

R 294 ✓

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten  
Bru/MS.

Oberhausen-Holten, den 25. Februar 1936

Verfahren zur Gewinnung von Acetylen aus acetylen-  
haltigen Gasen.

Man hat schon vorgeschlagen, aus acetylenhaltigen Gasen das Acetylen mit Wasser unter Druck auszuwaschen, nach dieser bekannten Arbeitsweise wird das an Acetylen gesättigte Wasser anschliessend in einem Entgasungsturm unter Anwendung eines Vakuums, beispielsweise von 10 mm Hg, entgast. Auch ist es bekannt, zwecks Gewinnung eines reinen Acetylens die in den acetylenhaltigen Gasen enthaltenen stark ungesättigten Verunreinigungen, hauptsächlich das Diacetylen, durch eine Vorwäsche mit geringen Mengen eines Acetylenlösungsmittels zu entfernen. Bei dieser bekannten Arbeitsweise werden die durch Vorwäsche mit geringen Mengen eines Acetylenlösungsmittels von den stark ungesättigten Verbindungen befreiten Gase anschliessend mit grossen Mengen des gleichen Acetylenlösungsmittels zwecks restloser Herauslösung des Acetylens gewaschen, worauf aus der kleineren Lösungsmittelmenge das mitgelöste Acetylen entweder durch fraktionierte Entspannung oder durch entsprechende Erwärmung abgetrieben und in den Kreislauf zurückgeführt wird.

Es wurde nun gefunden, dass das Auswaschen des Acetylens aus diesen enthaltenden Gasgemischen mit Hilfe von Wasser besonders zweckmässig in der Weise vorgenommen wird, dass die Vorwäsche und die Hauptwäsche bei Normaltemperaturen und bei einem Druck von 10 - 15 atü vorgenommen wird, während die Abtreibung des von der Haupt-

Menge des angewandten Wassers aufgenommenen Acetylens in einer Entgasungsapparatur bei einem absoluten Druck von nicht weniger als 30 mm Hg erfolgt. Auch die Entgasung erfolgt bei Normaltemperatur. Durch Einhaltung dieser Bedingungen wird ein besonders weitgehender Auswaschungsgrad erreicht und gleichzeitig ein von den begleitenden ungesättigten Verbindungen besonders reines Acetylen gas gewonnen.

Das Verfahren sei anhand der beigelegten Zeichnung näher erläutert:

Das zur Verarbeitung gelangende acetylenhaltige Gas hatte beispielsweise folgende Zusammensetzung:

2,2 %	CO <sub>2</sub>
11,2 %	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
0,3 %	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>
78,6 %	H <sub>2</sub>
5,1 %	CH <sub>4</sub>
2,6 %	N <sub>2</sub>

Das Reaktionsgas enthält neben Acetylen noch geringe Mengen Diacetylen sowie ähnliche stark ungesättigte Verbindungen und zwar betragen diese Ungesättigten, im nachfolgenden kurz "Diacetylen" genannt, ca. 3 % der gesamten Acetylenmenge.

Das Reaktionsgas wird in dem Kompressor A auf 10 Atü komprimiert und in den Sumpf einer aus etwa 10 - 15 Büden bestehenden Waschkolonne B eingelassen, in welcher das Gas im Gegenstrom mit in der Pumpe S auf ebenfalls 10 Atü komprimiertem Wasser berieselt wird. Bei Einsatz von 100 Nm<sup>3</sup> Reaktionsgas mit 11 % Acetylengehalt genügen zur restlosen Auswaschung des Diacetylens unter Berücksichtigung des ca. 70 %igen Wirkungsgrades der Waschkolonne ca. 3 cbm

Wasser. Das gewaschene Gas verlässt die Waschkolonne bei C, während das mit Acetylen, Diacetylen und geringen Mengen der in dem Reaktionsgas enthaltenen inerten Gase beladene Wasser bei D am Boden der Waschkolonne abgezogen wird. Es enthält das gesamte Diacetylen in einer Menge von ca. 0,33 cbm und ca. 2,4 cbm Acetylen.

