorbe de la composición C-A para obtener una mezcla de solventes S-I'.

El en tal caso, de acuerdo con el paso (ii) preferentemente se desorbe monóxido de dinitrógeno y dióxido de carbono de la composición C-A.

La mezcla de solventes S-I' contiene, además de la mezcla de solventes empleada S-I, además gases y productos de conversión no desorbidos.

Por ejemplo, para el caso en el cual en el proceso de la invención se emplea como mezcla de solventes S-I con un valor de pH ajustado determinado y el valor de pH se ajusta adicionando una lejía, principalmente una lejía de hidróxido de sodio, la mezcla de solventes S-I' contiene de acuerdo con la invención, por ejemplo, 90,0 a 99,9999 % en peso de agua, principalmente 95,0 a 99,999 % en peso, preferible 98,0 a 99,99 % en peso de agua; por ejemplo 0,001 a 0,1 % en peso de monóxido de dinitrógeno, por ejemplo 0,05 a 1,5 % en peso de nitrito de sodio, principalmente 0,1 a 1,0 % en peso, preferible 0,25 a 0,75 % en peso de nitrito de sodio; por ejemplo 0,05 a 1,5 % en peso de nitrato de sodio, principalmente 0,1 a 1,0 % en peso, preferible 0,25 a 0,75 % en peso de nitrato de sodio; por ejemplo 0,0001 a 0,1 % en peso de hidrogenocarbonato de sodio, principalmente 0,001 a 0,05 % en peso hidrogenocarbonato de sodio. La mezcla de solventes S-I' también puede contener, además, otros compuestos. En tal caso, la suma de los componentes de la mezcla de solventes S-I' da como resultado 100% en peso.

En el contexto de la presente invención la mezcla gaseosa G-1 tiene, por ejemplo, un contenido de N₂O de 40 a 80 % en volumen, preferentemente de 45 a 75 % en volumen, principalmente de 50 a 65 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, 51 % en volumen, 52 % en volumen, 53 % en volumen, 54 % en volumen, 55 % en volumen, 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 o 65 % en volumen.

La mezcla gaseosa G-1 tiene, por ejemplo, un contenido de CO₂ de 5 a 15 % en volumen, preferentemente de 6 a 12 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, de 7 % en volumen, 9 % en volumen, 10 % en volumen o 11 % en volumen. Simultáneamente, la mezcla gaseosa G-1 tiene, por ejemplo, un contenido de O₂ de 1,0 a 4,0 % en volumen, preferentemente de 1,5 a 3,5 % en volumen, particularmente preferible 2,5 a 3,1 % en volumen, por ejemplo 2,6 % en volumen, 2,7 % en volumen, 2,8 % en volumen, 2,9 % en volumen o 3,0 % en volumen. Además, la mezcla gaseosa G-1 puede contener además 20 a 40 % en volumen de N₂, preferentemente 20 a 35 % en

- volumen, así como otros componentes, por ejemplo óxidos de nitrógeno. NO_x puede estar contenido en tal caso, por ejemplo, en una cantidad de 0 a 0,1 % en volumen, preferentemente 0,0001 a 0,01 % en volumen, particularmente preferible 0,0002 a 0,05 % en volumen. En tal caso, la suma de los componentes de la mezcla gaseosa G-1 da como resultado 100 % en volumen. La mezcla gaseosa G-1 puede contener, además, 0 a 10 % en volumen de agua, principalmente 2 a 8 % en volumen, preferible 4 a 6 % en volumen de agua.
- De acuerdo con la invención, el paso (A) puede comprender otros pasos, principalmente otra absorción y otra desorción en un solvente adecuado según los pasos (iii) y (iv). Según los pasos (iii) y (iv) se efectúa una absorción de la mezcla gaseosa G-1 en una mezcla de solventes S-II adecuada y una desorción subsiguiente de la mezcla de gases G-2.
- El proceso de la invención puede tener además un paso (iii) y un paso (iv).
- En el caso de la absorción según el paso (iii) de acuerdo con la invención se efectúa una absorción en una mezcla de solventes S-II en cuyo caso se obtiene una composición C-B y una corriente de gas de escape mermada de gases absorbidos.
- La composición C-B comprende la mezcla de solventes S-II y los gases allí absorbidos.
- Si se emplea agua como mezcla de solventes S-II, la composición C-B contiene, por ejemplo, 90,0 a 99,9999 % en peso de agua, principalmente 95,0 a 99,999 % en peso, preferible 98,0 a 99,99 % en peso de agua; por ejemplo 0,01 a 2,5 % en peso de monóxido de dinitrógeno, principalmente 0,1 a 1,5 % en peso, preferible 0,5 a 1,0 % en peso de monóxido de dinitrógeno; por ejemplo 0,001 a 0,5 % en peso de dióxido de carbono, principalmente 0,01 a 0,25 % en peso de dióxido de carbono; por ejemplo 0,0001 a 0,1 % en peso de nitrógeno, principalmente 0,001 a 0,05 % en peso de nitrógeno; así como rastros de oxígeno y argón. En tal caso la suma de los componentes de la composición C-B da como resultado 100 % en peso.
- El paso (III) del proceso según la invención se realiza de manera continua. Esto significa en el contexto de la presente invención que la mezcla de solventes S-II y la mezcla gaseosa G-1 entran en contacto continuamente, en cuyo caso se forman continuamente la composición C-B y la corriente de gas de escape mermada.
- Los pasos (i) y (iii) del proceso de la invención se realiza preferiblemente de manera continua.
- De acuerdo con la invención, durante la absorción según el paso (iii) preferentemente se absorben monóxido de dinitrógeno y dióxido de carbono. Los óxidos de nitrógeno NO_x que permanecen en la mezcla gaseosa se absorben según el paso (iii).
- De la corriente de gas entrante se absorben en el paso (iii) de acuerdo con la invención preferentemente 60 a 80 %.
- El proceso de acuerdo con la invención comprende preferentemente además paso (iv) en el cual se desorbe una mezcla gaseosa G-2 de la composición C-B para obtener una mezcla de solventes S-II'.
- En tal caso, de acuerdo con el paso (iv), preferentemente se desorbe monóxido de dinitrógeno y dióxido de carbono de la composición C-B.
- La mezcla de solventes S-II' contiene, además de la mezcla de solventes S-II empleada, además gases y productos de conversión no desorbidos.
- La mezcla gaseosa G-2 obtenida contiene al menos 50 % en volumen de N_2O , particularmente preferible al menos 60 % en volumen de N_2O y muy particularmente preferible al menos 75 % en volumen de N_2O . La mezcla gaseosa G-2 contiene usualmente hasta 99 % en volumen de N_2O , principalmente hasta 97 % en volumen de N_2O , por ejemplo hasta 96 % en volumen de N_2O , hasta 95 % en volumen de N_2O , hasta 94 % en volumen N_2O , hasta 93 % en volumen de N_2O , hasta 92 % en volumen de N_2O , hasta 91 % en volumen de N_2O , hasta 90 % en volumen de N_2O o incluso hasta 85 % en volumen de N_2O .
- En el contexto de la presente invención, la mezcla gaseosa G-2 tiene, por ejemplo, un contenido de N_2O de 60 a 95 % en volumen, preferentemente de 70 a 90 % en volumen, principalmente de 75 a 85 % en volumen, particularmente preferible, 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 gaseosa 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 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. La mezcla

