

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 428 568**

51 Int. Cl.:

C01B 21/22 (2006.01)

B01D 53/14 (2006.01)

B01D 53/56 (2006.01)

C07C 45/28 (2006.01)

C07C 49/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.12.2007 E 07847970 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.07.2013 EP 2091866**

54 Título: **Proceso para aislar N₂O**

30 Prioridad:

11.12.2006 EP 06125807

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

08.11.2013

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 428 568 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 aislar N₂O

La presente invención se refiere a un proceso para purificar una mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno, que comprende al menos poner en contacto la mezcla de gases G-0 con una mezcla de solventes (I) que contiene al menos 50 % en peso de agua respecto de toda la mezcla de solventes (I), en cuyo caso el valor de pH de la mezcla de solventes (I) se encuentra en el rango de 3,5 a 8,0, desorber una mezcla de gases G-1 de una composición (A), poner en contacto la mezcla de gases G-1 con una mezcla de solventes (II) que contiene al menos 50 % en peso de agua respecto de toda la mezcla de solventes (II), en cuyo caso el valor de PH de la mezcla de solventes (II) se encuentra en el rango de 2,0 a 8,0, y desorber una mezcla de gases G-2 de una composición (B), en cuyo caso el valor de pH se basa en una medición con un electrodo de gas calibrado y compensado por temperatura, así como al uso de las mezclas de gases obtenidas de acuerdo con un proceso de acuerdo con la invención como agentes de oxidación para olefinas.

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

De esta manera, la WO 98/25698 revela un proceso para producir monóxido de dinitrógeno mediante oxidación catalítica parcial de NH₃ con oxígeno. En tal caso, de acuerdo con la WO 98/25698 se emplea un catalizador hecho de óxido de manganeso, óxido de bismuto y óxido de aluminio, lo cual conduce al monóxido de dinitrógeno con alta selectividad. Un sistema catalizador similar también se describe con más detalle en un trabajo científico (Noskov et al., Chem. Eng. J. 91 (2003) 235-242). De acuerdo con la US 5,849,257 asimismo 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.

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

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 la US 2,636,898 equivalente a la primera. En ambos documentos se divulga de manera muy general que la oxidación puede efectuarse en teoría en presencia de un catalizador adecuado para la oxidación.

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 no catalítica en fase líquida 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 no catalítica en fase líquida de alquenos con óxido nitroso. 2. Oxidación de ciclopenteno en ciclopentanona] React. Kinet. Catal. Lett. Vol. 77, No. 1 (2002), páginas 197-205, se describen a sí mismo oxidaciones de compuestos olefínicos con monóxido de dinitrógeno. 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 de carbonilo] de E. V. Starokon et al. en Adv. Synth. Catal. 2004, 346, 268 - 274 también incluyen un estudio mecanístico de la oxidación de alquenos con monóxido de dinitrógeno en fase líquida.

La síntesis de compuestos de carbonilo a partir de alquenos con monóxido de dinitrógeno también se ha descrito diferentes solicitudes internacionales de patente. De esta manera, la WO 03/078370 divulga un proceso para producir compuestos de 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 preparar ciclohexanona. De acuerdo con la WO 03/078372 se producen cetonas cíclicas con 4 5 átomos de C. Según la WO 03/078375 en estas condiciones de proceso se producen cetonas cíclicas a partir de alquenos psíquicos con 7 a 20 átomos de carbono. La WO 03/078371 divulga un proceso para producir 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 compuestos de carbonilo correspondientes. La purificación de monóxido de dinitrógeno no se menciona estos documentos.

Asimismo se conoce que las corrientes de gas de combustión o escape que contiene monóxido de dinitrógeno pueden emplearse para otras reacciones. El monóxido de dinitrógeno se produce como subproducto indeseado en diferentes procesos químicos, principalmente en las oxidaciones con ácido nítrico y allí muy particularmente en la oxidación de ciclohexanona y/o ciclohexanol hasta ácido adípico. Otros ejemplos de procesos en los que se produce monóxido de dinitrógeno como subproducto indeseado son la oxidación de ciclododecanona y/o ciclododecanol con ácido nítrico hasta ácido dodecandicarboxílico y la oxidación parcial de NH₃ hasta NO.

- De esta manera, la WO 2005/030690, la WO 2005/030689 y la WO 2004/096745 divulgan un proceso para la oxidación de olefinas con monóxido de dinitrógeno, más precisamente la oxidación de ciclododecatrieno, de ciclododeceno y de ciclopenteno. Todas las tres solicitudes divulgan que además de otras fuentes de monóxido de dinitrógeno también puede emplearse corrientes de gas de combustión o escape las cuales pueden purificarse, por ejemplo, mediante métodos de destilación antes de que se empleen como agentes de oxidación.
- Tanto en el caso de la producción de monóxido de dinitrógeno, como también en el caso del uso de corrientes de gas de combustión o escape, N_2O se produce primero como una mezcla gaseosa diluida con otros componentes. Estos componentes pueden dividirse en aquellos que tienen efecto perturbador para aplicaciones especiales, y aquellos que se comportan de modo inerte. Para el empleo como agentes de oxidación, los gases con efecto perturbador incluyen, 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, designa 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 perturbadores también pueden mencionarse NH_3 y ácidos orgánicos.
- Para aplicaciones específicas es necesario antes de la reacción purificar el monóxido de dinitrógeno empleado. Por ejemplo, para el uso de monóxido de dinitrógeno como agente de oxidación es necesario separar componentes secundarios perturbadores tales como oxígeno u óxidos de nitrógeno NO_x .
- Los procesos para separar NO_x son conocidos fundamentalmente del estado de la técnica. Una sinopsis está, por ejemplo, por M. Thiemann et. al en Ullmann's Encyclopedia, 6th Edition, 2000, Electronic Edition, capítulo "Nitric Acid, Nitrous Acid, and Nitrogen Oxides", sección 1.4.2.3.
- La solicitud WO 00/73202 describe un método de cómo pueden eliminarse NO_x y O_2 de una corriente de gas que contiene N_2O . El NO_x se elimina mediante reducción catalítica con NH_3 y el oxígeno mediante reducción catalítica con hidrógeno u otros agentes de reducción. Sin embargo, este método tiene la ventaja de que el producto se contamina con NH_3 . Sólo es posible una fuerte merma de oxígeno cuando se acepta una pérdida de N_2O , de por ejemplo 3 a 5% de la cantidad contenida originalmente.
- Para aplicaciones especiales también puede ser necesario retirar los compuestos inertes puesto que pueden hacer lenta la reacción con N_2O debido a la dilución. El término "gas inerte", tal como se usa en el contexto de la presente invención, se refiere a un gas que se comporta de modo inerte con respecto a la reacción de N_2O con un olefina, es decir que no reacciona en condiciones de la reacción de olefinas con N_2O , ni con las olefinas ni tampoco con N_2O . Como gases inertes pueden mencionarse, por ejemplo, nitrógeno, dióxido de carbono, argón, metano, etano y propano. Los gases inertes pueden, no obstante, disminuir el rendimiento espacio-tiempo, de tal manera que una merma también puede ser ventajosa. También puede ser ventajoso obtener una mezcla de gases que contiene además gases inertes tales como, por ejemplo, dióxido de carbono y el cual puede emplearse directamente en otra reacción.
- En DE 27 32 267 A1 se divulga, a manera de ejemplo, un proceso para purificar monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso primero se separan óxido de nitrógeno, dióxido de dinitrógeno, dióxido de carbono y agua y a continuación la mezcla de gases se licúa mediante compresión a 40 hasta 300 bar y enfriamiento a 0 hasta $-88^\circ C$. De esta mezcla de gases licuada se separa luego el monóxido de dinitrógeno. Aunque este método logra una purificación y concentración del N_2O , no es atractivo económicamente debido a las altas presiones exigidas (60 bar), las bajas temperaturas ($-85^\circ C$) y las grandes inversiones asociadas con estas.
- En US 4,177,645 se divulga un proceso para separar monóxido de dinitrógeno de corrientes de gas de combustión o escape, el cual asimismo comprende una purificación previa y una destilación a baja temperatura. La solicitud EP 1 076 217 A1 también describe un método para eliminar impurezas con bajo punto de ebullición del N_2O mediante destilación a baja temperatura.
- US 6,505,482, US 6,370,911 y US 6,387,161 también divulgan procesos para purificar monóxido de dinitrógeno en los que se realiza una destilación a baja temperatura en una planta especial.
- Sin embargo, una destilación a baja temperatura exige un gran esfuerzo desde el punto de vista de los equipos debido a las altas presiones y bajas temperaturas, lo cual hace que la purificación del monóxido de dinitrógeno realizada con un método 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 encuentre solamente 3 K por debajo del punto de ebullición. Por lo tanto tienen que aplicarse altas presiones.
- DT 20 40 219 divulga un proceso de preparación para el monóxido de dinitrógeno en el cual el monóxido de dinitrógeno obtenido se concentra y se purifica después de la síntesis. En tal caso, de acuerdo con la DT 20 40 219, primero se produce el monóxido de dinitrógeno mediante oxidación de amoníaco. El monóxido de dinitrógeno producido se purifica separando los gases oxidados y se concentra mediante absorción alta presión después de la

cual sigue una desorción a presión reducida. Los componentes se eliminan, por ejemplo, tratando con una solución alcalina en una torre de lavado. Como solvente para la absorción de la mezcla de gases se utiliza agua de acuerdo con la DT 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 exige el empleo de grandes cantidades de solventes y/o altas presiones para la absorción. Simultáneamente para la separación de otros componentes obstaculizantes de acuerdo con el proceso divulgado en la DT 20 40 219 es necesario otra torre de lavado.

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

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

20 A partir de este estado de la técnica, el objetivo fundamental de la presente solicitud es proporcionar un proceso industrialmente seguro, inocuo, con el cual puedan purificarse y concentrarse de manera efectiva y económica corrientes que contienen monóxido de dinitrógeno. El monóxido de dinitrógeno purificado de esta manera se necesita principalmente como agente de oxidación.

25 Otro objeto de la presente invención es proporcionar procesos para preparar mezclas de gases que puedan usarse como un agente de oxidación sin tratamiento adicional o adición de otros agentes de inertización.

De acuerdo con la invención, este objetivo se logra mediante un proceso para purificar una mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno y NO_x, el cual comprende al menos las siguientes etapas:

30 A1 poner en contacto la mezcla de gases G-0 con una mezcla de solventes (I) que contiene al menos 50 % en peso de agua respecto de la totalidad de la mezcla de solventes (I), en cuyo caso el valor de pH de la mezcla de solventes (I) se encuentra en el rango de 3,5 a 8,0 para obtener una composición (A);

A2 desorción de una mezcla de gases G-1 de la composición (A) para obtener una mezcla de solventes (I');

B1 poner en contacto la mezcla de gases G-1 con una mezcla de solventes (II) que contiene al menos 50 % en peso respecto de la totalidad de la mezcla de solventes (II), donde el valor de pH de la mezcla de solventes (II) se encuentra en el rango de 2,0 a 8,0 para obtener una composición (B);

35 B2 desorción de una mezcla de gases G-2 de la composición (B) para obtener una mezcla de solventes (II');

en cuyo caso el valor de pH se basa en una medición con un electrodo de vidrio, principalmente con un electrodo de vidrio calibrado y compensado por temperatura, donde el valor de pH de la mezcla de solventes (I) o el valor de pH de la mezcla de solventes (II) o el valor de pH de la muestra de solventes (I) y el valor de pH de la muestra de solventes (II) se ajusta adicionando una base.

