

259545



*Memoria Descriptiva*

sobre:

"Procedimiento para la obtención de adiponitrilo"

\*\*\*\*\*

*Solicitante:*

SOCIÉTÉ DES USINES CHIMIQUES RICHELÉ COULBOIS, entidad francesa, domiciliada en 21 Rue-Jean Goujon, PARIS, Francia

\*\*\*\*\*

La presente invención en la que han colaborado los Sres. Georges BIGNAN, Jean BERUDET, Jacques DAMMAGNE y Jean DUMÉ, se refiere a un procedimiento perfeccionado para la fabricación de adiponitrilo por paso del ácido adípico en estado gaseoso con amoníaco sobre unos catalizadores de deshidratación.

5.

Ya se sabe que el ácido adípico es sensible al calor aun desde su temperatura de fusión. Se descarboxila dando ciclopentanona que se polimeriza dando resinas. Las resinas formadas se descomponen a su vez dando productos

10.



carbonosos. Los metales oxidables habitualmente utilizados para las instalaciones, tales como el hierro, catalizan esta descomposición. Para disminuir las pérdidas debidas a esta descomposición, es preciso que la fusión y la evaporación del ácido adípico se efectúen lo más rápidamente posible y de preferencia en aparatos construidos en metal sin efecto catalítico nocivo.

- 5.
10. Se ha propuesto preparar el adiponitrilo introduciendo ácido adípico sólido o de preferencia fundido en un recipiente calentado a 325-450° al que llega a contracorriente amoníaco sobrecalentado a 500°. Este dispositivo se presta a entaponamientos y no parece haber dado satisfacción, puesto que posteriormente se ha descrito una serie de perfeccionamientos. Uno de estos consiste en bombear el ácido adípico fundido a través de una tobera rodeada de un tubo concéntrico; amoníaco precalentado a 450-500° llega por el espacio anular y arrastra el ácido fundido en gotitas y le vaporiza. Una parte de la vaporización se efectúa ya en la tobera misma. Este sistema adolece del defecto de necesitar un dispositivo de fusión previo del ácido adípico, el transporte de este ácido fundido caliente por unas tuberías, corriéndose con ello el riesgo de que se efectúe un taponado y una vaporización en parte al contacto de metales, por lo que se necesita utilizar metales especiales sin efecto catalítico nocivo.
- 15.
- 20.
- 25.

30. Varios de los sistemas propuestos consisten en provocar una evaporación rápida en películas delgadas proyectando contra unas paredes calentadas ácido adípico fundido o en polvo, con ayuda de dispositivos tales como platillos o turbinas que giran a gran velocidad. Este sistema

259545

- 3 -



tiene en inconveniente de necesitar dispositivos mecánicos giratorios que deben trabajar a elevadas temperaturas.

5. Se ha descubierto ahora, y esto es lo que constituye el objeto de la presente invención, que se pueden suprimir todos estos inconvenientes introduciendo ácido adípico en polvo arrastrado neumáticamente por una pequeña cantidad de amoníaco gaseoso mantenido a una temperatura inferior al punto de fusión del ácido adípico, por una tobera en una cámara en la cual se introduce amoníaco sobrecalentado, estando esta cámara unida directamente o por medio de un tubo calentado exteriormente, al reactor de catalisis.
- 10.

15. La duración de paso del ácido adípico a la cámara es muy corta, del orden de una centésima de segundo, y el contacto del ácido con las paredes metálicas se reduce al mínimo. La instalación puede construirse de metales que, en condiciones ordinarias, serían atacados por el ácido adípico fundido y provocarían una descomposición de éste.

20. La cámara no tiene parte alguna mecánica giratoria, se pueden disponer en ellas unos órganos que orienten la corriente de amoníaco precalentado, ya sea para darle una marcha de torbellino o ya sea para acentuar el efecto de succión sobre la llegada del ácido adípico. El volumen de la cámara con relación al caudal del ácido adípico es
25. mínimo y mucho menor que todos los dispositivos descritos hasta ahora. Así, por ejemplo, una tobera de un diámetro interior de 4 mm. colocada en una cámara de forma tubular de diámetro interior de 24 mm. y de algunos centímetros de largo, permite fundir y vaporizar 20 kg. de ácido adípico
30. por hora.