- 5 gaseosa G-2 tiene, por ejemplo, un contenido de O₂ de 0,01 a 5,0 % en volumen, preferentemente de 0,1 a 2,5 % en volumen, particularmente preferible por ejemplo 0,2 a 1,0 % en volumen. Además, la mezcla gaseosa G-2 puede contener 0,1 a 10 % en volumen de N₂, preferentemente 0,5 a 5 % en volumen, así como otros componentes, por ejemplo óxidos de nitrógeno o residuos de solventes. La mezcla gaseosa G-2 contiene simultáneamente menos de 1 % en volumen de O₂, principalmente menos de 0,5 % en volumen de O₂, menos de 0,5 % en volumen de NO_x. NO_x puede estar contenido en tal caso, por ejemplo, en una cantidad de 0 a 0,1 % en volumen, preferentemente 0,0001 a 0,01 % en volumen, particularmente preferible 0,0002 a 0,02 % en volumen. En tal caso la suma de los componentes de la mezcla de gases G-2 da como resultado 100 % en volumen.
- 10 Si el paso (A) después del paso (iv) no comprende más pasos, la composición de la mezcla gaseosa G-A corresponde a la composición de la mezcla gaseosa G-2.
- De acuerdo con una modalidad preferida del proceso de la invención, tanto la mezcla de solventes S-I' como también la mezcla de solventes S-II' pueden reciclarse, al menos parcialmente, al proceso de la invención.
- 15 En tal caso es posible el acuerdo con la invención que la mezcla de solventes S-I' y/o la mezcla de solventes S-II' se reciclen al menos parcialmente como mezcla de solventes S-I o S-II al proceso de la invención. De acuerdo con la invención, la mezcla de solventes S-I' y/o la mezcla de solventes S-II' pueden tratarse principalmente, antes de introducirse de nuevo como mezcla de solventes S-I o S-II al proceso.
- Principalmente, de acuerdo con la invención también es posible que solamente una parte de la mezcla de solventes S-I' y/o S-II' se introduzca de nuevo al proceso y se reemplace, por ejemplo, con agua u otro solvente a fin de emplearla de nuevo luego como mezcla de solventes S-I y/o S-II en el proceso.
- 20 La absorción de acuerdo con el paso (i) o (iii) del proceso de la invención puede efectuarse fundamentalmente según todos los métodos conocidos por el especialista. Principalmente, la absorción en la mezcla de solventes puede provocarse incrementando la presión del gas reactante o disminuyendo la temperatura de la mezcla de solventes o mediante una combinación de las medidas mencionadas.
- 25 Preferentemente, en el paso (i) o (iii) del proceso de acuerdo con la invención primero se comprime la mezcla gaseosa, por ejemplo a una presión de 10 a 35 bares, preferiblemente de 13 a 30 bares, con preferencia de 14 a 25 bares. A continuación, la mezcla gaseosa comprimida, preferentemente a esta presión, entra en contacto con la mezcla de solventes S-I según el paso (i) o la mezcla de solventes S-II según el paso (iii).
- 30 Por lo tanto, la presente invención también se refiere a un proceso, tal como el descrito anteriormente, para purificar una mezcla gaseosa G-0 que contienen monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso la presión durante la absorción según el paso (i) o (iii) o (i) y (iii) se encuentra en un rango de 10 a 35 bares.
- La absorción de acuerdo con el paso (i) y el paso (iii) se efectúa de acuerdo con la invención en equipos (absorbentes), en los cuales se genera un área interfacial gas-líquido, a través de la cual se hace posible una transferencia de masa y de calor entre las fases, y las cuales, en caso de necesidad, están provistas con equipos internos o externos para proporcionar calor y/o disipar calor.
- 35 Las fases dentro del absorbente pueden conducirse en co-corriente, en contracorriente, o en una combinación de las mismas.
- De acuerdo con la invención, la absorción puede efectuarse en una o más etapas, preferible en una etapa. En la absorción, el absorbente usado es preferiblemente un dispositivo con varios platos teóricos, principalmente 2 a 8 platos teóricos, particularmente preferible 3 a 6.
- 40 Las posibles modalidades del absorbente son en cada caso columnas con bandejas, por ejemplo bandejas de platos de burbujas o platos de tamices, columnas con componentes internos estructurados tales como, por ejemplo, paquetes, columnas con componentes internos no estructurados tales como, por ejemplo, cuerpos de relleno o aparatos en los cuales la fase líquida se encuentra dispersa, por ejemplo como resultado de asperger en boquillas, o una combinación de los mencionados.
- 45 La desorción de la mezcla gaseosa G-1 o G-2 de la composición C-A o de la composición C-B según el paso (ii) o (iv) del proceso de acuerdo con la invención puede provocarse reduciendo la presión sobre la mezcla de solventes, incrementando la temperatura de la mezcla de solventes o separando con vapor de solvente o una combinación de las mencionadas.
- 50 Los requisitos para los equipos (desorbente) para la desorción de la mezcla gaseosa G-1 o G-2 de la composición C-A o de la composición C-B, así como la conducción de las fases, son análogas a aquellos en el absorbente; es decir, son adecuados aquellos equipos en los que se genera una superficie de interface gas-líquido, a través de la

cual se hace posible una transferencia de masa y calor entre las fases, y las cuales se proveen, en caso de necesidad, con equipos internos o externos para proporcionar calor y/o disipar calor.

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

Las modalidades posibles del desorbente son un recipiente sencillo (de despresurización) y columnas.

5 Una modalidad preferida de la presente invención en la cual la absorción, es decir la puesta en contacto con la mezcla de solventes, y la desorción están combinadas en un aparato, por ejemplo la columna de pared divisoria. En tal caso, la puesta en contacto y la absorción y la desorción enlazadas con esta son operadas a contracorriente en varias etapas variando la temperatura, combinadas con un agotamiento mediante vapor de solvente. En tal caso, tanto según (i) y (ii), como también según (iii) y (iv) se efectúa una combinación de la absorción y la desorción en un
10 aparato, principalmente en una columna de pared divisoria.

En una modalidad preferida, la presente invención se refiere, por lo tanto, a un proceso tal como el descrito previamente donde los pasos (i) y (ii) o los pasos (iii) y (iv) o los pasos (i) y (ii) y los pasos (iii) y (iv) se realizan en una columna de pared divisoria.

15 En el sentido de una modalidad particularmente preferida de la invención según el paso (i) primero la mezcla gaseosa G-0, que contiene N_2O a presión elevada p_{Abso} en una columna de absorción operada a contracorriente y con empaquetadura aleatoria, se pone en contacto con la mezcla de solventes S-I, en cuyo caso puede tener lugar una absorción y se obtiene una composición C-A. De acuerdo con esta modalidad, según el paso (ii), la composición C-A se transfiere a un recipiente, en el cual la composición C-A se despresuriza a una presión más baja $p_{Deso} < p_{Abso}$. El proceso es operado preferentemente de manera casi hizo térmica, con una diferencia de temperatura entre la
20 temperatura de absorción y de desorción de máximo 20 K, preferentemente máximo 15 K, principalmente máximo 10 K. La presión de absorción en este caso es de 1 a 100 bar, preferiblemente 5 a 65 bar, principalmente 10 a 40 bar, con preferencia 10 a 35 bar, de manera particularmente preferida 13 a 30 bar, más preferida aproximadamente de 14 a 25 bar y la presión de desorción es de 0,1 a 2 bar absoluta, preferentemente de 0,5 a 1,5 bar absoluta, particularmente preferible 1,0 a 1,2 bar absoluta.

25 Asimismo, según el paso (iii) primero la mezcla gaseosa G-1 se pone preferentemente en contacto a presión elevada p_{Abso} en una columna de absorción operada a contracorriente, con empaquetadura aleatoria, con una mezcla de solventes S-II, en cuyo caso se obtiene la composición C-B. La composición C-B se transfiere según el paso (iv) a un recipiente en el cual la composición C-B se despresuriza a una presión más baja $p_{Deso} < p_{Abso}$. El proceso también es operado preferentemente de manera casi hizo térmica, con una diferencia de temperatura entre la temperatura de absorción y la de desorción de máximo 20 K, preferentemente máximo 15 K, principalmente
30 máximo 10 K. La presión de absorción en este caso es de 1 a 100 bar, preferible de 5 a 65 bar, principalmente de 10 a 40 bar, con preferencia de 10 a 35 bar, particularmente preferible de 13 a 30 bar, más preferible de aproximadamente 14 a 25 bar y la presión de desorción es de 0,1 a 2 bar absoluta, preferentemente 0,5 a 1,5 bar absoluta, particularmente preferible 1,0 a 1,2 bar absoluta.