40 En el contexto de esta solicitud se mide el valor de pH con un electrodo de vidrio disponible comercialmente que había sido calibrado previamente con un amortiguador que tenía un valor de pH conocido. Todos las indicaciones de los valores de pH se refieren a una medición con un electrodo de vidrio calibrado y compensado por temperatura. Si la temperatura de calibración se desvía de la temperatura de medición, se usa una compensación de temperatura. Esta definición y este procedimiento corresponden a la recomendación IUPAC vigente en la actualidad (R.P.Buck et al., Pure Appl. Chem. (2002) 74(11), páginas 2169-2200 y principalmente la sección 11).

45 El proceso de la invención tiene, entre otras, la ventaja de que además de los componentes perturbadores, también se separan parcialmente los componentes inertes. El monóxido de dinitrógeno purificado según la invención se concentra entonces simultáneamente. Sin embargo, mediante el proceso de la invención permanece dióxido de carbono que tiene un efecto inertizante, al menos parcialmente en la mezcla de gases G-2, de tal manera que la mezcla de gases G-2 puede emplearse directamente de manera segura en la industria, inocua, en calidad de agente de oxidación sin la adición de otros gases inertes.

- En tal caso, el proceso de la invención tiene además la ventaja de que la mezcla de solventes (I) o (II) que contiene al menos 50 % en peso de agua, en cada caso respecto de la totalidad de la mezcla de solventes (I) o (II), se emplea para la etapa A1 o la etapa B1. Con esto se impide que el monóxido de dinitrógeno, en calidad de agente fuerte de oxidación, se ponga en contacto en altas concentraciones con un solvente orgánico lo cual conduciría a un alto esfuerzo en términos de equipos y altos costos. Mediante el uso de acuerdo con la invención de las mezclas de solventes (I) o (II) que contienen al menos 50 % en peso de agua respecto de la totalidad de la mezcla de solventes (I) o (II), en el cual se impide además la puesta en contacto y la desorción, según las etapas A1 y A2 o bien las etapas B1 y B2, que la mezcla de gases se contamine con solvente orgánico lo cual conduciría a etapas de purificación adicionales.
- De esta manera, con el proceso de la invención es posible proporcionar un agente de oxidación seguro industrialmente, inocuo, en forma de mezcla de gases.
- Mediante la elección de acuerdo con la invención del valor de pH de la mezcla de solventes (I) y la mezcla de solventes (II) se logra una merma casi total de NO_x . De esta manera se vuelve redundante una separación por aparte de NO_x , por ejemplo mediante DeNO_x o SCRDeNO_x . De esta manera, en el caso del proceso de acuerdo con la invención no existe, por ejemplo, ningún riesgo de contaminación de la corriente del producto con NH_3 que se usan como agentes de reducción para la etapa de DeNO_x .
- Mediante la selección dirigida de acuerdo con la invención del valor de pH de la mezcla de solventes (I) y de la mezcla de solventes (II) puede lograrse principalmente una buena merma de NO_x solamente con una modificación mínima del contenido de dióxido de carbono.
- Las mezclas de solventes empleada de acuerdo con la invención, (I) y (II), tienen en el caso del valor de pH de la invención una alta selectividad para los componentes deseados, principalmente monóxido de dinitrógeno y dióxido de carbono. Simultáneamente, la solubilidad absoluta de monóxido de dinitrógeno en la mezcla empleada según la invención, (I) o (II), es suficiente para lograr una concentración. En tal caso, la mezcla de solventes empleada de acuerdo con la invención, (I) o (II), tiene la ventaja de que incluso bajo presión, en presencia de monóxido de dinitrógeno concentrado, no se presentan problemas de seguridad industrial.
- De acuerdo con la invención, la mezcla de gases G-1 presenta contenido más alto de monóxido de dinitrógeno que la mezcla de gases G-0. La mezcla de gases G-2 tiene a su vez, de acuerdo con la invención, un contenido más alto de monóxido de dinitrógeno que la mezcla de gases G-1.
- La mezcla de gases G-2 purificada de acuerdo con la invención puede emplearse, principalmente en forma líquida, ventajosamente como agente de oxidación. De manera ventajosa, la mezcla de gases G-2 también contiene, además de monóxido de dinitrógeno, dióxido de carbono. CO_2 actúa de manera inertizante para las mezclas de gas que contienen monóxido de dinitrógeno y garantiza una operación inocua, segura en la industria, durante el procesamiento y principalmente durante el almacenamiento y uso subsiguiente de la mezcla de gases G-2 que contiene monóxido de dinitrógeno. Se ha encontrado que en presencia de CO_2 como gas inerte en las mezclas de gases que contienen N_2O en comparación con otros gases inertes se requieren cantidades ostensiblemente más baja de dióxido de carbono para suprimir la tendencia a la auto-descomposición del monóxido de dinitrógeno. De esta manera, son suficientes pequeñas cantidades de CO_2 para inertizar la mezcla de gases G-2.
- El proceso de acuerdo con la invención para purificar una mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno comprende las etapas A1, A2, B1 y B2.
- En tal caso, de acuerdo con la etapa A1 primero se pone en contacto la mezcla de gases G-0 con una mezcla de solventes (I) que contiene al menos 50% en peso de agua con base en la totalidad de la mezcla de solventes (I), en cuyo caso el valor de pH de la mezcla de solventes (I) se encuentra en el rango de 3,5 a 8,0, en cuyo caso se obtiene una composición (A). Al poner en contacto la mezcla de gases G-0 con la mezcla de solventes (I) de acuerdo con la invención se absorbe la mezcla de gases G-0 al menos parcialmente en la mezcla de solventes (I).
- De acuerdo con la invención, el valor de pH de la mezcla de solventes (I) se encuentra en el rango de 3,5 a 8,0, de tal modo que se efectúa principalmente una absorción selectiva de los gases individuales contenidos en la mezcla de gases G-0, pero caso no se absorben otros componentes de la mezcla de gases G-0 o se absorben solamente en una menor medida.
- El valor de pH puede encontrarse en este rango de acuerdo con la invención sin otras medidas adicionales. Sin embargo, de acuerdo con la invención también es posible ajustar el valor de pH en este rango mediante medidas adecuadas, por ejemplo adicionando lejía. El valor de pH de la mezcla de solventes (I) se ajusta preferiblemente de acuerdo con la invención en el rango de 3,5 a 8,0 mediante medidas adecuadas. El valor de pH de la mezcla de solventes (I) se ajusta de manera particularmente preferida en el rango de 3,5 a 8,0 adicionando al menos una lejía.

- 5 Según la etapa A1 se obtiene una composición (A) que contiene la mezcla de solventes (I) así como componentes absorbidos de la mezcla de gases G-0 y opcionalmente productos de reacción de los componentes absorbidos. Simultáneamente, durante la puesta en contacto de acuerdo con la etapa A1 se obtiene una mezcla de gases mermada en los componentes absorbidos la cual preferiblemente, de acuerdo con la invención, no sigue reaccionando.
- 10 La composición (A) seguir tratándose de acuerdo con la invención en la etapa A2. Según la etapa A2 se efectúa una desorción de una mezcla de gases G-1 de la composición (A) para obtener una mezcla de solventes (I'). En tal caso se desorben los gases previamente absorbidos de manera parcial o total. De acuerdo con la invención, se efectúa una desorción tan completa como sea posible del monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso, por ejemplo, no se desorbe otros óxidos de nitrógeno NO_x. La mezcla de solventes (I') puede contener sales principalmente. La mezcla de gases G-1 contiene de acuerdo con la invención, principalmente, monóxido de dinitrógeno, nitrógeno y dióxido de carbono.
- 15 La mezcla de gases G-0 contiene de acuerdo con la invención, por ejemplo, monóxido de dinitrógeno, nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono, argón y monóxido de carbono.
- 20 De acuerdo con la invención, se sigue tratando la mezcla de gases G-1 según la etapa B1. En tal caso, la mezcla de gases G-1 se pone en contacto con una mezcla de solventes (II) que contiene al menos 50 % en peso de agua respecto de la totalidad de la mezcla de solventes (II), lo caso el valor de pH de la mezcla de solventes (II) se encuentra en el rango de 2,0 a 8,0, en cuyo caso se obtiene una composición (B). Al poner en contacto la mezcla de gases G-1 con la mezcla de solventes (II) de acuerdo con la invención la mezcla de gases G-1 se absorbe al menos parcialmente en la mezcla de solventes (II).
- 25 De acuerdo con la invención, el valor de pH de la mezcla de solventes (II) se encuentra en el rango de 2,0 a 8,0, de tal modo que principalmente se efectúa una absorción selectiva de gases individuales contenidos en la mezcla de gases G-1, en cuyo caso otros componentes de la mezcla de gases Y-1 no se absorben o se absorben solamente en menor medida. De acuerdo con la etapa B1 se obtiene una composición (B) que contiene la mezcla de solventes (II) así como componentes absorbidos de la mezcla de gases G-1 y opcionalmente productos de reacción de los componentes absorbidos. Simultáneamente, durante la puesta en contacto según la etapa B1 se obtiene una mezcla de gases mermada en compuestos absorbidos en la cual preferiblemente no sigue reaccionando de acuerdo con la invención.
- 30 La composición (B) sigue tratándose de acuerdo con la invención en la etapa B2. De acuerdo con la etapa B2, se efectúa una desorción de una mezcla de gases G-2 de la composición (B) para obtener una mezcla de solventes (II'). En tal caso se desorben los gases absorbidos previamente de manera parcial o completa. De acuerdo con la invención, se efectúa una desorción de monóxido de dinitrógeno tan completa como sea posible, en cuyo caso, por ejemplo, no se desorben otros óxidos de nitrógeno NO_x. La mezcla de solventes (II') puede contener principalmente sales.
- 35 De acuerdo con la invención, la mezcla de gases G-0 empleada que contiene monóxido de dinitrógeno y NO_x puede provenir de cualquier fuente.
- 40 El término "mezcla de gases", tal como se emplea en el contexto de la presente invención, desista una mezcla de dos o más compuestos que se encuentran en estado gaseoso a presión ambiente y temperatura ambiente. A temperatura modificada o a presión modificada, la mezcla de gases también puede presentarse en otro Estado de agregación; por ejemplo líquida y en el contexto de la presente invención sigue denominándose mezcla de gases.
- 45 En el contexto de la presente invención, la composición de la mezcla de gases o de la mezcla de gases licuadas se indica en % en volumen. Los datos se refieren en tal caso a la composición de las mezclas de gases a presión atmosférica y temperatura ambiente.
- 50 Fundamentalmente, la composición de las mezclas de gases en el contexto de la presente invención puede determinarse de cualquier manera conocida por el especialista. La composición de las mezclas de gases se determina en el contexto de la presente invención preferentemente por medio de cromatografía de gases. Sin embargo, también puede determinarse mediante espectroscopia UV, espectroscopia IR o mediante métodos químicos convencionales.
- Si se emplea una mezcla de gases G-0, entonces su contenido de monóxido de dinitrógeno es esencialmente cualquiera mientras se garantice que sea posible la purificación de acuerdo con la invención.
- Las mezclas de gases que contienen N₂O, que se emplean para este proceso como mezcla de gases G-0, tiene por lo regular un contenido de N₂O entre 2 y 80 % en volumen de N₂O. Además contiene, por ejemplo, 2 a 21% en volumen de O₂ y hasta 30% en volumen de NO_x como componentes no deseados. Además, pueden estar

contenidos, en cantidades variables, N_2 , H_2 , CO_2 , CO , H_2O , NH_3 ; compuestos orgánicos también pueden estar contenidos además a nivel de rastros. Manera de ejemplo, la mezcla de gases 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 de gases G-0 da como resultado 100% en volumen.