Zwecks Wiedergewinnung des mitgelösten Acetylens wird das Waschwasser bei E entspannt und in einer zweiten Waschkolonne F vom mitgelösten Acetylen befreit. Das auf 1 Atm entspannte Wasser wird in den oberen Teil der Kolonne F eingeführt und im Gegenstrom von unten mit inerten Gasen durchgast. Zu diesem Zweck wird ein Teil der bei der Acetylenhauptwäsche entweichenden Endgase verwendet. Zur nahezu vollständigen Abtreibung des Acetylens genügen ca. 6 cbm Inertgas. Um die bei der Durchgasung des Wassers mitentweichenden Diacetylenmengen auf ein gewünschtes Mass herabzumindern, wird die Waschkolonne F zusätzlich bei F mit einer kleinen Menge Frischwasser berieselt, welches auf den obersten Boden der Waschkolonne aufgegeben wird. Das vom Acetylen befreite Wasser wird bei G am Boden der Waschkolonne F abgezogen und zwecks Regenerierung des Wassers beispielsweise auf ein Gradierwerk aufgegeben, oder einer geeigneten Verwertung zugeführt.

Das abgetriebene Acetylen entweicht zusammen mit den eingeleiteten Inertgasen bei H aus der Waschkolonne und wird durch die Leitung J dem Kompressor A wieder zugeführt.

Das aus dem Vorwäscher bei C entweichende acetylenhaltige Reaktionsgas wird zwecks Auswaschung des gesamten Acetylens einem Hauptwäscher K zugeführt, welcher wie der

Vorwäscher D aus einer Waschkolonne mit etwa 10 - 15 Böden besteht. Das Reaktionsgas, welches unter einem Druck von 10 atm steht, tritt von unten her in den Hauptwäscher K ein, wird mit Wasser im Gegenstrom berieselt und verlässt den Hauptwäscher K bei L als acetylenfreies Endgas.

Zur Anwaschung des gesamten Acetylene werden bei einem stündlichen Einsatz von 100 Nm<sup>3</sup> Reaktionsgas in die gesamte Waschanlage pro Stunde ca. 13 cbm Wasser auf den Hauptwäscher E aufgegeben. Das bei L entweichende Endgas wird anschliessend entspannt und wird zum kleineren Teil zum Durchgasen des in den Wäscher F eingebrachten Waschwassers benutzt, während der grössere Teil des Endgases die Anlage verlässt.

Im Hauptwäscher K werden von dem Waschwasser neben Acetylen kleine Mengen Kohlensäure und Wasserstoff sowie Spuren von Methan, Äthylen und Stickstoff mitausgewaschen. Das den Hauptwäscher K verlassende Waschwasser enthält beispielsweise bei einem Druck von 10 atm folgende Gas mengen gelöst:

10,7 m <sup>3</sup>	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>
1,93 m <sup>3</sup>	CO <sub>2</sub>
1,42 m <sup>3</sup>	H <sub>2</sub>
0,17 m <sup>3</sup>	CH <sub>4</sub>
0,04 m <sup>3</sup>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>
0,04 m <sup>3</sup>	H <sub>2</sub>

Das Waschwasser wird anschliessend in einem Entspannungstopf H entspannt und gelangt von dort in den Entgaserturm E. Bei der Entspannung des Druckwassers werden vor allem die inerten Gasbestandteile frei, jedoch enthält das Entspannungsgas auch eine gewisse Menge an Acetylen.

Zwecks Wiedergewinnung des bei der Entspannung mitentweichenden Acetylen werden die Entspannungs-gase in der gekennzeichn-ten Weise zum Compressor A zurückgeführt und passieren noch-mals die gesamte Wäsche. Durch geeignete Entspannung des Waschwassers wird eine nahezu vollständige Befreiung des Wassers von den Inertgasen erreicht. In dem Wasser bleibt lediglich die Kohlensäure zum größten Teil gelöst, da die Löslichkeitsverhältnisse der Kohlensäure in Wasser nicht wesentlich von denen des Acetylen verschieden sind.