35 De acuerdo con la invención es posible, tal como se describió previamente, que la mezcla de solventes S-I' se resiste al menos parcialmente como mezcla de solventes S-I al proceso o que la mezcla de solventes S-II' se recicle al menos parcialmente como mezcla de solventes S-II al proceso. En tal caso, la mezcla de solventes S-I' o S-II' pueden emplearse de nuevo total o parcialmente, preferible en forma parcial, en calidad de mezcla de solventes S-I o S-II.

40 De acuerdo con la invención, principalmente se prefiere que una parte de la mezcla de solventes S-I' o S-II' se descargue del proceso. De acuerdo con la invención pueden descargarse, por ejemplo, 0,01 a 5 % de la totalidad de la mezcla de solventes, preferible 0,05 a 2,5 %, principalmente 0,1 a 1,0 %, por ejemplo 0,2 %, 0,3 %, 0,4 %, 0,5 %, 0,6 %, 0,7 %, 0,8 % o 0,9 %.

45 De acuerdo con la invención se prefiere que la mezcla de solventes S-I' o S-II' se recicle parcialmente, en cuyo caso a la mezcla de solventes pueden adicionarse respectivamente otros compuestos, principalmente solvente adicional, por ejemplo agua. En tal caso, se agregan otros compuestos en una cantidad que corresponde a la cantidad de la mezcla de solventes S-I' o S-II' que no se recicla al proceso.

50 De acuerdo con la invención también es posible emplear de nuevo la mezcla de solventes S-I' o S-II' completamente como mezcla de solventes S-I o S-II. En tal caso, de acuerdo con la invención es principalmente posible retirar compuestos individuales, por ejemplo sales o solventes, de la mezcla de solventes S-I' o S-II' mediante medidas adecuadas, antes de que se recicle al proceso la mezcla respectiva como mezcla de solventes S-I o S-II.

Por lo tanto, la presente invención también se refiere a un proceso, como el descrito antes, para purificar una mezcla de gases G-0 que contiene Monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso la mezcla de solventes S-I' se recicla al proceso

al menos parcialmente como mezcla de solventes S-I, o en donde la mezcla de solventes S-II' se recicla al proceso al menos parcialmente como mezcla de solventes S-II, o donde la mezcla de solventes S-I' se recicla al proceso al menos parcialmente como mezcla de solventes S-I y la mezcla de solventes S-II' se recicla al proceso al menos parcialmente como mezcla de solventes S-II.

5 En este régimen de proceso, el proceso de la invención se efectúa preferiblemente como un proceso continuo.

Si se emplea agua como mezcla de solventes S-I y como mezcla de solventes S-II, en una modalidad continua, particularmente preferida del proceso, se descarga una parte de la mezcla de solventes S-I' o S-II' y se reemplaza por agua desalinizada. La cantidad de la mezcla de solventes que se descarga y la cantidad de solvente recién hecho, principalmente de agua que debe agregarse son tales que, por una parte, la cantidad de mezcla de solventes
10 S-I o S-II permanezca aproximadamente constante y, por otra parte, la cantidad de sales disueltas en la mezcla de solventes S-I o en la mezcla de solventes S-II preferentemente no se incrementa por encima de 10 % en peso, de manera particularmente preferida no se incrementa por encima de 7 % en peso y muy particularmente preferible no se incrementa por encima de 5 % en peso, respectivamente con base en toda la mezcla de solventes S-I o S-II.

Además de los pasos (i), (ii), (iii) y (iv), el paso (A) del proceso de acuerdo con la invención también puede comprender otros pasos. De esta manera el proceso también puede comprender, por ejemplo, otro tratamiento de la mezcla gaseosa G-1 entre los pasos (ii) y (iii). 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 gaseosa puede cambiar, por ejemplo, mediante condensación de uno de los componentes. Estos componentes pueden ser, por ejemplo, agua u otro compuesto contenido en la mezcla de solventes S-I, preferentemente un solvente que se emplea en la mezcla de solventes S-I para el paso (i) en el contexto del proceso de la invención.
20

De acuerdo con la invención es posible que de la mezcla gaseosa G-1 o G-2 se separen otros componentes. De esta manera, por ejemplo, es posible que de la mezcla G-2 se separen rastros de agua mediante compresión y enfriamiento subsiguiente, los cuales pueden estar contenidos en la mezcla gaseosa G-2 después de la desorción según el paso (iv).
25

En tal caso, la mezcla gaseosa G-2 se comprime ventajosamente a una presión de 1 a 35 bares, preferible 2 a 30 bares, más preferible 3 a 27 bares. A continuación se efectúa preferentemente un enfriamiento, preferiblemente a 1 a 25 °C, particularmente preferible 3 a 20 °C, principalmente 4 a 15°C, más preferible a 8 hasta 12°C.

En el contexto de la presente invención, después del paso (A) en el contexto del paso (B) se realiza una condensación de la mezcla gaseosa G-A obtenida según el paso (A).
30

En tal caso, se obtiene una composición líquida C-1 que contiene monóxido de dinitrógeno y una mezcla gaseosa G-K, en cuyo caso la mezcla gaseosa G-K se recicla al tratamiento según el paso (A).

La condensación según el paso (B) del proceso de la invención puede realizarse fundamentalmente de acuerdo con cualquier proceso adecuado conocido por el especialista. En este caso, en el contexto de la presente invención se prefiere que la mezcla gaseosa G-A se condense al menos parcialmente. De acuerdo con la invención, en tal caso se condensa 20 a 99 % en peso, preferible 50 a 90 % en peso y muy particularmente preferible 60 a 80 % en peso de la mezcla gaseosa G-A.
35

Por lo tanto, la presente invención se refiere, según otra modalidad, a un proceso para purificar una mezcla gaseosa que contiene monóxido de dinitrógeno, tal como el descrito antes, en cuyo caso en el paso (B) se condensan 20 a 90 % en peso de la mezcla gaseosa G-A.
40

Mediante el tratamiento según el paso (B) del proceso de la invención se obtiene la composición líquida C-1 en la cual la porción de componentes obstaculizantes, principalmente oxígeno, se ha reducido aún más en comparación con la mezcla gaseosa G-A.

Simultáneamente se obtiene una mezcla gaseosa G-K que además de rastros de monóxido de dinitrógeno puede contener otros componentes tales como oxígeno o monóxido de carbono.
45

De acuerdo con la invención, la mezcla gaseosa G-K contiene, por ejemplo, 70 a 90% en volumen de monóxido de dinitrógeno, principalmente 75 a 85% en volumen, particularmente preferible 78 a 82 % en volumen. La mezcla gaseosa G-K contiene de acuerdo con la invención, además, por ejemplo, 4 a 18 % en volumen de dióxido de carbono, principalmente 6 a 16 % en volumen, particularmente preferible 8 a 12 % en volumen de CO₂. La mezcla gaseosa G-K contiene además, por ejemplo, 0,01 a 5 % en volumen de oxígeno, principalmente 0,5 a 3% en
50

volumen, particularmente preferible 1,0 a 2,0 % en volumen de oxígeno y por ejemplo 0 a 1 % en volumen de argón, en cuyo caso la suma de los componentes de la mezcla gaseosa G-K da como resultado 100 % en volumen.