5 Según una modalidad preferida del proceso de la invención, se emplea una mezcla de gases que contiene al menos 3% en volumen de monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso a su vez se prefiere mezclas con un contenido de monóxido de dinitrógeno en el rango de 4 a 60 % en volumen, más preferible en el rango de 5 a 25 % en volumen y principalmente preferible en el rango de 8 a 14 % en volumen.

10 Según una modalidad preferida de la presente invención, la mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno y NO_x es al menos un gas de combustión o escape, que contiene monóxido de dinitrógeno, proveniente de un proceso químico. En el contexto de la presente invención también están comprendidas modalidades en las cuales al menos dos gases de combustión o escape que contiene monóxido de dinitrógeno de una única planta sirven como una mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno. Asimismo están comprendidas modalidades en las cuales al menos un gas de combustión o escape que contiene monóxido de dinitrógeno
15 proveniente de una planta y al menos otro gas de combustión o escape que contiene monóxido de dinitrógeno, proveniente al menos de otra planta, sirven como mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno.

Por consiguiente, la presente invención ambiente se refiere a un proceso como el descrito previamente en cuyo caso la mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno es al menos un gas de combustión o escape que contiene monóxido de dinitrógeno proveniente al menos de un proceso industrial.

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

25 El término "modificación", tal como se usa en este contexto en el marco de la presente invención denomina cada proceso adecuado con el cual se modifica la composición química de una mezcla de gases. Por consiguiente, el término modificación abarca, entre otros, modalidades en las cuales un gas de combustión o escape que contiene monóxido de dinitrógeno se concentra respecto del contenido de monóxido de dinitrógeno según al menos un método adecuado. Preferentemente, el gas de combustión o escape no se somete a ninguna modificación.

30 Según otra modalidad, la composición química de un gas de combustión o escape también puede modificarse adicionando monóxido de dinitrógeno puro al gas de combustión o escape.

35 La mezcla de gases empleada G-0 que contiene N_2O y NO_x puede ser un gas de combustión o escape de un proceso industrial, por ejemplo. Preferentemente proviene de un gas de combustión o escape de una planta para producir ácidos carboxílicos mediante oxidación de alcoholes o cetonas con ácido nítrico, como por ejemplo, de una planta de ácido adípico o de ácido dodecandicarboxílico, del gas de combustión o escape de una planta de ácido nítrico que emplea como reactante las corrientes de gas de combustión o escape mencionadas, del gas de combustión o escape de una planta para la oxidación parcial de NH_3 o del gas de escape de una planta que emplea las mezclas de gases allí generadas, como por ejemplo de una planta de hidroxilamina.

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

40 De acuerdo con una modalidad más preferida de la presente invención, el gas de combustión o escape que contiene al menos un monóxido de dinitrógeno proveniente de una planta de ácido adípico, de una planta de ácido dodecandicarboxílico, de una planta de hidroxilamina y/o de una planta de ácido nítrico, en cuyo caso esta última es operada a su vez con al menos un gas de combustión o escape de una planta de ácido adípico, de una planta de ácido dodecandicarboxílico o de una planta de hidroxilamina.

45 De acuerdo con una modalidad preferida, se emplea la corriente de gas de combustión o escape de una planta de ácido adípico en la cual se forman en general 0,8 a 1,0 mol de N_2O mediante oxidación de mezclas de ciclohexanol/ciclohexanona por mol de ácido adípico formado. Tal como está descrito, por ejemplo, en A. K. Uriarte et al., Stud. Surf. Sci. Catal. 130 (2000) páginas 743-748, los gases de combustión o escape provenientes de plantas de ácido adípico contienen además otros componentes en diferentes concentraciones, tales como, entre otros, nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono, monóxido de carbono, óxidos de nitrógeno, agua y compuestos orgánicos volátiles.
50

La planta de ácido dodecandicarboxílico arriba mencionada es esencialmente del mismo tipo de plantas.

Una composición típica de un gas proveniente de una planta de ácido adípico o de una planta de ácido dodecandicarboxílico es, por ejemplo, tal como la representada 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
H ₂ O	~ 7

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

De acuerdo con una modalidad asimismo preferida, se emplea la corriente de gas de combustión o escape de una planta de ácido nítrico que se alimenta total o parcialmente con monóxido de dinitrógeno y gases de combustión escape que contiene óxidos de nitrógeno provenientes de otros procesos. En plantas de ácido nítrico de este tipo se adsorben óxidos de nitrógeno y se hacen reaccionar en su mayor parte para producir ácido nítrico, mientras que el monóxido de dinitrógeno no reacciona. A manera de ejemplo, una planta de ácido nítrico de este tipo puede alimentarse con óxidos de nitrógeno que se producen mediante la combustión dirigida de amoníaco y con gases de combustión o escape de una planta de ácido adípico y/o con gases de combustión o escape de una planta de ácido dodecandicarboxílico. Asimismo es posible alimentar una planta de ácido nítrico de este tipo solamente con gases de combustión o escape de una planta de ácido adípico y/o con gases de combustión o escape de una planta de ácido dodecandicarboxílico.

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

20 Una composición típica, a manera de ejemplo, de un gas de combustión o escape proveniente de una planta de ácido nítrico de este tipo se representa 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

La corriente de gas de combustión o de escape de una planta de ácido nítrico puede emplearse directamente en el proceso de acuerdo con la invención.

25 Según una modalidad también preferida del proceso de la invención, se emplea la corriente de gas de combustión o de escape de una planta de hidroxilamina en la cual, a manera de ejemplo, primero se oxida amoníaco con aire o con oxígeno para producir NO, en cuyo caso se forman pequeñas cantidades de monóxido de dinitrógeno como subproducto. El NO nada a continuación con hidrógeno para producir hidroxilamina. Una vez que el monóxido de dinitrógeno es inerte en las condiciones de hidrogenación, se acumula en el circuito de hidrógeno. En versiones del proceso preferidas, la corriente de purga de una planta de hidroxilamina contiene monóxido de dinitrógeno en el rango de 9 a 13 % en volumen en hidrógeno. Esta corriente de purga puede emplearse como tal para la purificación de acuerdo con la invención. Asimismo es posible concentrar esta corriente respecto del contenido de monóxido de dinitrógeno tal como se ha descrito previamente.

35 Por consiguiente, la presente invención también se refiere a un proceso tal como el descrito previamente en el cual la mezcla de gases G-0 es el gas de combustión o escape de una planta de ácido adípico y/o de una planta de ácido dodecandicarboxílico y/o de una planta de hidroxilamina y/o de una planta de ácido nítrico operada con el gas de combustión o escape de una planta de ácido adípico y/o de una planta de ácido dodecandicarboxílico y/o de una planta de hidroxilamina.

Asimismo, en el contexto del presente proceso según la invención, el monóxido de dinitrógeno puede producirse de manera dirigida para emplearse en el proceso. En tal caso se prefiere, entre otros, la preparación mediante la

descomposición térmica de NH_4NO_3 , tal como se describe a manera de ejemplo en la US 3,656,899, cuyo contenido a este respecto se incorpora completamente mediante referencia al contexto de la presente solicitud. Asimismo se prefiere además la preparación mediante oxidación catalítica de amoníaco, tal como esto se describe, por ejemplo, en US 5,849,257 o en WO 98/25698, cuyo contenido este respecto se incorpora completamente mediante referencia al contexto de la presente solicitud.

Según la invención se efectúa La concentración de N_2O poniendo en contacto la mezcla de gases G-0 con la mezcla de solventes (I) y con esta una primera absorción de N_2O y con esta preferiblemente, debido a las propiedades físicas similares, también de CO_2 , de la mezcla de gases G-0 en la mezcla de solventes (I) y a continuación desorción de la mezcla de gases G-1 de la composición (A), según las etapas A1 y A2.

De acuerdo con la invención, el valor de pH de la mezcla de solventes (I) durante la puesta en contacto según la etapa A1 se encuentra en el rango de 3,5 a 8,0. A este valor de pH se efectúa según la invención una buena absorción del monóxido de dinitrógeno y dióxido de carbono en la mezcla de solventes (I), en cuyo caso no se absorben, o poco se absorben, otros gases que pueden estar contenidos en la mezcla de gases G-0. El valor de pH se encuentra preferiblemente en un rango de 5,0 a 5,7, particularmente preferible en un rango de 6,0 a 7,0.

En tal caso, de acuerdo con la invención del valor del pH se mide antes o durante la puesta en contacto según la etapa A1 del proceso de la invención y luego se ajusta el valor de pH, por ejemplo, mediante medidas adecuadas. Asimismo, de acuerdo con la invención es posible que no sea necesaria ninguna medida para ajustar el valor de pH.

Fundamentalmente, el valor de pH en puede ajustarse según la invención mediante todas las medidas conocidas por el especialista. Las medidas adecuadas para ajustar el valor de pH son, por ejemplo, la adición de una lejía o la adición de otros solventes.

A manera de ejemplo, el valor de pH de la mezcla de solventes (I) se mide antes o después de la puesta en contacto según la etapa A1 y el valor de pH se ajusta en el rango de acuerdo con la invención mediante medidas adecuadas. La medición del valor de pH puede efectuarse en tal caso, según la invención, de manera continua o discontinua.

Durante la puesta en contacto según la etapa A1, se efectúa una absorción de acuerdo con la invención en cuyo caso se obtiene una composición (A) y una corriente de gas mermada en gases absorbidos. La composición (A) tiene en tal caso, de acuerdo con la invención, un valor de pH diferente del de la mezcla de solventes (I).

De acuerdo con la invención, la composición (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, 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 de hidrogenocarbonato de sodio; así como rastros de oxígeno y argón. En tal caso, la suma de los componentes de la composición (A) da como resultado el 100% en peso.

De acuerdo con la invención, la corriente de gas mermada contiene, por ejemplo, 0,1 a 2,0 % en volumen de argón, principalmente 0,25 a 1,5 % en volumen, preferible 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, preferiblemente 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, preferiblemente 80 a 90 % en volumen de nitrógeno; por ejemplo, 0,01 a 0,5 % en volumen de monóxido de carbono, principalmente 0,05 a 0,25 % en volumen, preferiblemente 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, preferiblemente 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, preferiblemente 0,5 a 0,75 % en volumen de agua. En tal caso, la suma de los componentes de la corriente de gases da como resultado 100 % en volumen.

La etapa A1 del proceso de la invención se realiza preferentemente de manera continua. Es decir que en el contexto de la presente invención la mezcla de solventes (I) y la mezcla de gases G-0 se ponen en contacto continuamente, en cuyo caso se forman la composición (A) y la corriente de gas mermada.

De acuerdo con la invención, en la puesta en contacto de acuerdo con la etapa A1 preferiblemente se absorben el monóxido de dinitrógeno y el dióxido de carbono. De acuerdo con la invención, también pueden absorberse, por ejemplo, oxígeno, nitrógeno y argón. También se absorben los óxidos de nitrógeno NO_x de acuerdo con la etapa A1.

5 El proceso de acuerdo con la invención comprende además una etapa A2 en la cual se desorbe una mezcla de gases G-1 de la composición (A) para obtener una mezcla de solventes (I').

En tal caso, de la composición (A) se desorbe preferiblemente, de acuerdo con la etapa A2, monóxido de dinitrógeno y dióxido de carbono.

10 Por ejemplo, para el caso en que el valor de pH se ajusta en el proceso de la invención adicionando una lejía, principalmente lejía de hidróxido de sodio, la mezcla de solventes (I') contiene según la invención, 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, 0,001 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, 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. La mezcla de solventes (I') también puede contener además otros compuestos. En tal caso, la suma de los compuestos de la composición (A) da como resultado 100% en peso.