Das im Entspannungstopf M auf Normaldruck ent-spannte Wasser wird im Entgaser N bei vermindertem Druck vollständig entspannt. Hierbei hat es sich als zweckmäßig erwiesen, keinen niedrigeren absoluten Druck als 30 mm Quecksilber anzuwenden. Um eine restlose Entgasung zu erzie-len, ist es notwendig, das Wasser in sehr feiner Verteilung zu bringen und es genügend lange Zeit dem Vakuum auszusetzen. Die Entgasung des an Acetylen gesättigten Wassers kann in der Weise erfolgen, dass das in den Entgaserturm N eintretende Wasser in geeigneten Düsen, beispielsweise mit Drallkörpern, zerstäubt wird, worauf man es an den Innenwandungen langer, nicht zu weiter Rohre, in dünnen Schichten herabgleiten lässt bzw. in weiteren Rohren in zerstäubter Form durch das Vakuum fallen lässt. Die Zerstäubung kann auch durch Zulauf des Wassers auf rasch rotierende Scheiben erwirkt werden. Ebenso können anstelle der Rohre Türme mit geeigneten Füll-körpern verwendet werden, die eine feine Verteilung des Wassers gewährleisten. Im praktischen Betriebe lässt sich mühelos eine etwa 98 %ige Entgasung des Wassers erzielen. Diese Ent-gasung kommt nicht allein durch den verminderten Druck zu-

stände, sondern wird zu einem grossen Teil durch den mitabgetriebenen Wasserdampf bewirkt, der sozusagen als Inertgas das Acetylenwasser durchgast. Das abgetriebene Gas verlässt den Entgaser H bei 0. Es entweichen stündlich ca. 22 - 23 Nm<sup>3</sup> eines Gasegemisches, welches aus 10,5 Nm<sup>3</sup> C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, ca. 2,9 Nm<sup>3</sup> CO<sub>2</sub> und ca. 10 Nm<sup>3</sup> Wasserdampf besteht. Der Wasserdampf wird zum grössten Teil in der Vakuumpumpe P kondensiert. Das die Vakuumpumpe verlassende Gas, welches neben einer kleinen Menge Feuchtigkeit aus Acetylen und Kohlensäure besteht, wird anschliessend einer besonderen Wäsche zugeführt, um das Kohlendioxyd aus dem Gasgemisch zu entfernen, worauf ein sehr reines Acetylen gas gewonnen wird.

Das im Turm H entgaste Wasser wird einem Zwischenbehälter J zugeleitet und anschliessend in der Pumpe R wieder auf 10 atü komprimiert, worauf es erneut zwecks Auswaschung des gesamten Acetylens auf den Hauptwäscher K aufgegeben wird.

#### P a t e n t a n s p r u c h

Verfahren zum Auswaschen von Acetylen aus Acetylen und andere stark ungesättigte Verbindungen enthaltenden Gasgemischen in zwei Stufen, bei welchen die Gase mit kleinen Mengen des Waschmittels vorgewaschen, anschliessend die Hauptmenge des Acetylens mit einer hinreichend grossen Waschmittelmengung ausgewaschen und das an Acetylen angereicherte Waschmittel im Vakuum entgast wird, dadurch gekennzeichnet, dass die zweistufige Wäsche der acetylenhaltigen Gase mit Wasser bei normaler Temperatur

und bei einem Druck von 10 - 15 atm und die Entgasung des an Acetylen angereicherten Wassers im Vakuum bei einem absoluten Druck von nicht weniger als 30 mm Hg ebenfalls bei Normaltemperatur erfolgt.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT.

gez. Martin *M.F.*

Zeichnung

Durchschrift