5 Preferentemente, según el paso (B), la mezcla gaseosa G-A primero se comprime y a continuación se enfría. En tal caso la mezcla gaseosa G-A se comprime ventajosamente a una presión de 1 a 35 bares, preferiblemente a 2 a 30 bares, más preferiblemente a 3 a 27 bares. A continuación se efectúa preferentemente un enfriamiento, preferiblemente a 10 a -70 °C, particularmente preferible 8 a -30 °C, principalmente 5 a -25°C.

Cuando antes del paso (B) del proceso de la invención se efectúa un paso en el que se obtiene una mezcla gaseosa ya comprimida, el paso (B) no comprende preferentemente una compresión más.

10 El proceso de la invención tiene, entre otras, la ventaja de que el CO₂, adicionalmente a la buena acción inertizante comparada con otros gases inertes, tiene una curva de ebullición muy parecida a la del N₂O y parámetros críticos similares. Como resultado, la mezcla gaseosa G-2 que comprende N₂O y opcionalmente CO₂, puede condensarse a una temperatura más alta que una mezcla gaseosa comparable de N₂O y otro gas inerte. Por las curvas de ebullición muy similares, la mezcla de gases condensada tiene casi la misma proporción de N₂O a CO₂ que la mezcla de gases en fase gaseosa, de tal modo que el agente inertizante permanece en la fase líquida.

15 Además, mediante la condensación parcial en el paso (B) los componentes con bajo punto de ebullición y, principalmente, O₂ como componente obstaculizante en C-1, se merman aún más.

De acuerdo con la invención, la composición líquida C-1 obtenida mediante el proceso de la invención y la cual contiene monóxido de dinitrógeno, puede emplearse en otra reacción.

20 La composición líquida C-1 puede emplearse principalmente de manera ventajosa como agente de oxidación. La composición líquida C-1 también contiene ventajosamente, además de monóxido de dinitrógeno, dióxido de carbono. El CO₂ actúa de manera inertizante y garantiza una operación industrialmente segura e inocua durante el procesamiento y principalmente al almacenar y usar después la composición líquida C-1. Se ha encontrado que en presencia de CO₂ como gas inerte en las composiciones que contienen N₂O se necesitan cantidades notablemente más bajas de dióxido de carbono en comparación con otros gases inertes para prevenir la capacidad de auto-descomposición del monóxido de dinitrógeno. Por lo tanto, pequeñas cantidades de CO₂ son suficientes para inertizar la composición líquida C-1.

De acuerdo con la invención, el proceso para purificar una mezcla de gases que contienen monóxido de dinitrógeno también puede comprender otros pasos. De esta manera también es posible que el proceso comprenda otros pasos después del paso (B).

30 Por ejemplo, en el contexto del proceso de la invención, la composición C-1 puede seguir tratándose. En tal caso, en el contexto de la presente invención es principalmente posible que se efectúe otro paso para concentrar la composición C-1. En tal caso fundamentalmente son posibles todos los métodos adecuados conocidos por el especialista para concentrar más la composición C-1 o para retirar las impurezas tales como, por ejemplo, los residuos de solvente.

35 De acuerdo con la invención, el proceso comprende principalmente otro paso (C) para retirar impurezas de la composición C-1. En tal caso, preferentemente según el paso (C) preferentemente se pone en contacto la composición C-1 que contiene monóxido de dinitrógeno con una mezcla de gases S-1 para obtener una composición C-2 y una mezcla de gases S-2.

40 Por lo tanto, la presente invención también se refiere, de acuerdo a otra modalidad, a un proceso como el descrito previamente para purificar una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso el proceso comprende el paso (C):

(C) poner en contacto la composición C-1 que contiene monóxido de dinitrógeno con una mezcla de gases S-1 para obtener una composición C-2 y una mezcla de gases S-2.

45 Mediante el tratamiento según el paso © del proceso de la invención es posible retirar otras impurezas, por ejemplo oxígeno, de la composición líquida C-1, las cuales podrían ser un obstáculo en otra reacción.

50 Cómo mezcla de gases S-1 podrían emplearse teóricamente todas las sustancias que tuvieran un punto de ebullición más bajo que el del monóxido de dinitrógeno o mezclas del mismo. Preferentemente se emplean gases que no reaccionen con monóxido de dinitrógeno, por ejemplo nitrógeno, helio, neón, argón, criptón, xenón, hidrógeno, monóxido de carbono, metano y tetrafluorometano. De acuerdo con la invención preferentemente se emplea nitrógeno.

Por lo tanto, la presente invención también se refiere, en otra modalidad, a un proceso como el descrito previamente para purificar una mezcla de gases que contienen monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso la mezcla gaseosa S-1 se selecciona del grupo constituido por nitrógeno, helio, neón, argón, criptón, xenón, hidrógeno, monóxido de carbono, metano y tetrafluorometano.

5 Para el tratamiento según el paso (E) puede usarse en el contexto de la presente invención cualquier aparato que sea adecuado para poner en contacto entre si gases y líquidos. Como ejemplos pueden mencionarse aquí columnas de burbuja, operadas en co-corriente o contra-corriente, por ejemplo, con o sin cuerpos de relleno o de empaquetamiento, en régimen de goteo o de inundación (de calderín), tanques con agitación, por ejemplo con agitadores por gasificación o similares. El tratamiento según el paso (C) puede efectuarse tanto por lotes como
10 también de manera continua. Sin embargo, se prefiere realizarlo de manera continua.

El tratamiento según el paso (C) se realiza preferentemente a una temperatura entre -90°C y +37°C, preferiblemente a una temperatura entre -80°C y 0°C. El tratamiento según el paso (C) se realiza preferiblemente a una presión que es al menos tan alta como la presión de vapor de la composición líquida C-1 a la temperatura elegida y máximo a 100 bar. Preferiblemente se elige una presión que se encuentra 0,2 a 5 bar por encima de la
15 presión a la cual opera la absorción.

La cantidad de mezcla de gases empleada S-1 tiene que ser suficientemente grande para lograr la merma deseada de oxígeno pero, por otra parte, tan pequeña como sea posible a fin de evitar pérdidas de monóxido de dinitrógeno. De manera típica se emplean entre 5 y 100 moles de mezcla de gases S-1 por mol de oxígeno en la composición líquida C-1, preferiblemente entre 15 y 30 moles de mezcla de gases S-1 por mol de oxígeno en la composición
20 líquida C-1.

En tal caso, según el paso (C) se obtiene una composición líquida C-2 cuyo contenido de oxígeno frente a la composición líquida C-1 está aún más disminuido.

De acuerdo con la invención, la composición C-2 contiene, por ejemplo, 75 a 95 % en volumen de monóxido de dinitrógeno, principalmente 80 a 90 % en volumen, particularmente preferible 82 a 88 % en volumen. La composición C-2 contiene de acuerdo con la invención, además, por ejemplo 4 a 18 % en volumen de dióxido de carbono, principalmente 6 a 16 % en volumen, particularmente preferible 8 a 12 % en volumen de CO₂. Además, la composición C-2 contiene, por ejemplo, 0,01 a 1,0 % en volumen de oxígeno, principalmente 0,05 a 0,5 % en volumen, particularmente preferible 0,1 a 0,4 % en volumen de oxígeno y por ejemplo 0 a 1 % en volumen de nitrógeno, en cuyo caso la suma de los componentes de la composición C-2 da como resultado 100 % en volumen.
25

30 En el paso (C) se obtiene además una mezcla de gases S-2 que puede contener otros componentes además de la mezcla de gases S-1, por ejemplo oxígeno.