20 La mezcla de solventes (I) empleada de acuerdo con la invención que contiene al menos 50% en peso de agua respecto de la totalidad de la mezcla de solventes (I), contiene, por ejemplo, 50 a 100 % en peso de agua, preferiblemente 60 a 99,999 % en peso de agua, principalmente 70 a 99 % en peso de agua, particularmente preferible 80 a 98 % en peso de agua, por ejemplo 90 a 95 % en peso de agua. De acuerdo con una modalidad, la mezcla de solventes (I) contiene al menos 80% en peso de agua, cada caso respecto de la totalidad de la mezcla de solventes (I).

25 De acuerdo con la invención, la mezcla de solventes puede contener, además de agua, también otros solventes polares, miscibles con agua, por ejemplo, glicoles. La mezcla de solventes (I) no contiene otros solventes polares. Además, además de agua, la mezcla de solventes (I) puede contener también sales disueltas, por ejemplo sales de los metales alcalinos o alcalinotérreos, principalmente hidróxidos, hidrogenocarbonatos, carbonatos, nitratos, nitritos, sulfatos, hidrogenofosfatos o fosfatos.

30 De acuerdo con la invención, el contenido de sales en la mezcla de solventes (I) es menor a 5% en peso, preferiblemente menor a 2,5% en peso, principalmente menor a 1,0 % en peso, particularmente preferible menor a 0,5 % en peso. El contenido de sales en la mezcla de solventes (I) es, por ejemplo, de 0,0001 a 5 % en peso, preferiblemente de 0,001 a 2,5 % en peso, principalmente 0,01 a 1,0 % en peso.

Durante la desorción de acuerdo con la etapa A2 se obtiene una mezcla de gases G-1 y una mezcla de solventes (I').

35 En el contexto de la presente invención, la mezcla de gases G-1 tiene, por ejemplo, un contenido de N_2O de 40 a 80 % en volumen, preferentemente de 45 a 75 % en volumen, principalmente de 50 a 65 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, de 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 Vol.%, 61 % en volumen, 62 % en volumen, 63 % en volumen, 64 % en volumen o 65 % en volumen.

40 La mezcla de gases G-1 tiene, por ejemplo, un contenido de CO_2 de 5 a 15 % en volumen, preferentemente de 6 a 12 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, 7 % en volumen, 9 % en volumen, 10 % en volumen u 11 % en volumen. La mezcla de gases G-1 tienen simultáneamente, por ejemplo, un contenido de O_2 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 de gases G-1 puede contener todavía 20 a 40 % en volumen de N_2 , 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 de gases G-1 da como resultado 100 % en volumen. La mezcla de gases G-1 puede contener además, todavía 0 a 10 % en volumen de agua, principalmente 2 a 8 % en volumen, preferiblemente 4 a 6 % en volumen de agua.

Según las etapas B1 y B2 se efectúa una puesta en contacto de la mezcla de gases G-1 con una mezcla de solventes (II) adecuada y a continuación una desorción de la mezcla de gases G-2.

5 El proceso de acuerdo con la invención presentan además una etapa B1-etapa B2. De acuerdo con la invención, el valor de pH de la mezcla de solventes (II) se encuentra en el rango de 2,0 a 8,0 al entrar en contacto de acuerdo con la etapa B1. A este valor de pH, de acuerdo con la invención se efectúa una buena absorción del monóxido de dinitrógeno y dióxido de carbono en la mezcla de solventes (II), en cuyo caso no se desorben otros gases, o se desorben poco, otros gases que pueden estar contenidos en la mezcla de gases G-1. El valor de pH se encuentra preferiblemente en un rango de 2,5 a 8,0, principalmente 3,5 a 8,0, más preferible de 5,0 a 5,7, particularmente preferible en un rango de 6,0 a 7,0.

10 El valor de pH puede encontrarse en este rango sin medidas adicionales de acuerdo con la invención. Aunque de acuerdo con la invención también es posible ajustar el valor de pH en este rango mediante medidas adecuadas, por ejemplo adicionando lejía.

De acuerdo con la invención, el valor de pH puede medirse antes o durante la puesta en contacto según la etapa B1 del proceso de la invención y luego el valor de pH puede acostarse opcionalmente mediante medidas adecuadas. La medición del valor de pH puede efectuarse en tal caso, según la invención, de manera continua o discontinua.

15 El valor de pH de la mezcla de solventes (II) se mide preferiblemente antes de la puesta en contacto según la etapa B1 y el valor de pH se ajusta en el rango de acuerdo con la invención.

En la puesta en contacto según la etapa B1, de acuerdo con la invención se efectúa una absorción en cuyo caso se obtiene una composición (B) y una corriente de gases mermada en gases absorbidos. La composición (B) tiene en tal caso, de acuerdo con la invención, otro valor de pH diferente del de la mezcla de solventes (II)

20 De acuerdo con la invención, la composición (B) 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 2,5 % en peso de monóxido de dinitrógeno, principalmente 0,1 a 1,5 % en peso, preferiblemente 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 (B) da como resultado 100% en peso.

Preferentemente, la etapa B1 del proceso de la invención se realiza de manera continua. Esto significa en el contexto de la presente invención que la mezcla de solventes (II) y la mezcla de gases G-1 se ponen en contacto de manera continua, en cuyo caso se forman continuamente la composición (B) y la corriente de gases mermada.

Preferentemente, las etapas A1 y B1 del proceso de la invención se realizan de manera continua.

30 De acuerdo con la invención, durante la puesta en contacto según la etapa B1, se absorben preferentemente monóxido de dinitrógeno y dióxido de carbono. Los óxidos de nitrógeno NO_x que permanecen en la mezcla de gases G-1 también se absorben según la etapa B1.

De acuerdo con la invención, se absorbe preferiblemente 60 a 80% de la corriente de gases entrante.

35 El proceso de la invención comprende además una etapa B2 en la que se desorbe una mezcla de gases G-2 de la composición (B) para obtener una mezcla de solventes (II').

40 De acuerdo con la etapa B2, preferiblemente se desorben monóxido de dinitrógeno y dióxido de carbono de la composición (B). La mezcla de solventes (II') puede presentar de acuerdo con la invención otro valor de pH diferente del de la composición (B) o de la mezcla de solventes (II). De acuerdo con la invención, también es posible que la mezcla de solventes (II'), la composición (B) y la mezcla de solventes (II) tengan el mismo valor de pH, o un valor de pH que se encuentra en el mismo rango.

45 Cuando se ajusta el valor de pH de la mezcla de solventes (II) y de la mezcla de solventes (II), el valor de pH de la mezcla de solventes (I) y de la mezcla de solventes (II) pueden ajustarse independientemente entre sí. De acuerdo a la invención también es posible que se ajuste solamente el valor de pH de la mezcla de solventes (I) o de la mezcla de solventes (II). Aunque los valores de pH de la mezcla de solventes (I) y de la mezcla de solventes (II) también pueden ajustarse en el mismo rango de acuerdo con la invención.

50 Independientemente de la mezcla de solventes (I) empleada de acuerdo con la invención, la mezcla de solventes (II) empleada de acuerdo con la invención contiene al menos 50% de agua, por ejemplo, 50 a 100 % en peso de agua, preferentemente 60 a 99,999 % en peso de agua, principalmente 70 a 99 % en peso de agua, particularmente preferible 80 a 98 % en peso de agua, por ejemplo 90 a 95 % en peso de agua. Según una modalidad, la mezcla de solventes (II) contiene al menos 80% en peso de agua, cada caso respecto de la totalidad de la mezcla de solventes (II).

Por lo tanto, la presente invención también se refiere a un proceso tal como el descrito previamente para purificar una mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso la mezcla de solventes (I) o la mezcla de solventes (II) o la mezcla de solventes (I) y la mezcla de solventes (II), contienen al menos 80 % en peso de agua, cada caso respecto de la totalidad de las mezclas de solventes (I) o (II).

5 De acuerdo con la invención, la mezcla de solventes puede contener, además de agua, también otros solventes polares, miscibles con agua, por ejemplo glicoles. La mezcla de solventes (II) preferentemente no contiene más solventes polares. Además, la mezcla de solventes (II) también puede contener, además de agua, sales disueltas como, por ejemplo, sales de los metales alcalinos o alcalinotérreos, principalmente hidróxidos, hidrogenocarbonatos, carbonatos, nitratos, nitritos, sulfatos, hidrogenofosfatos o fosfatos.

10 De acuerdo con la invención, el contenido de sales en la mezcla de solventes (II) es menor a 5% en peso, preferiblemente menor a 2,5% en peso, principalmente menor a 1,0% en peso, particularmente preferible menor a 0,5 % en peso. El contenido de sales en la mezcla de solventes (I) es, por ejemplo, de 0,0001 a 5 % en peso, preferiblemente de 0,001 a 2,5 % en peso, principalmente de 0,01 a 1,0 % en peso.

15 Por lo tanto, la presente invención también se refiere a un proceso tal como el descrito previamente para purificar una mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno y NO_x, en cuyo caso la mezcla de solventes (I) o la mezcla de solventes (II) o la mezcla de solventes (I) y la mezcla de solventes (II) contienen menos de 10 % en peso de sales, cada caso respecto de la totalidad de la mezcla de solventes (I) o (II).

20 El valor de pH de la mezcla de solventes (I) se encuentra, de acuerdo con la invención, preferiblemente en un rango de 3,5 y 8,0, particularmente preferible en el rango de 5,0 a 7,5 y muy particularmente preferible en el rango de 6,0 a 7,0. El valor de pH de la mezcla de solventes (II) se encuentra de acuerdo con la invención, preferiblemente en un rango de 2,0 a 8,0, principalmente en el rango de 2,5 a 8,0, más preferiblemente en el rango de 3,5 y 8,0, particularmente preferible en el rango de 5,0 a 7,5 y muy particularmente preferible en el rango de 6,0 a 7,0.

25 Por lo tanto, la presente invención también se refiere a un proceso tal como el descrito previamente para la purificación de una mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno, en cuyo caso el valor de pH de la mezcla de solventes (I) o el valor de pH de la mezcla de solventes (II) o el pH de la mezcla de solventes (I) y el valor de pH de la mezcla de solventes (II) se encuentra en el rango de 6,0 a 7,0.

De acuerdo con la invención, el valor de pH de la mezcla de solventes (I) o (II) puede ajustarse mediante cada uno de los métodos conocidos por el especialista. El valor de pH se ajusta, sin embargo, al menos adicionando una base a la mezcla de solventes (I) o (II).

30 Las medidas adecuadas son, por ejemplo, adición de un ácido o de una lejía o introducción de solvente junto con una descarga simultánea del solvente cargado.

35 Por lo tanto, la presente invención se refiere también a un proceso tal como el descrito previamente para purificar una mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno y NO_x, en cuyo caso el valor de pH de la mezcla de solventes (I) o el valor de pH de la mezcla de solventes (II) o el valor de pH de la mezcla de solventes (I) y el valor de pH de la mezcla de solventes (II) se ajusta adicionando una base.

40 En teoría como base libre usarse cada compuesto concebible cuyo valor de pH sea > 8.0 en forma de solución al 1% en peso en agua. De acuerdo con la invención se prefieren bases inorgánicas fuertes, principalmente hidróxidos, carbonatos, hidrogenocarbonato o fosfatos de los metales alcalinos o alcalinotérreos. Se emplean de manera particularmente preferida NaOH, KOH, Na₂CO₃, NaHCO₃, Na₃PO₄, K₃PO₄. Mas preferidos el empleo de las bases en forma de una solución acuosa concentrada.

Rango de concentración adecuados son, en el contexto de la presente invención, por ejemplo soluciones acuosas al 10 hasta el 60%, preferiblemente soluciones acuosas al 20 hasta 55%, particularmente preferidas soluciones acuosas al 25 hasta 50%, por ejemplo soluciones acuosas al 30%, soluciones acuosas en 35%, soluciones acuosas al 40% con soluciones acuosas al 45%.