Para el arrastre neumático se utiliza amoníaco, se ha comprobado y esto es un hecho comprobado, que con la condición de que el amoníaco y el ácido adípico estén lo suficientemente secos, no reaccionan uno con otro y no existe riesgo alguno de entaponado. El amoníaco puede pues reemplazar a los gases inertes empleados, por lo general, para este transporte neumático, gases que hubieran sido preciso eliminar del circuito después de la reacción, mediante sistemas complicados. La forma del polvo del ácido adípico es indiferente; pueden utilizarse pequeños cristales o polvo fino. La cantidad de amoníaco necesaria para el arrastre es reducida; alrededor de 2 Kg. por 10 Kg. de ácido adípico resultan muy convenientes. La temperatura del amoníaco de arrastre, es, de preferencia, la temperatura ambiente, pero en el caso en que se deséen aportar calorías por el amoníaco de arrastre se le puede precalentar con la condición, sin embargo, de no exceder la temperatura de fusión del ácido adípico.

Se pueden elegir temperaturas de sobrecalentamiento del amoníaco o cantidades de amoníaco sobrecalentado tales que las calorías aportadas sean suficientes a la vez para provocar completamente en la cámara la fusión y la vaporización de todo el ácido adípico, pero puede resultar preferible no utilizar un exceso demasiado grande de amoníaco o temperaturas demasiado elevadas y que el amoníaco sobrecalentado no conduzca mas que las calorías necesarias para la fusión del ácido adípico. En este caso el ácido adípico se transforma en la cámara en una niebla fina de gotitas líquidas que es necesario hacer pasar a la salida de la cámara por un tubo calentado exteriormente

- 5 259545



5. por encima de la temperatura de ebullición del ácido adípico y a la temperatura óptima para la reacción. Los gases pasan después a la salida del tubo de calentamiento o directamente a la salida de la cámara en el aparato reactor, en el que se ponen en contacto con el catalizador de la reacción.

10. La reacción de formación del adiponitrilo partiendo del ácido adípico es una reacción de compensación y es necesario para obtener una buena transformación en adiponitrilo, utilizar una cantidad de amoníaco que represente de 8 a 10 veces la cantidad teórica, es decir, 1,85 a 2,3 veces el peso del ácido adípico. La temperatura óptima para la reacción se sitúa hacia 360°.

15. Por ejemplo, si se desea tratar 10 Kg. de ácido adípico por hora, utilizando 10 veces la cantidad teórica de amoníaco, es preciso utilizar 23 Kg. de amoníaco. Como se ha indicado anteriormente, se utilizan convenientemente 2 Kg. de amoníaco a la temperatura ordinaria para el arrastre neumático; queda pues suministrar 21 Kg. de amoníaco. Sobrecalentando estos 21 Kg. de amoníaco a 400°, las calorías almacenadas son suficientes para provocar la fusión de los 10 Kg. de ácido adípico y para poner a 220° la temperatura de la niebla de ácido adípico fundido en el amoníaco. Para vaporizar completamente esta niebla y conducirla a la temperatura óptima de la reacción, se la hace pasar por el tubo calentado exteriormente prolongando la cámara y desembocando en el reactor donde se efectúa la reacción.

20. También se puede conducir la totalidad de las calorías necesarias a la vez a la fusión y a la vaporización del ácido adípico y al sobrecalentamiento a 360° por el simple sobrecalentamiento del amoníaco, pero salvo si

25.

30.

259545

- 5 -



se utilizan temperaturas muy elevadas que corren el riesgo de resultar prohibitivas, es preciso aumentar la cantidad de amoníaco utilizado; como este amoníaco circula en circuito cerrado, pueden resultar de ello aumentos de volumen de la instalación, Por ejemplo, sobrecalentando el amoníaco a 500° es preciso utilizar una cantidad igual a 17 veces la cantidad teórica, o sean 40 Kg. para obtener la fusión, la vaporización y el sobrecalentamiento a 360° de 10 Kg. de ácido adípico,

10.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia con fecha 10 de Julio de 1959, nº 799.644, acogándose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: " Procedimiento para la obtención de adiponitrilo "; caracterizándose por lo siguiente:

12.- Procedimiento para la obtención de adiponitrilo, mediante reacción de amoníaco con ácido adípico en fase gaseosa, caracterizándose porque se vaporiza el ácido adípico introduciéndole en forma de polvo con ayuda de una corriente de amoníaco gaseoso mantenido a una temperatura inferior al punto de fusión del ácido adípico, por una tobera en una cámara en la que se introduce amonia-

259545 - 7 -



co sobrecalentado, yendo unida esta cámara directamente o por medio de un tubo calentado exteriormente al reactor de catalisis.

5. 2ª.- Procedimiento para la obtención de adiponitrilo; tal como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, /

9 JUL 1950

SOCIÉTÉ DES USINES CHIMIQUES

FRANÇOIS POULLENCO.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET  
P. R.