De acuerdo con la invención, la mezcla gaseosa S-2 contiene, por ejemplo, 70 a 90% en volumen de monóxido de dinitrógeno, principalmente 75 a 85 % en volumen, particularmente preferible 77 a 82 % en volumen. La mezcla gaseosa S-2 contiene de acuerdo con la invención, además, por ejemplo 4 a 18 % en volumen de dióxido de carbono, principalmente 6 a 16 % en volumen, particularmente preferible 8 a 12 % en volumen de CO₂. La mezcla gaseosa S-2 contiene, por ejemplo, 4 a 18 % en volumen de nitrógeno, principalmente 6 a 16 % en volumen, particularmente preferible 8 a 12 % en volumen de nitrógeno. Además, la mezcla gaseosa S-2 contiene, por ejemplo, 0,01 a 5 % en volumen de oxígeno, principalmente 0,5 a 3 % en volumen, particularmente preferible 1,0 a 2,0 % en volumen de oxígeno y por ejemplo 0 a 1 % en volumen de argón, en cuyo caso la suma de los componentes de la
35 mezcla gaseosa S-2 da como resultado 100 % en volumen.
40

De acuerdo con la invención es posible que la mezcla gaseosa S-2 se recicle a una etapa del proceso. De acuerdo con una modalidad de este tipo, el monóxido de dinitrógeno que está contenido en la mezcla de gases S-2, puede reciclarse al proceso a fin de impedir pérdidas de rendimiento.

45 Por lo tanto, la presente invención también se refiere, de acuerdo con otra modalidad, a un proceso como el descrito previamente para purificar una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso la mezcla gaseosa S-2 se recicla al paso (A).

Tal como se ha descrito previamente, la mezcla gaseosa S-2 se recicla preferentemente al paso (A) del proceso de la invención. En tal caso, el contexto de la presente invención, la mezcla gaseosa S-2 se mezcla con otra mezcla de gases. En tal caso, la mezcla gaseosa S-2 se recicla preferentemente al paso (A) de tal modo que es posible una recuperación del monóxido de dinitrógeno contenido opcionalmente en la mezcla de gases S-2. Por lo tanto, en el contexto de la presente invención se prefiere que la mezcla gaseosa S-2 se mezcle con una mezcla de gases que se introduce a una absorción, principalmente con la mezcla de gases G-0 o la mezcla de gases G-1. De esta manera, en el marco de la presente invención se prefiere reciclar la mezcla gaseosa S-2 al paso (i) o al paso (iii) del paso (A).
50

Por lo tanto, la presente invención también se refiere, según una modalidad adicional, a un método como el descrito previamente para purificar una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso la mezcla gaseosa S-2 se recicla al paso (i) o al paso (iii) del paso (A).

5 Las composiciones líquidas C-1 o C-2 obtenidas según el proceso de la invención y que contienen monóxido de dinitrógeno, pueden emplearse fundamentalmente para todas las aplicaciones en las que usualmente se empleen corrientes de monóxido de dinitrógeno puras o corrientes de monóxido de dinitrógeno mezcladas con gas inerte. Las composiciones C-1 o C-2 son adecuadas principalmente, por ejemplo, para la oxidación de metanol en formaldehído tal como se describe, por ejemplo, en la EP-A 0 624 565 o DE-A 196 05 211. Por lo tanto, la presente invención también se refiere al uso de la composición líquida C-1 que contiene monóxido de dinitrógeno, que puede obtenerse
10 según el proceso de la invención, como agente de oxidación para metanol.

Mediante el proceso de la invención se obtienen composiciones líquidas que contienen monóxido de dinitrógeno las cuales contienen una fracción particularmente baja de componentes secundarios obstaculizantes. Esto es principalmente ventajoso para el uso como agente de oxidación, ya que gracias a las pequeñas fracciones de componentes secundarios obstaculizantes casi no se presentan reacciones secundarias y de esta manera pueden obtenerse productos particularmente puros durante una oxidación. La composición líquida C-1, después de la purificación según la invención, también contiene preferentemente, además de monóxido de dinitrógeno, dióxido de carbono en cantidades adecuadas.
15

La composición líquida C-1 purificada de acuerdo con la invención contienen preferentemente 50 a 99,0 % en volumen de monóxido de dinitrógeno, 1 a 20 % en volumen de dióxido de carbono y 0 a 25 % en volumen de otros gases. Los % en volumen indicados se refieren respectivamente a toda la composición C-1. La suma de los componentes individuales de la composición C-1 da como resultado en este caso 100% en volumen.
20

La composición C-1 purificada de acuerdo con la invención contienen preferentemente 60 a 95 % en volumen de monóxido de dinitrógeno, principalmente 70 a 90 % en volumen, particularmente preferible 75 a 89 % en volumen de monóxido de dinitrógeno.

25 La composición C-1 purificada de acuerdo con la invención contiene además 1 a 20% en volumen de dióxido de carbono. La composición C-1 contiene preferentemente 5 a 15% en volumen de dióxido de carbono, principalmente 6 a 14 % en volumen de dióxido de carbono.

La composición C-1 contiene preferentemente 0 a 25 % en volumen, particularmente preferible 0 a 5 % en volumen de otros gases. La composición C-1 purificada de acuerdo con la invención puede contener uno o varios otros gases, en cuyo caso la cantidad indicada se refiere a la suma de los gases contenidos. La composición C-1 puede contener, por ejemplo, oxígeno, nitrógeno, argón y agua.
30

Se ha encontrado que en presencia de CO₂ como gas inerte en las mezclas de gases licuadas que contienen N₂O, en comparación con otros gases inertes se requieren cantidades significativamente más bajas del gas inerte, es decir de dióxido de carbono, para garantizar una operación segura, por ejemplo para impedir una autodescomposición del monóxido de dinitrógeno.
35

Además, se describe el uso de una composición líquida C-1, que puede obtenerse según un proceso de la invención tal como se ha descrito previamente, en calidad de agente de oxidación, principalmente como agente de oxidación para olefinas.

40 Además se describe también el uso de una composición, que contiene 50 a 99,0% en volumen de monóxido de dinitrógeno, uno a 20% en volumen de dióxido de carbono, y 0 a 25% en volumen de otros gases, como agente de oxidación, principalmente como agentes de oxidación para olefinas.

Composiciones de este tipo pueden obtenerse principalmente mediante el proceso de purificación de acuerdo con la invención.

45 Las composiciones líquidas que contienen monóxido de dinitrógeno, que pueden obtenerse de acuerdo con la invención, son adecuadas fundamentalmente para la oxidación de olefinas. Olefinas adecuadas son, por ejemplo, olefinas de cadena abierta cíclicas, con uno o varios enlaces dobles. Además, se prefieren olefinas cíclicas con uno o varios enlaces dobles, por ejemplo ciclopenteno, ciclohexeno, ciclohexeno, cicloocteno, ciclodeceno, cicloundeceno, ciclododeceno, 1,4-ciclohexadieno, 1,5-ciclooctadieno, 1,6-ciclodecadieno, 1,6,11-ciclopentadecatrieno, 1,5,9,13-ciclohexadecatetraeno o 1,5,9-ciclododecatrieno.

50 Además, la presente invención también describe un uso tal como el descrito previamente como agentes de oxidación para olefinas, en cuyo caso la olefina se selecciona del grupo constituido por ciclopenteno, ciclodeceno y 1,5,9-ciclododecatrieno.

La composición líquida C-1 que contiene N_2O , enriquecida y purificada, es adecuada de manera muy particular la oxidación de olefinas en cetonas. Para este propósito, preferentemente puede hacerse reaccionar la composición líquida C-1 directamente con la olefina.

5 Para aplicaciones de este tipo es ventajoso si la fracción de gases inertes es lo más bajo posible en la composición líquida C-1 puesto que de otra manera se agranda innecesariamente el volumen del reactor.

10 De acuerdo con el uso descrito previamente como agente de oxidación, principalmente para olefinas, la oxidación puede efectuarse en general de acuerdo con todos los regímenes del proceso en los que tiene lugar la oxidación, principalmente de la olefina. Principalmente son posibles regímenes de proceso y métodos de reacción continua pero también reacciones 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.