45 De acuerdo con la invención particularmente se prefiere el empleo de una solución acuosa de NaOH como base.

Según una modalidad preferida de la presente invención, como base se emplea una solución acuosa de NaOH al 25 hasta al 50 %.

50 Por lo tanto, la presente invención también se refiere a un proceso tal como el descrito previamente para purificar una mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno y NO_x, lo caso el valor del pH de la mezcla de solventes (I) o el valor del pH de la mezcla de solventes (II) o el valor del pH de la mezcla de solventes (I) y el valor del pH de la mezcla de solventes (II) se ajusta adicionando una base seleccionada del grupo constituido por

hidróxidos de metales alcalinos, carbonatos de metales alcalinos, hidrogenocarbonatos de metales alcalinos, fosfatos de metales alcalinos, hidróxidos de metales alcalinotérreos, carbonatos de metales alcalinotérreos, hidrogenocarbonatos de metales alcalinotérreos y fosfatos de metales alcalinotérreos.

5 La mezcla de gases G-2 obtenida mediante el proceso de purificación según la invención contiene al menos 50 % en volumen de N₂O, particularmente preferible al menos 60 % en volumen de N₂O y muy particularmente preferible al menos 75 % en volumen de N₂O. La mezcla de gases G-2 contiene usualmente hasta 99 % en volumen de N₂O, principalmente hasta 97 % en volumen de N₂O, por ejemplo hasta 96 % en volumen de N₂O, hasta 95 % en volumen de N₂O, hasta 94 % en volumen de N₂O, hasta 93 % en volumen de N₂O, hasta 92 % en volumen de N₂O, hasta 91 % en volumen de N₂O, hasta 90 % en volumen de N₂O o incluso hasta 85 % en volumen de N₂O.

10 En el contexto de la presente invención, la mezcla de gases G-2 tiene, por ejemplo, un contenido de N₂O 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.

15 La mezcla de gases G-2 tiene, por ejemplo, un contenido de CO₂ de 1 a 20 % en volumen, preferentemente de 5 a 15 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, de 6 % en volumen, 7 % en volumen, 8 % en volumen, 9 % en volumen, 10 % en volumen, 11 % en volumen, 12 % en volumen, 13 % en volumen o 14 % en volumen. La mezcla de gases G-2 tiene simultáneamente, 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 de gases 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 de gases 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.

25

Según una modalidad preferida del proceso de la invención tanto la mezcla de solventes (I') como también la mezcla de solventes (II') pueden reciclarse al proceso de la invención, al menos parcialmente.

30 En tal caso, de acuerdo con la invención es posible que la mezcla de solventes (I') y/o la mezcla de solventes (II') se reciclen al proceso de la invención al menos parcialmente como mezcla de solventes (I) o (II). De acuerdo con la invención, la mezcla de solventes (I') y/o la mezcla de solventes (II') pueden tratarse principalmente antes de introducirse nuevamente al proceso en forma de mezcla de solventes (I) o (II). En tal caso es posible principalmente que primero se determine el pH de la mezcla de solventes (I') y/o (II') y luego opcionalmente se ajuste el valor de pH, mediante medidas adecuadas, en el rango del pH de las mezclas de solventes (I) y (II).

35 Principalmente, de acuerdo con la invención también es posible que solamente una parte de la mezcla de solventes (I') y/o (II') se introduzca nuevamente al proceso y se mezcle, por ejemplo, con agua o algún otro solvente a fin de introducirse de nuevo al proceso como mezcla de solventes (I) y/o (II).

40 Cuando la mezcla de solventes (I') y/o (II') se recicla completamente o parcialmente al proceso, se efectúa una medición del valor del pH preferentemente antes, después o durante la desorción según las etapas A2 y/o B2, principalmente antes de la desorción. La medición del valor de pH puede efectuarse principalmente en el equipo de desorción de manera continua. Sin embargo, de acuerdo con la invención también es posible medir el pH de la mezcla de solventes en el equipo de desorción.

45 La puesta en contacto de acuerdo con la etapa A1 o B1 del proceso de la invención, y con ésta la absorción, puede efectuarse fundamentalmente según todos los métodos conocidos por el especialista. La absorción en la mezcla de solventes puede ocasionarse elevando la presión del gas reactante o reduciendo la temperatura de la mezcla de solventes o mediante una combinación de las medidas mencionadas.

Preferentemente, en la etapa A1 o B1 del proceso de la invención primero se comprime la mezcla de gases, por ejemplo a una presión de 10 a 35 bar, preferiblemente de 13 a 30 bar, preferentemente de 14 a 25 bar. A continuación, la mezcla de gases comprimida se pone en contacto preferentemente a esta presión con la mezcla de solventes (I) según la etapa A1 o en la mezcla de solventes (II) según la etapa B1.

50 Por lo tanto, la presente invención se refiere a un proceso tal como el descrito previamente para purificar una mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno y NO_x, en cuyo caso la presión durante la puesta en contacto según la etapa A1 o B1 o A1 y B1 se encuentra en un rango de 10 a 35 bar.

La puesta en contacto según la etapa A1 y la etapa B1 se efectúa de acuerdo con la invención en dispositivos (absorbentes), en los cuales se genera una interface gas-líquido a través de la cual se hace posible una transferencia de masa y calor entre las fases y los cuales están provistos, en caso de necesidad, con dispositivos internos o externos para suministro de calor y/o disipación de calor.

- 5 Las fases pueden conducirse en el absorbente en co-corriente, en contracorriente o en una combinación de las mencionadas.

La puesta en contacto con la absorción puede realizarse según la invención en una o varias etapas, preferentemente en una etapa. En tal caso, durante la puesta en contacto el absorbente usado es preferiblemente un dispositivo con varios platos teóricos, en particular de 2 a 8 platos teóricos, más preferiblemente de 3 a 6.

- 10 Las posibles modalidades del absorbente son columnas que tienen bandejas, por ejemplo bandejas campana burbujeadora o bandejas de tamiz, columnas con dispositivos internos estructurados tales como, por ejemplo paquetes, columnas con dispositivos internos no estructurados tales como, por ejemplo, cuerpos de relleno, o aparatos en los cuales la fase líquida se encuentra presente en forma dispersa, por ejemplo, aspergiendo por boquillas, o una combinación de las mencionadas.

- 15 La desorción de la mezcla de gases G-1 o G-2 de la composición (A) o la composición (B) según la etapa A2 o B2 del proceso de la invención puede provocarse disminuyendo la presión sobre la mezcla de solventes, elevando la temperatura de la mezcla de solventes o destilando por arrastre (despojando) con vapor de solvente o una combinación de las mencionadas.

- 20 Los requisitos para los equipos (desorbentes) para la desorción de la mezcla de gases G-1 o G-2 de la composición (A) o la composición (B), así como la conducción de las fases son análogos a aquellos del absorbente, es decir son equipos adecuados en los que se genera una interface gas-líquido a través de la cual se hace posible una transferencia de masa y calor entre las fases y los cuales están provistos en caso de necesidad con dispositivos internos o externos para suministro de calor y/o disipación de calor.

La desorción puede realizarse según la invención en una o varias etapas.

- 25 Las posibles formas de realización del desorbente son un recipiente sencillo (de despresurización) y columnas.

- 30 Una modalidad preferida de la presente invención en la cual la puesta en contacto con la mezcla de solventes y la desorción están unidas en términos de aparatos es, por ejemplo, la columna de pared divisoria. En tal caso, la puesta en contacto y la absorción asociada a esta y la desorción se operan de manera combinada, cambiando la temperatura en varias etapas, a contracorriente, con un arrastre con vapor de solvente. En tal caso puede efectuarse una unificación en términos de aparatos de la puesta en contacto y la desorción, tanto según A1 y A2, como también según B1 y B2, 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 las etapas A1 y A2 o las etapas B1 y B2 o las etapas A1 y A2 y las etapas B1 y B2 se realizan en una columna de pared divisoria.

- 35 En el sentido de una modalidad particularmente preferida de la invención, según la etapa A1 primero se pone en contacto la mezcla de gases G-0 que contiene N_2O y NO_x a presión elevada p_{Abso} en una columna de absorción operada en contracorriente, la cual está empacada con cuerpos de relleno de modo aleatorio, con la mezcla de solventes (I), en cuyo caso puede tener lugar una absorción; y se obtiene una composición (A). Según la etapa A2, de acuerdo con esta modalidad la composición (A) se transfiere a un recipiente en el cual la composición (A) se despresuriza a una presión más baja $p_{Deso} < p_{Abso}$. El proceso es operado preferentemente de manera casi isotérmica con una diferencia de temperatura entre la temperatura de absorción y la temperatura de desorción de máximo 20 K, preferentemente de máximo 15K, principalmente de máximo 10 K. La presión de absorción es en este caso de 1 a 100 bar, preferible de 5 a 65 bar, principalmente de 10 a 40 bar, preferiblemente 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 absolutos, preferentemente de 0,5 a 1,5 bar absolutos, particularmente preferible de 1,0 a 1,2 bar absolutos.

- 50 Preferentemente, asimismo según la etapa B1 primero se pone en contacto la mezcla de gases G-1 a presión elevada p_{Abso} en una columna de absorción operada en contracorriente, la cual está empacada con cuerpos de relleno de modo aleatorio, con una mezcla de solventes (II), en cuyo caso se obtiene la composición (B). Según la etapa B2, la composición (B) se transfiere a un recipiente en el cual se despresuriza la composición (B) a una presión más baja $p_{Deso} < p_{Abso}$. Asimismo, el proceso es operado preferentemente de manera casi isotérmica con una diferencia de temperaturas entre la temperatura de absorción y la temperatura de desorción de máximo 20 K, preferentemente de máximo 15 K, principalmente de máximo 10 K. La presión de absorción es en tal caso de 1 a

100 bar, preferiblemente de 5 a 65 bar, principalmente de 10 a 40 bar, preferiblemente de 10 a 35 bar, particularmente preferible de 13 a 30 bar, más preferiblemente de cerca de 14 a 25 bar y la presión de desorción es de 0,1 a 2 bar absolutos, preferentemente de 0,5 a 1,5 bar absolutos, particularmente preferible de 1,0 a 1,2 bar absolutos.

5 La mezcla de gases G-0 tiene según esta modalidad, preferentemente durante la puesta en contacto de acuerdo con A1, preferentemente un contenido de N₂O de 4 a 25 % en volumen, preferentemente de 6 a 20 % en volumen, principalmente de 8 a 18 % en volumen, particularmente preferible, por ejemplo, de 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.

10 La mezcla de gases G-0 tiene, por ejemplo, un contenido de CO₂ de 0,1 a 7,5 % en volumen, preferentemente de 0,5 a 5 % en volumen, particularmente preferible 1 a 2,5 % en volumen. Simultáneamente, la mezcla de gases G-0 tiene, por ejemplo, un contenido de O₂ 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 de gases G-0 tiene todavía 50 a 95 % en volumen de N₂, preferentemente 60 a 90 % en volumen, particularmente preferible 70 a 85 % en volumen, así como otros componentes, por ejemplo ácidos de nitrógeno o residuos de solventes. En tal caso, NO_x puede estar contenido, por ejemplo, en una cantidad de 0,0001 a 0,15 % en volumen, preferentemente 0,0005 a 0,1 % en volumen. La suma de los componentes de la mezcla de gases GA-0 da como resultado 100 % en volumen.

20 De acuerdo con la invención es posible, tal como se ha descrito previamente, que la mezcla de solventes (I') se recicle al proceso, al menos parcialmente, como mezcla de solventes (I) o que la mezcla de solventes (II') se reciclen al proceso, al menos parcialmente, como mezcla de solventes (II). En tal caso, la mezcla de solventes (I') o (II') puede volver a emplearse completa o parcialmente, preferiblemente de modo parcial como mezcla de solventes (I) o (II).

25 De acuerdo con la invención principalmente se prefiere que una parte de la mezcla de solventes (I') o (II') se descargue del proceso. De acuerdo con la invención, pueden descargarse, por ejemplo, 0,01 a 5 % de toda la mezcla de solventes, preferiblemente 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 %.

30 De acuerdo con la invención se prefiere que la mezcla de solventes (I') o (II') se recicle parcialmente, en cuyo caso a la mezcla de solventes pueden adicionarse respectivamente otros compuestos, principalmente agua. En tal caso, se adicionan los otros compuestos en una cantidad que corresponde a la cantidad de la mezcla de solventes (I') o (II') que no se recicla al proceso. El valor del pH se ajusta de acuerdo con la invención a un rango adecuado para la mezcla de solventes (I) o (II). De acuerdo con la invención es posible que la medición del valor de pH se efectúe de manera continua.

35 De acuerdo con la invención también es posible introducir nuevamente la mezcla de solventes (I') o (II') completamente como mezcla de solventes (I) o (II) siempre que se garantice que el valor del pH de la mezcla de solventes (I) o (II) se ajusta en el rango de acuerdo con la invención. En tal caso de acuerdo con la invención es posible principalmente que se eliminen compuestos individuales de la mezcla de solventes (I') o (II') mediante medidas adecuadas, por ejemplo sales o solventes, antes de reciclar al proceso la mezcla respectiva como mezcla de solventes (I) o (II).

40 Por lo tanto, la presente invención también se refiere a un proceso como el descrito previamente para purificar una mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno y NO_x, donde la mezcla de solventes (I') se recicla al proceso al menos parcialmente como mezcla de solventes (I), o donde la mezcla de solventes (II') se recicla al proceso al menos parcialmente como mezcla de solventes (II), o donde la mezcla de solventes (I') se recicla al proceso al menos parcialmente como mezcla de solventes (I) y la mezcla de solventes (II') se recicla al proceso al menos parcialmente como mezcla de solventes (II).

45 En esta versión del proceso, el proceso según la invención se ejerce preferiblemente como proceso continuo.

50 En una versión continua particularmente preferida del proceso, una parte de la mezcla de solventes (I') o (II') se descarga y se reemplaza por agua desmineralizada. La cantidad de la mezcla de solventes que se descarga y la cantidad de solvente recién preparado, principalmente de agua, que se adiciona se calcula de tal manera que por una parte la cantidad de mezcla de solventes (I) o (II) permanezca aproximadamente constante en el sistema y por otra parte la cantidad de sales diluidas en la mezcla de solventes (I) o en la mezcla de solventes (II) preferentemente no se incremente por encima del 10% y particularmente preferible no se incremente por encima del 7%, cada caso respecto de la totalidad de la mezcla de solventes (I) o (II).

Además de las etapas A1, A2, B1 y B2, el proceso de la invención también puede comprender otras etapas. De esta manera, el proceso también puede comprender, por ejemplo, otro tratamiento de la mezcla de gases G-1 entre las

etapas A2 y A1. Tratamientos de este tipo comprenden, por ejemplo, un cambio en la temperatura o un cambio en la presión o un cambio en la temperatura y la presión.

5 Por ejemplo, la composición de una mezcla de gases puede cambiar, por ejemplo, mediante condensación de uno de los componentes. Estos componentes pueden ser, por ejemplo, agua o un compuesto diferente contenido en la mezcla de solventes (I), preferentemente un solvente que se emplea en el contexto del proceso de la invención en la mezcla de solventes (I) para la puesta en contacto según la etapa A1.

10 De acuerdo con la invención es posible que se separen otros componentes de la mezcla de gases G-1 o G-2. Esto es posible, por ejemplo, de tal manera que de la mezcla de gases G-2 se separen rastros de agua mediante compresión y subsiguiente enfriamiento, los cuales pueden estar contenidos en la mezcla de gases G-2 después de la desorción de acuerdo con la etapa B2.

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

15 Asimismo es posible en el contexto de la presente invención, después de las etapas A1, A2, B1 y B2, realizar una condensación parcial de monóxido de dinitrógeno o una rectificación, por ejemplo, principalmente para separar los compuestos con bajo punto de ebullición que permanecen en la mezcla de gases G-2 tales como, por ejemplo, oxígeno y nitrógeno.

20 De acuerdo con la invención la mezcla de gases G-2, purificada mediante el proceso de la invención, que contiene monóxido de dinitrógeno, puede emplearse en otra reacción. Para esto, la mezcla de gases puede emplearse en forma gaseosa. Sin embargo, también es posible tratar la mezcla de gases obtenida primero de tal manera que la mezcla de gases esté presente en forma líquida o en forma supercrítica y luego se emplee en otra reacción. La mezcla de gases puede licuarse mediante una elección adecuada de la presión o de la temperatura.

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

25 Para esto preferentemente primero se comprime la mezcla de gases G-2 y se enfría a continuación. En tal caso, la mezcla de gases G-2 se comprime ventajosamente a una presión de 1 a 35 bar, preferiblemente 2 a 30 bar, más preferiblemente 3 a 27 bar. Un enfriamiento se efectúa preferentemente a continuación, preferiblemente a 10 a -70 °C, particularmente preferible a 8 a -30 °C, principalmente a 5 a -25°C.

30 El proceso de acuerdo con la invención tiene entre otras la ventaja de que el CO₂ presenta además de una buena acción inertizante en comparación con otros gases inertes, una curva de ebullición muy similar a la del N₂O y parámetros críticos similares. De esta manera, la mezcla de gases G-2, que contiene N₂O y opcionalmente CO₂, obtenida en el proceso de la invención, puede condensarse a una temperatura superior que una mezcla comparable de N₂O y de otro gas inerte. Mediante curvas de ebullición muy similares, la mezcla de gases condensada presenta casi la misma proporción de N₂O al CO₂ que la mezcla gaseosa de tal manera que el agente de inertización
35 permanece retenido en la fase líquida.

Además, el CO₂ presenta una buena solubilidad en compuestos orgánicos de tal manera que es suficiente una pequeña presión para evitar la formación de una fase gaseosa en el reactor durante una reacción en la fase líquida.

40 La mezcla de gases G-2, que contiene monóxido de dinitrógeno obtenida según un proceso de la invención puede emplearse fundamentalmente para todas las aplicaciones en las que usualmente se empleen corrientes puras de monóxido de dinitrógeno o corrientes de monóxido de dinitrógeno mezcladas con gas inerte. Principalmente son adecuadas las mezclas de gases, 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 las mezclas de gases que contienen monóxido de dinitrógeno, que pueden obtenerse según un proceso de acuerdo con la invención, en calidad de agente de oxidación para metanol.

45 Mediante el proceso de acuerdo con la invención se obtienen mezclas de gases G-2, que contienen monóxido de dinitrógeno, que contienen una fracción particularmente baja de componentes secundarios obstaculizantes. Esto es principalmente ventajoso para el uso de la mezcla de gases que contiene monóxido de dinitrógeno como agente de oxidación puesto que debido a la fracción pequeña de componentes secundarios obstaculizantes casi no se presentan reacciones secundarias y de esta manera pueden obtenerse productos particularmente puros en la oxidación. La mezcla de gases G-2 contiene preferentemente después de la purificación según la invención, además
50 de monóxido de dinitrógeno, también dióxido de carbono en cantidades adecuadas.

La mezcla de gases purificada de acuerdo con la invención G-2 contiene 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 indicado se refieren respectivamente a la totalidad de la mezcla de gases G-2. La suma de los componentes individuales de la mezcla de gases G-2 da como resultado, en tal caso, 100 % en volumen.

- 5 Preferentemente, la mezcla de gases G-2 purificada según la invención contiene 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.

10 La mezcla de gases G-2 purificada de acuerdo con la invención contiene además 1 a 20 % en volumen de dióxido de carbono. La mezcla de gases G-2 contiene preferentemente 5 a 15% en volumen de dióxido de carbono, principalmente 6 a 14 % en volumen de dióxido de carbono.

La mezcla de gases G-2 contiene preferentemente 0 a 25 % en volumen de otros gases. La mezcla de gases G-2 purificada de acuerdo con la invención puede contener uno o varios otros gases, en cuyo caso la cantidad indicada está referida a la suma de los gases contenidos. La mezcla de gases G-2 puede contener, por ejemplo, oxígeno, nitrógeno y agua.

- 15 Se ha encontrado que en presencia de CO₂ como gas inerte en las mezclas de gases que contienen N₂O se necesitan cantidades ostensiblemente más baja del gas inerte, es decir del dióxido de carbono, en comparación con otros gases inertes, para garantizar una operación segura, por ejemplo para suprimir una auto descomposición del monóxido de dinitrógeno.

20 Por lo tanto, la presente invención se refiere también al uso como agente de oxidación, principalmente como agente de oxidación para olefinas, de una mezcla gaseosa que se obtiene de acuerdo con un proceso de la invención tal como el que se ha descrito previamente.

25 La presente invención se refiere también principalmente al uso en calidad de agente de oxidación, principalmente como agente de oxidación para olefinas, de una mezcla de gases que contiene 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, en cuyo caso las mezclas de gases de este tipo se obtienen mediante el proceso de purificación de acuerdo con la invención.

30 Fundamentalmente, las mezclas de gases que contienen monóxido de dinitrógeno, obtenidas de acuerdo con la invención, son adecuadas para la oxidación de olefinas. Olefinas adecuadas son, por ejemplo, olefinas de cadena abierta o cíclicas, con uno o varios enlaces dobles. Más preferible son las olefinas cíclicas con uno o varios enlaces dobles, por ejemplo ciclopenteno, ciclohexeno, ciclohepteno, cicloocteno, ciclodeceno, cicloundeceno, ciclododeceno, 1,4-ciclohexadieno, 1,5-ciclooctadieno, 1,5-ciclododecadieno o 1,5,9-ciclododecatrieno.

De acuerdo con una modalidad preferida, la presente invención también se refiere, por lo tanto, a un uso tal como el descrito previamente como agente de oxidación para olefinas, en cuyo caso la olefinas se selecciona del grupo constituido por ciclopenteno, ciclododeceno y 1,5,9-ciclododecatrieno.

- 35 Esta corriente de gas G-2 que contiene N₂O, enriquecida y purificada, es adecuada de manera muy particular para la oxidación de olefinas en cetonas. Para este propósito, la mezcla de gases G-2 puede absorberse preferentemente directamente en la olefinas que va a oxidarse o en otro solvente con la mezcla de gases G-2 puede licuarse primero antes de hacerse reaccionar con la olefina.

40 Al emplear principalmente una mezcla de gases G-2 licuada es ventajoso si la fracción de gases inertes en la mezcla de gases G-2 es tan pequeña como sea posible puesto que de otra manera el volumen del reactor se agranda de manera innecesaria.

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

50 La presión puede encontrarse preferiblemente en un rango de hasta 350 bar, por ejemplo 1 a 320 bar, preferible 2 a 300 bar, principalmente 3 a 280 bar. La temperatura se encuentra preferentemente en un rango de 220 a 320°C, por ejemplo, 230 a 300°C, principalmente 240 a 290°C.

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 adición de un solvente.

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

Preferentemente, la oxidación se conduce de acuerdo con la invención en este caso mediante la selección adecuada de la presión y la temperatura de tal modo que la zona de reacción no se presente una fase gaseosa.