La presión se encuentra preferentemente en un rango de hasta 500 bar, por ejemplo 1 a 320 bar, preferible 10 a 300 bar, principalmente 90 a 280 bar. La temperatura se encuentra preferentemente en un rango de 180 a 320 °C, por ejemplo 200 a 300°C, principalmente 240 a 290°C.

15 En tal caso, la oxidación puede realizarse en presencia de un solvente adecuado. De acuerdo con la invención también es posible realizar la oxidación sin adicionar solvente.

La oxidación se realiza preferentemente, de acuerdo con la invención, seleccionando adecuadamente la presión y la temperatura de tal modo que no se presente una fase gaseosa en la zona de reacción.

A continuación la invención se explica con mayor detalle por medio de ejemplos.

20 EJEMPLOS

Ejemplo 1: proceso para aislar y purificar N_2O

25 Como fuente para el N_2O se usa el gas de escape de una planta de ácido nítrico la cual, a su vez, es operada parcialmente con el gas de escape de una planta de ácido adípico y parcialmente con NO puro. De este gas de escape se comprimen 26,2 t/h primero a 25 bar y se enfrían a 35°C. El agua que se condensa y que también comprende pequeñas cantidades de ácido nítrico se retira y se desecha.

30 La corriente de gas comprimida restante (26,1 t/h) contiene 86,4 % en volumen de N_2 , 8,1 % en volumen de N_2O , 3,1 % en volumen de O_2 y 1,1 % en volumen de CO_2 como componentes principales. Esta corriente es alimentada en el fondo de una columna de absorción con una altura de 22,7 m y un diámetro de 5,5 m, la cual se ha rellenado con anillos Pall. En contracorriente a esta se alimentan desde arriba 2290 t/h de agua con una temperatura de 35°C. El gas no absorbido se vuelve a despresurizar por medio de una turbina de despresurización hacia la línea de gas de escape de la planta de ácido nítrico.

35 El agente de absorción cargado se despresuriza a 1,1 bares por medio de una turbina de descompresión hacia la primera torre de desorbente. La torre de desorbente tiene un diámetro de 3,6 m y una altura de 11,1 m y está llena con anillos Pall. El agua se transporta de vuelta hacia la torre absorbente. En este circuito, el pH se mantiene entre 6 y 7 (medido en línea con electrodos de vidrio calibrados) adicionando 25% de solución de hidróxido de sodio. En promedio se usan aproximadamente 44 kg/hora de solución de hidróxido de sodio.

A fin de prevenir la acumulación de sales (nitrito de sodio, nitrato de sodio e hidrogenocarbonato de sodio), se purgan 2 t/h desde el circuito de agua y se reemplazan con agua desmineralizada fresca. Se usa un intercambiador de calor en el circuito de agua para regular la temperatura de agua.

40 El gas (2,45 t/h) obtenido en la cabeza de la primera torre desorbente comprende 59,5% en volumen de N_2O , 24,2% en volumen de N_2 , 7,5 % en volumen de CO_2 , 5,2 % en volumen de H_2O y 3,0 % en volumen de O_2 como componentes principales. Este gas se comprime a su vez a 25 bar y se enfría a 35 °C. El agua que se condensa en este caso se separa y se desecha. La corriente de gas comprimido se introduce entonces a un segundo absorbente en el fondo junto con las corrientes del gas reciclado desde la condensación parcial y el agotamiento. Este
45 absorbente tiene un diámetro de 1,9 m y una altura de 14,3 m y está lleno con anillos Pall. En contracorriente a esto se introduce agua (274 t/a con una temperatura de 35°C) en calidad de medios de absorción al absorbente.

El gas no absorbido se despresuriza y junto con el gas del primer absorbente se despresuriza a la línea de gas de escape de la planta de ácido nítrico.

El medio de absorción cargado se despresuriza luego en la segunda torre desorbente a 1,1 bar. El agua se transporta de vuelta a la torre absorbente. A fin de evitar una caída del valor de pH, del circuito de agua se purgan 225 kg/h y se reemplaza con agua desmineralizada fresca la temperatura del agua se regula con un intercambiador de calor en el circuito de agua.

5 El gas obtenido en la cabeza de la segunda torre desorbente (2,9 t/h) contiene 81,7 % en volumen de N_2O , 10,7 % en volumen de CO_2 , 5,3 % en volumen de H_2O , 1,7 % en volumen de N_2 , y 0,45 % en volumen de O_2 como componentes principales. Este gas se comprime a su vez A26 bares y se enfría a 13 °C. El agua que se condensa en este caso se separa y se desecha.

10 La corriente de gas comprimida (2,8 t/h) se pasa luego a través de un intercambiador de calor de hadas de tubos que se encuentra en posición vertical, el cual es operado por la parte de la camisa con una mezcla enfriada de agua/glicol donde se enfría a -12°C. Esto condensa una corriente (2060 kg/h), que comprende 87,9 % en volumen de N_2O , 11,4 % en volumen de CO_2 , 0,3 % en volumen de H_2O , 0,3 % en volumen de N_2 , y 0,14 % en volumen de O_2 como componentes principales.

15 A fin de descongelar los tubos del intercambiador de calor, se emplean dos intercambiadores de calor en paralelo los cuales son operados en un régimen A/B. A fin de acelerar la operación de descongelamiento, los intercambiadores de calor están provistos con un calentador eléctrico. La fracción condensada (790 kg/h) contiene 81,5 % en volumen de N_2O , 11,2 % en volumen de CO_2 , 5,6 % en volumen de N_2 y 1,3 % en volumen de O_2 como componentes principales tal como ya se ha mencionado previamente se recicla hacia la entrada del segundo absorbente.

20 La corriente condensada se separa luego en una columna de agotamiento que es operada en régimen de goteo a 26 bar, con nitrógeno (4 kg/h, corresponde a 19 mol de N_2 /mol de O_2 en la alimentación líquida de N_2O). La columna de agotamiento tiene un diámetro de 0,35 m y una altura de 4,15 m y está provista con un empaquetamiento estructurado de metal (longitud de empaquetamiento: 3 m) con una superficie específica de 350 m^2/m^3 . El gas de agotamiento en la cabeza de la columna (260 kg/h) contiene 78,4 % en volumen de N_2O , 10,8 % en volumen CO_2 , 9,6 % en volumen de N_2 , y 1,0 % en volumen de O_2 como componentes principales y se recicla hacia la entrada del segundo absorbente tal como ya se ha mencionado.

25 El producto líquido en el fondo de la columna de agotamiento (1835 kg/h) contiene 86,7 % en volumen de N_2O , 11,1 % en volumen de CO_2 y 1,9 % en volumen de N_2 como componentes principales y solamente además 100 ppm en volumen de O_2 .

30 Usando la columna de agotamiento, puede disminuirse el contenido de O_2 en N_2O líquido por el factor 14. La proporción molar entre N_2O y O_2 se incrementa en tal caso desde 630 hasta casi 7300 mol/mol. Reciclando el gas de agotamiento a la segunda columna de absorción, el rendimiento de aislamiento permanece, no obstante, alto. Los rendimientos de aislamiento para N_2O (respecto del gas comprimido después de la desorción) son de 96,2 %.

El N_2O concentrado y purificado puede usarse, por ejemplo, para la oxidación de olefina, por ejemplo de 1,5,9-ciclododecadieno.

35 **Ejemplo comparativo 2: condensación sin reciclar gas**

Si durante la condensación de la corriente concentrada de N_2O no se reciclará el gas remanente a la segunda absorción, los rendimientos de aislamiento para N_2O (respecto del gas comprimido después de la desorción) sería sólo de 70.2% en lugar de 96.2%.