10 La presión se encuentra preferiblemente en un rango de hasta 350 bar, por ejemplo 1 a 320 bar, preferiblemente 2 a 300 bar, principalmente 3 a 280 bar. La temperatura se encuentra preferentemente en un rango de 220 a 320°C, por ejemplo 230 a 300°C, principalmente 240 a 290°C.

Por lo tanto, la presente invención se refiere también a un proceso para la producción de una cetona que comprende al menos las siguientes etapas

15 A1 poner en contacto la mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno NO_x con una mezcla de solventes (I) que contiene al menos 50 % en peso de agua respecto de toda la mezcla de solventes (I), en cuyo caso el valor de pH de la mezcla de solventes (I) se encuentra en el rango de 3,5 a 8,0, para obtener una composición (A);

A2 desorber una mezcla de gases G-1 de la composición (A) para obtener una mezcla de solventes (I');

20 B1 poner en contacto la mezcla de gases G-1 con una mezcla de solventes (II) que contiene al menos 50% en peso de agua respecto de toda la mezcla de solventes (II), en cuyo caso el valor de pH de la mezcla de solventes (II) se encuentra en el rango de 2,0 a 8,0 para obtener una composición (B);

B2 desorber una mezcla de gases G-2 de la composición (B) para obtener una mezcla de solventes (II');

C poner en contacto la mezcla de gases G-2 con al menos una olefina;

25 caso el valor de pH se basa respectivamente a una medición con un electrodo de vidrio, en cuyo caso el valor de pH de la mezcla de solventes (I) o el valor de pH de la mezcla de solventes (II) o el valor de pH de la mezcla de solventes (I) y el valor de pH de la mezcla de solventes (II) se ajusta adicionando una base.

Para las modalidades preferidas de las etapas A1, A2 y B1 y B2 son válidas las especificaciones precedentes.

La inicial asimismo es posible, en el contexto de la presente invención, que el proceso comprenda varias etapas A1 y A2 o varias etapas B1 y B2.

30 La reacción según la etapa C puede efectuarse en general de acuerdo con todas las versiones de proceso en las que reaccionan entre sí la olefina y la mezcla de gases G-2, la cual contiene monóxido de dinitrógeno. Principalmente son posibles versiones del proceso y procedimientos continuos de la reacción, como también reacciones en lote. Las condiciones de reacción para la etapa C se seleccionan de acuerdo con la invención de tal manera que tenga lugar una reacción de al menos una olefina con la mezcla de gases purificada según la invención. La presión y la temperatura pueden seleccionarse de manera correspondiente.

35 En tal caso, la reacción puede realizarse en presencia de un solvente adecuado. Asimismo, de acuerdo con la invención es posible realizar la reacción según la etapa C sin la adición de un solvente.

40 De acuerdo con la invención es posible, no obstante, que el proceso para la preparación de una cetona comprenda otras etapas. De esta manera, la mezcla de gases G-2, por ejemplo, puede tratarse antes de la etapa C y después de las etapas A1, A2 y B1 y B2. Un tratamiento posible es, por ejemplo, una modificación de la presión y/o temperatura de la mezcla de gases. Otro tratamiento posible es, por ejemplo, la absorción de la mezcla de gases G-2 en un solvente de tal manera que la mezcla de gases G-2 absorbida puede emplearse en la etapa C. En tal caso, el solvente puede ser cualquier solvente adecuado. El solvente es preferiblemente la olefina que debe oxidarse según la etapa C.

45 Sin embargo, en el contexto de la presente invención también es posible que la mezcla de gases G-2 que contiene monóxido de dinitrógeno se licúe antes de la etapa C y después de las etapas A1, A2 y B1 y B2 seleccionando adecuadamente la presión y/o la temperatura o se lleve a un estado supercrítico. La mezcla de gases licuados que contiene monóxido de dinitrógeno puede ponerse en contacto directamente con la olefina de acuerdo con la etapa C.

Por lo tanto, de acuerdo con otra modalidad, la presente invención también se refiere a un proceso para producir una cetona tal como se ha descrito previamente, en cuyo caso se licúa la mezcla de gases empleada en la etapa C.

5 En la etapa C del proceso de la invención pueden emplearse fundamentalmente todas las olefinas adecuadas, por ejemplo, olefinas con 2 a 18 átomos de carbono, principalmente olefinas con 5 a 12 átomos de carbono. Olefinas adecuadas son, por ejemplo, olefinas de cadena abierta o psíquicas que tienen uno o varios enlaces dobles. Más preferible son las olefinas cíclicas que tienen uno o varios enlaces dobles, por ejemplo, ciclopenteno, ciclohexeno, ciclohepteno, cicloocteno, ciclodeceno, cicloundeceno, ciclododeceno, 1,4-ciclohexadieno, 1,5-ciclooctadieno, 1,5-ciclododecadieno o 1,5,9-ciclododecatrino.

10 Como olefina particularmente se emplea preferiblemente ciclopenteno, ciclododeceno o 1,5,9-ciclododecatrino. En una modalidad preferida, la presente invención se refiere, por lo tanto, a un proceso para preparar una cetona tal como se ha descrito previamente, en cuyo caso la olefina se selecciona del grupo constituido por ciclopenteno, ciclododeceno y 1,5,9-ciclododecatrino.

A continuación la invención se ilustra más detalladamente por medio de ejemplos.

EJEMPLOS

15 En los siguientes ejemplos, las composiciones de las mezclas de gases se indican siempre previa deducción del agua (composición de gas seco), siempre que no se indique algo diferente las mezclas están saturadas con agua a la temperatura y presión indicadas a menos que se indique algo diferente.

Las composiciones de las mezclas de gases se indican como % en volumen a menos que se indique explícitamente otras unidades.

20 Los valores de pH se midieron con un electrodo de vidrio corregido para temperatura el cual había sido calibrado previamente contra estándares conocidos de pH.

25 En lo sucesivo, por NO_x se entiende la suma de NO_2 y NO . Se utilizaron los siguientes métodos químicos convencionales para la determinación: a 0 °C y 1023 mbar absolutos se cargó un cilindro de toma de muestras de gas, hecho de vidrio, con una capacidad de 250 ml, después de muestrear, con solución acuosa de H_2O_2 al 30% y ácido clorhídrico acuoso al 10% y se agitó. Al hacer esto se oxidaron NO y NO_2 en NO_3 . El contenido del cilindro de gas se purgó luego con agua y se determinó el nitrato mediante cromatografía de iones.

30 El factor de enriquecimiento relativo γ_{O_2} se define como $[\text{N}_2\text{O}]/[\text{O}_2]$ en el gas producto en relación a $[\text{N}_2\text{O}]/[\text{O}_2]$ en la corriente de gas suministrada. Éste factores una medida de la calidad de la separación entre N_2O y O_2 (enriquecimiento de N_2O y merma de O_2). Cuanto más alto sea el valor de gamma, tanto más efectiva es la separación. Por consiguiente los factores gamma también pueden definirse para otros componentes.

Ejemplo 1 (no es según la invención)

Como alimentación para los experimentos se empleó el gas de combustión o de escape de una columna de absorción a presión para síntesis de ácido nítrico que a su vez utilizó como alimentación una mezcla que contenía el gas de combustión o de escape de una fábrica de ácido adípico el cual había sido suplementado con NO .

35 La mezcla de gases fue suministrada a temperatura ambiente (máximo a 40 °C) y 7 bar de presión de entrada y se saturó con agua. Esta mezcla se enfrió primero a 5 °C y se separó el agua condensada (ácido nítrico). El gas secado fue luego comprimido a 25 bar es y enfriado a 35 °C. Esta corriente de gas usado en la absorción tenía la siguiente composición: 11,9 % en volumen de N_2O , 81,5 % en volumen de N_2 , 4,3 % en volumen de O_2 , 1,6 % en volumen de CO_2 , 0,6 % en volumen de Ar, 0,07 % en volumen de CO, 300 ppmv de NO_x .

40 Esta mezcla se puso luego en contacto con agua en una columna que estaba llena con un paquete estructurado (Kühni Rombopak 9M) y tenía un diámetro de 77,9 mm y una altura de 1800 mm, y el agua tenía un pH de 8,0 al inicio del experimento y luego cayó rápidamente a 0,3. La columna operada a una temperatura de 35 °C en contracorriente. La mezcla se alimentó desde el fondo bajo control cuantitativo (2 kg/h) y se retiró desde la cima bajo control de presión. La mezcla de gas retirada desde la cima se mermó en N_2O y se descartó. La composición de la mezcla de gases descartada después de lograr el estado estacionario fue tal como sigue: 6,8 % en volumen de N_2O , 87,2 % en volumen de N_2 , 4,4 % en volumen de O_2 , 0,8 % en volumen de CO_2 , 0,7 % en volumen de Ar, 0,02 % en volumen de CO, 6 ppmv de NO_x .

45 El agua se adicionó desde la cima como un medio de absorción bajo control cuantitativo (200 kg/h). El agua cargada se retiró desde el fondo bajo un control de nivel y se despresurizó en una torre desorbente. La torre desorbente tenía un diámetro de 150 mm y una altura de 300 mm. La torre desorbente fue operada a 35 °C y 1 bar.

El gas desorbido se enriqueció con N_2O y después de alcanzar el estado estacionario tenía la siguiente composición: 54,9 % en volumen de N_2O , 33,1 % en volumen de N_2 , 3,1 % en volumen de O_2 , 8,3 % en volumen de CO_2 , 0,5 % en volumen de Ar, 0,03 % en volumen de CO, 110 ppmv de NO_x .

5 El medio de absorción descargado se reciclo completamente. Solamente se alimentó tanta agua desmineralizada fresca que había sido reforzada con < 4 ppm de amoníaco y tenía un pH entre 9,2 y 9,8 como fuera necesaria para mantener ante la cantidad de agua en el sistema (aproximadamente 2 kg de agua).

Con una duración creciente del experimento, el pH del agua usada como absorbente se disminuyó incluso aún más y, después de 0,5 a 1 hora se alcanzó un valor de estado estacionario de 0,3.

10 El medio de absorción obtenido era corrosivo y fue operado solamente con aparatos resistentes a la corrosión. El factor de enriquecimiento relativo γ_{O_2} fue de 6,4.

Ejemplo 2 (no es de acuerdo con la invención)

15 El ejemplo se realizó tal como se indicó arriba, con la diferencia de que se descargaron 5 kg/h de medio de absorción después de la desorción y se reemplazaron por agua desmineralizada fresca que había sido reforzada con < 4 ppm de amonio y tenía un pH entre 9,2 y 9,8. Mediante esta medida el pH del medio de absorción se mantuvo estable en estado estacionario en 2,7.

La corriente de gas introducida a la absorción tenía la siguiente composición: 11,5 % en volumen de N_2O , 82,5 % en volumen de N_2 , 3,6 % en volumen de O_2 , 1,6 % en volumen de CO_2 , 0,7 % en volumen de Ar, 0,08 % en volumen de CO, 225 ppmv de NO_x .

20 La corriente de gas obtenida después de la desorción tenía la siguiente composición: 61,3 % en volumen de N_2O , 26,9 % en volumen de N_2 , 1,9 % en volumen de O_2 , 9,4 % en volumen de CO_2 , 0,4 % en volumen de Ar, 0,04 % en volumen de CO, 69 ppmv de NO_x .

El factor de enriquecimiento relativo γ_{O_2} fue de 9,9, el consumo de medio de absorción se encontró en 19 kg de agua /kg de N_2O .

Ejemplo 3

25 El ejemplo 3 se realizó de manera análoga al ejemplo 1. A diferencia del ejemplo 1, al medio de absorción se dosificó una solución acuosa de NaOH al 10% después de la torre desorbente con el fin de mantener constante el pH en 6,0. Se descargó una corriente parcial fija de medio de absorción de 2 kg/h. A fin de mantener constante la cantidad de medio de absorción en el sistema, de acuerdo con la necesidad se completó con agua desmineralizada fresca que había sido reforzada con < 4 ppm de amoníaco y tenía un pH entre 9,2 y 9,8.

30 La corriente de gas introducida a la absorción tenía la siguiente composición: 13,2 % en volumen de N_2O , 80,5 % en volumen de N_2 , 3,7 % en volumen de O_2 , 1,7 % en volumen de CO_2 , 0,8 % en volumen de Ar, 0,08 % en volumen de CO, 172 ppmv de NO_x .

35 La corriente de gas obtenida después de la desorción tenía la siguiente composición: 62,3 % en volumen de N_2O , 26,0 % en volumen de N_2 , 2,1 % en volumen de O_2 , 8,9 % en volumen de CO_2 , 0,6 % en volumen de Ar, 0,04 % en volumen de CO, 4 ppmv de NO_x .

El factor de enriquecimiento relativo γ_{O_2} fue de 8,2. El consumo de medio de absorción se encontró en 7,4 kg/kg de N_2O y se necesitaron 0,5 g/h de NaOH para mantener constante el valor de pH en estado estacionario. La concentración estacionaria de sales disueltas en el medio de absorción fue solamente de 0,1 % en peso.

Ejemplo 4 (no es de acuerdo con la invención)

40 El ejemplo 4 se realizó de manera análoga al ejemplo 3, pero el pH se mantuvo constante en 9,0. Así mismo se descargó una corriente parcial fija del medio de absorción de 2 kg/h. A fin de mantener constante la cantidad de medio de absorción en el sistema, según la necesidad se completó el agua desmineralizada fresca que había sido reforzada con < 4 ppm de amoníaco y tenía un pH entre 9,2 y 9,8.

45 La corriente de gas introducida a la absorción tenía la siguiente composición: 14, 5 % en volumen de N_2O , 78,8 % en volumen de N_2 , 3,7 % en volumen de O_2 , 2,0 % en volumen de CO_2 , 0,9 % en volumen de Ar, 0,08 % en volumen de CO, 185 ppmv de NO_x .

La corriente de gas obtenida después de la desorción tenía la siguiente composición: 69,3 % en volumen de N₂O, 24,3 % en volumen de N₂, 2,0 % en volumen de O₂, 3,8 % en volumen de CO₂, 0,5 % en volumen de Ar, 0,04 % en volumen de CO, 4 ppmv de NO_x.

5 El factor de enriquecimiento relativo γ_{O_2} fue de 9,0. El consumo de medio de absorción se encontró en 7,7 kg/kg de N₂O.

La demanda de NaOH para mantener constante el valor del pH se encontró en 42 g/h de NaOH. La concentración estacionaria de sales disueltas en el medio de absorción fue, con 6% en peso, ostensiblemente más alta que en el ejemplo 3. En comparación con el ejemplo 3, el CO₂ se mermó más fuerte.

Ejemplo 5

10 El ejemplo 5 se realizó de manera análoga al ejemplo 3. Además, no obstante, el gas obtenido después de la primera etapa de desorción se concentró más en una segunda etapa de concentración que en su función fundamental estaba estructurada de manera análoga a la primera etapa de concentración. Sin embargo, la segunda etapa de concentración no estaba equipada con alimentación de NaOH y control de pH.

15 La corriente de gas introducida a la primera absorción tenía la siguiente composición: 13,7 % en volumen de N₂O, 78,4 % en volumen de N₂, 5,6 % en volumen de O₂, 1,7 % en volumen de CO₂, 0,8 % en volumen de Ar, 0,08 % en volumen de CO, 380 ppmv de NO_x.

20 La primera etapa de concentración fue operada de manera análoga al ejemplo 3. En tal caso, después de la primera etapa de desorción se obtuvo una corriente de gas con la siguiente composición: 59,5 % en volumen de N₂O, 24,1 % en volumen de N₂, 3,0 % en volumen de O₂, 7,5 % en volumen de CO₂, 0,5 % en volumen de Ar, 0,04 % en volumen de CO, 5 ppmv de NO_x.

25 Esta corriente de gas se comprimió a 25 bar, se enfrió a 35 °C y se alimentó al dispositivo absorbente de la segunda etapa de concentración posterior. El dispositivo absorbente de la segunda etapa, al igual que la primera etapa también, estaba diseñado como una columna con diámetro de 50 mm y estaba equipado con un paquete estructurado (Kühni Rombopak 9M) con una altura de 1200 mm. En el dispositivo absorbente se puso en contacto el gas con agua (cerca de 164 g (H₂O)/g (N₂O alimentado)). La columna fue operada en contracorriente a una temperatura de 35°C y una presión de 25 bar. La mezcla de gases retirada en la cima del segundo dispositivo absorbente fue descartada.

El valor de pH del agua en la segunda etapa de absorción se mantuvo en 7,0 ± 0,5 durante el ensayo.

30 El agua cargada se despresurizó a una presión de aproximadamente 1,10 bar en un segundo dispositivo desorbente. En tal caso se obtuvo una corriente de gas producto con la siguiente composición: 81,7 % en volumen de N₂O, 1,7 % en volumen de N₂, 0,45 % en volumen de O₂, 10,7 % en volumen de CO₂, 0,1 % en volumen de Ar, 0,005 % en volumen de CO.

35 El medio de absorción descargado se recicló completamente. Solamente se alimentó tanta agua desmineralizada fresca, que había sido reforzada con < 4 ppm de amoníaco y tenía un valor de pH entre 9,2 y 9,8, como fue necesaria para mantener constante la cantidad de agua en el sistema (aproximadamente 20 g/h).

Con base en la cantidad de N₂O alimentada a la primera etapa de concentración, se logró un rendimiento de N₂O de 65% con este arreglo experimental.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para purificar una mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno y NO_x, el cual comprende al menos las siguientes etapas:
- 5 A1 poner en contacto la mezcla de gases G-0 con una mezcla de solventes (I) que contiene al menos 50 % en peso de agua respecto de la totalidad de la mezcla de solventes (I), en cuyo caso el valor del pH de la mezcla de solventes (I) se encuentra en el rango de 3,5 a 8,0, para obtener una composición (A);
- A2 desorber una mezcla de gases G-1 de la composición (A) para obtener una mezcla de solventes (I');
- 10 B1 poner en contacto la mezcla de gases G-1 con una mezcla de solventes (II) que contiene al menos 50% en peso de agua respecto de la totalidad de la mezcla de solventes (II), en cuyo caso el valor del pH de la mezcla de solventes (II) se encuentra en el rango de 2,0 a 8,0, para obtener una composición (B);
- B2 desorber una mezcla de gases G-2 de la composición (B) para obtener una mezcla de solventes (II');
- en cuyo caso el valor del pH se refiere respectivamente a una medición con un electrodo de vidrio, en cuyo caso el valor del pH de la mezcla de solventes (I) o el valor de pH de la mezcla de solventes (II) o el valor de pH de la mezcla de solventes (I) y el valor de pH de la mezcla de solventes (II) se ajusta adicionando una base.
- 15 2. Proceso según la reivindicación 1, en cuyo caso la mezcla de gases G-0 es el gas de combustión o de escape de una planta de ácido adípico y/o de una planta de ácido dodecandicarboxílico y/o de una planta de hidroxilamina y/o de una planta de ácido nítrico operada con el gas de combustión o de escape de una planta de ácido adípico y/o de una planta de ácido dodecandicarboxílico y/o de una planta de hidroxilamina.
- 20 3. Proceso según una de las reivindicaciones 1 o 2, en cuyo caso la mezcla de solventes (I) o la mezcla de solventes (II) o la mezcla de solventes (I) y la mezcla de solventes (II) contiene al menos 80 % en peso de agua, cada caso respecto de toda la mezcla de solventes (I) o (II).
4. Proceso según una de las reivindicaciones 1 a 3, en cuyo caso la mezcla de solventes (I) o la mezcla de solventes (II) o la mezcla de solventes (I) y la mezcla de solventes (II) contiene menos del 10% en peso de sales, cada caso respecto de toda la mezcla de solventes (I) o (II).
- 25 5. Proceso según una de las reivindicaciones 1 a 4, en cuyo caso el valor de pH de la mezcla de solventes (I) o el valor de pH de la mezcla de solventes (II) o el valor de pH de la mezcla de solventes (I) y el valor de pH de la mezcla de solventes (II) se encuentra en el rango de 6,0 a 7,0.
- 30 6. Proceso según una de las reivindicaciones 1 a 5, lo caso la mezcla de solventes (I') se recicla al proceso al menos parcialmente como mezcla de solventes (I), o en cuyo caso la mezcla de solventes (II') se reintroduce al proceso al menos parcialmente como mezcla de solventes (II), o en cuyo caso la mezcla de solventes (I') se reintroduce al proceso al menos parcialmente como mezcla de solventes (I) y la mezcla de solventes (II') se reintroduce al proceso al menos parcialmente como mezcla de solventes (II).
- 35 7. Proceso según una de las reivindicaciones 1 a 6, en cuyo caso el valor de pH de la mezcla de solventes (I) o el valor de pH de la mezcla de solventes (II) o el valor de pH de la mezcla de solventes (I) y el valor de pH de la mezcla de solventes (II) se ajusta adicionando una base seleccionada del grupo constituido por hidróxidos de metal alcalino, carbonatos de metal alcalino, hidrogenocarbonatos de metal alcalino, fosfatos de metal alcalino, hidróxidos de metal alcalino, carbonatos de metal alcalinotérreo, hidrógeno carbonatos de metal alcalinotérreo y fosfato de metal alcalinotérreo.
- 40 8. Proceso según una de las reivindicaciones 1 a 7, en cuyo caso la presión en la puesta en contacto según las etapas A1 o B1 o A1 y B1 se encuentra en un rango de 10 a 35 bar.
9. Proceso según una de las reivindicaciones 1 a 8, en cuyo caso las etapas A1 y A2 o las etapas B1 y B2 o las etapas A1 y A2 y las etapas B1 y B2 se realizan en una columna con pared divisoria.
10. Proceso según una de las reivindicaciones 1 a 9, en cuyo caso se licúa la mezcla de gases G-2 obtenida.
11. Proceso para la preparación de una cetona que comprende al menos las siguientes etapas:
- 45 A1 poner en contacto la mezcla de gases G-0 que contiene monóxido de dinitrógeno y NO_x con una mezcla de solventes (I) que contiene al menos 50% en peso de agua respecto de toda la mezcla de solventes (I), en cuyo caso

ES 2 428 568 T3

el valor de pH de la mezcla de solventes (I) se encuentra en el rango de 3,5 a 8,0, para obtener una composición (A);

A2 desorber una mezcla de gases G-1 de la composición (A) para obtener una mezcla de solventes (I');

5 B1 poner en contacto la mezcla de gases G-1 con una mezcla de solventes (II) que contiene al menos 50 % en peso de agua respecto de toda la mezcla de solventes (II), en cuyo caso el valor de pH de la mezcla de solventes (II) se encuentra en el rango de 2,0 a 8,0, para obtener una composición (B);

B2 desorber una mezcla de gases G-2 de la composición (B) para obtener una mezcla de solventes (II');

C poner en contacto la mezcla de gases G-2 con al menos un olefina;

10 en cuyo caso el valor de pH se refiere respectivamente a una medición con un electrodo de vidrio, en cuyo caso el valor de pH de la mezcla de solventes (I) o el valor de pH de la mezcla de solventes (II) o el valor de pH de la mezcla de solventes (I) y el valor de pH de la mezcla de solventes (II) se ajusta adicionando una base.