A fin de proporcionar la misma cantidad de N_2O , se necesitarían aparatos significativamente más grandes.

40 **Ejemplo comparativo 3: condensación sin reciclar gas con rendimiento de aislamiento iguales (presión)**

Si los rendimientos de aislamiento de N_2O (tal como se definió antes) sin reciclar gas deben ser similarmente altos, durante la condensación debe condensarse una fracción más grande del gas de entrada.

45 Esto puede lograrse elevando la presión en la condensación y manteniendo la temperatura de condensación de -12°C, tal como en el ejemplo 1 de la invención. Para este propósito, la presión debe incrementarse a 31 bar (en lugar de 26 bar en el ejemplo 1 según la invención). En tal caso se condensan aproximadamente 96% del N_2O contenido en la alimentación. Se obtiene una corriente líquida que contiene N_2O (86,9 % en volumen), CO_2 (11,4 % en volumen), O_2 (0,35 % en volumen) y N_2 (1,1 % en volumen) como componentes principales.

50 Este procedimiento tiene varias desventajas en comparación con el procedimiento de la invención. A fin de lograr la presión más alta se necesitan: un compresor más costoso y condensadores más costosos. Además, la corriente de gas licuada que contiene N_2O contiene ostensiblemente más oxígeno (casi 2,5 veces más que en el ejemplo uno de

la invención), que cuando se realiza solamente una condensación parcial. Con el fin de retirar este oxígeno tiene que usarse significativamente más nitrógeno que el que debe usarse en un agotamiento subsiguiente, lo cual a su vez está asociado con pérdidas mayores de N_2O por el gas de escape.

Ejemplo comparativo 4: condensación sin reciclar gas con rendimiento igual de aislamiento (temperatura)

- 5 Si los rendimientos de aislamiento de N_2O (tal como se definió previamente) sin reciclar gas deben ser similarmente altos, debe condensarse una proporción más grande del gas de entrada en la condensación.

10 Esto puede lograrse reduciendo la temperatura de condensación y manteniendo la presión de 26 bares, tal como en el ejemplo uno de la invención. Para este propósito, la temperatura de condensación debe reducirse a $-19\text{ }^\circ\text{C}$. (En lugar de $-12\text{ }^\circ\text{C}$ en el ejemplo uno de la invención). En tal caso se condensan aproximadamente 96% del N_2O contenido en la alimentación. Se obtiene una corriente líquida que contiene N_2O (87,0 % en volumen), CO_2 (11,4 % en volumen), O_2 (0,32 % en volumen) y N_2 (1,0 % en volumen) como componentes principales.

15 Sin embargo, este procedimiento tiene varias desventajas en comparación con el procedimiento invención. A fin de lograr la temperatura más baja se necesita un refrigerador significativamente más caro y la combinación de presión alta y baja temperatura exige mucho del material de construcción de los condensadores. Además, la corriente de gas licuada que contiene N_2O contiene significativamente más oxígeno (casi 2,3 veces más que en el ejemplo uno de la invención) que cuando sólo se realiza una condensación parcial. A fin de retirar este oxígeno tiene que usarse significativamente más nitrógeno que lo que se ha usado en un agotamiento subsiguiente, lo cual a su vez está asociado con pérdidas más altas de N_2O mediante el gas de escape.

Ejemplo 5: Influencia de O_2 en la descomposición de 1,5,9-ciclododecatrieno

20 A fin de investigar la influencia de O_2 en la descomposición de 1,5,9-ciclododecatrieno, inicialmente se cargaron 500 g de 1,5,9-ciclododecatrieno en un matraz de vidrio de 1000 ml el cual estaba provisto con un agitador magnético, un tubo de introducción de gases y un condensador de reflujo. El matraz se calentó luego en un baño de aceite a $180\text{ }^\circ\text{C}$ y se introdujeron 2 L (normales)/h de aire sintético a través del tubo de introducción de gas con un medidor de flujo másico de Brooks.

25 La cantidad de gas de escape hicieron se determinaron a la salida. Además, se tomaron muestras del líquido y se analizaron mediante cromatografía de gases a intervalos regulares. Del análisis de gas de escape se calculó un consumo de O_2 de 11 mmol/h. El contenido de 1,5,9-ciclododecatrieno en la solución disminuye a 2 % /h. Esto significa que se destruyen 1,1 mol de 1,5,9-ciclododecatrieno por mol de O_2 . Aparte de pequeñas cantidades del mono epóxido de 1,5,9-ciclododecatrieno, no se forman productos definidos sino solamente depósitos poliméricos.

30 Un ensayo de control mostró que solamente cuando se burbujea nitrógeno en vez de aire sintético no se observa una disminución del contenido de 1,5,9-ciclododecatrieno.

35 Este ensayo muestra que incluso a temperaturas significativamente más bajas que la temperatura que se necesita para oxidar 1,5,9-ciclododecatrieno con N_2O (cerca de $250\text{ }^\circ\text{C}$), el oxígeno reacciona con 1,5,9-ciclododecatrieno. En tal caso se forman depósitos poliméricos que pueden conducir al bloqueo del reactor. También es muy importante usar como agente oxidante una mezcla de gas que contiene N_2O , el cual comprende una cantidad tan baja como sea posible de O_2 , a fin de obtener una alta selectividad y también evitar depósitos en el reactor.

Ejemplo 6: influencia de O_2 en la descomposición de 4,8-ciclododecadienona

40 A fin de estudiar la influencia de O_2 en la descomposición de 4,8-ciclododecadienona (el producto de oxidación de 1,5,9-ciclododecatrieno con N_2O) inicialmente se cargaron 500 g de 4,8-ciclododecadienona (al 98 % aproximadamente, como mezclas de isómeros) en un matraz de video de 1000 ml el cual estaba provisto con un agitador magnético, un tubo de introducción de gases y un condensador de reflujo. El matraz se calentó luego en un baño de aceite a $180\text{ }^\circ\text{C}$ y se introdujeron 2 L(normal)/h de aire sintético a través del tubo de introducción de gases con un medidor de flujo másico.

45 La cantidad de gas de escape y su composición se determinaron a la salida. Adicionalmente, se tomaron muestras del líquido y se analizaron mediante cromatografía de gases a intervalos regulares. Del análisis de gas de escape se calculó un consumo de O_2 de 8 mmol/h. El contenido de 4,8-ciclododecadienona en la solución disminuye a 1,6 % /h. Esto significa que se destruyen 1,2 mol de 4,8-ciclododecadienona por mol de O_2 . En tal caso no se forman productos definidos pero tampoco depósitos poliméricos. Un ensayo de control mostró que si en lugar de aire sintético se burbujea solamente nitrógeno no se observa una disminución del contenido de 4,8-ciclododecadienona.

50 Este ensayo muestra que incluso a temperaturas que se encuentran ostensiblemente por debajo de la temperatura que se necesita para oxidar 1,5,9-ciclododecatrieno con N_2O en 4,8-ciclododecadienona (cerca de $250\text{ }^\circ\text{C}$), el oxígeno reacciona con 4,8-ciclododecadienona (aunque, como se espera, algo más despacio que con 1,5,9-

ciclododecatrieno). Entonces es importante usar como agentes de oxidación una mezcla de gases que contiene N_2O , el cual contiene tan poco O_2 como sea posible a fin de obtener una alta selectividad.

Ejemplo 7: oxidación de 1,5,9-ciclododecatrieno con una mezcla de gases que contiene N_2O que contiene solamente 200 ppm de O_2

5 Para la oxidación continua de 1,5,9-ciclododecatrieno con N_2O se usó un reactor detuvo de doble camisa el cual consiste de 7 espirales de tubo de doble camisa conectadas en serie. El tubo de reacción tiene un diámetro interno de 6 mm y cada espiral detuvo tiene una longitud de 5,32 m. Todo el volumen de reacción es, por consiguiente, de 1,05 litros. En la camisa doble circula aceite portador de calor cuya temperatura se mantiene constante por medio de un termostato en 253 °C. La tasa de circulación del aceite portador de calor se selecciona de tal modo que la
10 diferencia de temperaturas entre la entrada del aceite y la salida del aceite es menos de 2 K. El aceite portador de calor se conduce en co-corriente hacia los reactantes. El reactor está provisto a la salida con una válvula reguladora de presión que mantiene constante la presión de reacción a 100 bar.

Los reactantes (1,5,9-ciclododecatrieno, producto comercial de Degussa, y N_2O , grado médico de la empresa Linde, contiene según análisis 200 ppm de O_2) se transforman por medio de bombas adecuadas de dosificación (bombas de pistón de membrana) y, antes del reactor se mezclan en un mezclador estático a temperatura ambiente antes de alcanzar el reactor. Las tazas de alimentación se ajustaron de tal manera que la proporción molar entre 1,5,9-ciclododecatrieno y N_2O a la entrada del reactor es de 6,2 mol/mol, y el tiempo de permanencia (definido como la corriente de volumen de los reactantes a temperatura ambiente y 100 bar dividida por el volumen del reactor) es de 0,65 horas. La reacción se realizó hasta que el reactor estuvo en estado estacionario (aproximadamente 6 horas),
15 antes de haber comenzado el balance de masas. Con el fin de minimizar los errores, el tiempo de balance de masas fue siempre de 24 horas.

Después de la válvula reguladora de presión, la descarga del reactor se despresurizó en un separador desfase enfriado (cerca de 20 °C), y se analizaron los productos (tanto el gas como también el líquido). La conversión de 1,5,9-ciclododecatrieno fue de 13,4%. La selectividad por 4,8-ciclododecadienona respecto del 1,5,9-ciclododecatrieno fue de 93,4%.
25

Ejemplo 8: Oxidación de 1,5,9-ciclododecatrieno con una mezcla de gases que contiene N_2O el cual contiene 400 ppm de O_2 y 8,3 % en volumen de CO_2

El ejemplo 7 se repitió, en cuyo caso en calidad de reactante se empleó una mezcla de gases de la empresa Linde la cual contenía 8,3 % en volumen de CO_2 y 400 ppm de O_2 en N_2O .

30 La conversión de 1,5,9-ciclododecatrieno fue de 13,4%. La selectividad por 4,8-ciclododecadienona respecto del 1,5,9-ciclododecatrieno fue de 93,8%.

Dentro de la exactitud de medición, la presencia de CO_2 y la mezcla ligeramente elevada no tienen de esta manera ningún efecto pronunciado en la reacción.

Ejemplo 9: Oxidación de 1,5,9-ciclododecatrieno con una mezcla de gases que contiene N_2O , la cual contiene 1300 ppm en volumen de O_2
35

Se repitió el ejemplo siete, en cuyo caso como reactante se empleó una mezcla de gases de la empresa Linde, la cual contenía 1300 ppm en volumen de O_2 en N_2O . Esto corresponde aproximadamente al contenido de oxígeno en el N_2O líquido según el ejemplo uno si se prescinde de una separación por agotamiento.

40 La reacción pudo operarse de manera estable con esta alimentación durante 426 h. La diferencia de presiones sobre el reactor permaneció constante. Para el control se desinstaló la primera espiral y se cortó en secciones. En las paredes no había polímero depositado.

La conversión de 1,5,9-ciclododecatrieno a 14,6% era más alta que de acuerdo con el ejemplo 8 (13,4%), aunque la selectividad por 4,8-ciclododecadienona era de 91,5%. Aunque esto es casi 2% más bajo que de acuerdo con el ejemplo 8 (93,8%), aún se encuentra dentro de un rango aceptable, especialmente dado que la reacción puede operarse de manera estable por un período prolongado (es decir sin formación de depósitos).
45

Ejemplo comparativo 10: Oxidación de 1,5,9-ciclododecatrieno con una mezcla de gases que contienen N_2O el cual contiene 2% en volumen de O_2

El ejemplo 7 se repitió, en cuyo caso como reactantes se empleó una mezcla de gases de la empresa Linde la cual contenía 2% en volumen de O_2 en N_2O .

La reacción no pudo operarse de manera estable con esta alimentación. La diferencia de presiones por el reactor creció continuamente y el experimento tuvo que detenerse después de 72 horas debido a que el reactor se bloqueó. Entonces se desinstaló la primera espiral y se cortó en secciones. Se encontró que el tubo estaba casi completamente bloqueado con depósitos poliméricos entre 30 y 80 cm después de la entrada al reactor.

- 5 Con concentraciones altas de O_2 de este tipo en N_2O es imposible una operación estable de la oxidación del 1,5,9-ciclododecatrieno.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para la purificación de una mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno, el cual comprende al menos los pasos de
- 5 (A) tratar la mezcla gaseosa G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno para obtener una mezcla de gases G-A que comprende al menos los pasos de
- (i) absorción de la mezcla gaseosa G-0 en una mezcla de solventes S-I para obtener una corriente de gas de escape y una composición C-A
- (ii) desorción de una mezcla de gases G-1 de la composición C-A para obtener una mezcla de solventes S-I'
- 10 (B) condensación de la mezcla gaseosa G-A para obtener una composición líquida C-1 que contiene monóxido de dinitrógeno y una mezcla gaseosa G-K, en cuyo caso se recicla la mezcla gaseosa G-K al tratamiento según el paso (A).
2. Proceso para la purificación de una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno según la reivindicación 1, en cuyo caso el paso (A) comprende adicionalmente los pasos (iii) y (iv):
- 15 (iii) absorción de la mezcla gaseosa G-1 en una mezcla de solventes S-II para obtener una corriente de gas de escape y una composición C-B
- (iv) desorción de una mezcla de gases G-2 de la composición C-B para obtener una mezcla de solventes S-II'.
3. Proceso para la purificación de una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno según una de las reivindicaciones 1 o 2, en cuyo caso el paso (A) comprende otros pasos.
- 20 4. Proceso para la purificación de una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno según una de las reivindicaciones 1 a 3, en cuyo caso se recicla la mezcla gaseosa G-K al paso (i) o al paso (iii) del paso (A).
5. Proceso para la purificación de una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno según una de las reivindicaciones 1 a 4, en cuyo caso la mezcla de solventes S-I o la mezcla de solventes S-II o la mezcla de solventes S-I y la mezcla de solventes S-II se selecciona del grupo constituido por solventes orgánicos y mezcla de solventes acuosa.
- 25 6. Proceso para la purificación de una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno según una de las reivindicaciones 1 a 5, en cuyo caso en el paso (B) se condensan 20 a 90 % en peso de la mezcla de gases G-A.
7. Proceso para la purificación de una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno según una de las reivindicaciones 1 a 6, en cuyo caso el proceso comprende el paso (C):
- 30 (C) poner en contacto la composición C-1 que contiene monóxido de dinitrógeno con una mezcla de gases S-1 para obtener una composición C-2 y una mezcla de gases S-2.
8. Proceso para la purificación de una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno según la reivindicación 7, en cuyo caso la mezcla gaseosa S-1 se selecciona del grupo constituido por nitrógeno, helio, neón, argón, criptón, xenón, hidrógeno, monóxido de carbono, metano y tetrafluorometano.
- 35 9. Proceso para la purificación de una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno según una de las reivindicaciones 7 o 8, en cuyo caso se recicla la mezcla gaseosa S-2 al paso (A).
10. Proceso para la purificación de una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno según una de las reivindicaciones 7 a 9, en cuyo caso se recicla la mezcla gaseosa S-2 al paso (i) o al paso (iii) del paso (A).