

Caso R. 250



13486
1965

P A T E N T E
D E
I N T R O D U C C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE LOS PRODUCTOS UTILES DE MEZCLAS PROCEDENTES DE LA REACCION ENTRE ACIDO ADIPICO Y AMONIACO", a favor de la firma italiana SOCIETA' RHODIATOCCE S.p.A., 15, Piazza Ercolea, MILAN (Italia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la obtención de los productos útiles procedentes de la reacción a temperatura elevada de amoníaco sobre ácido adípico, en presencia de catalizadores de deshidratación, en particular el adiponitrilo, la omega-cianovaleramida, la adipemida y productos semejantes, per separación de éstos y de los productos secundarios no volátiles, así como el catalizador.

En el tratamiento del adiponitrilo bruto procedente de la reacción del amoníaco sobre el ácido adípico, se obtiene siempre, cualquiera que sea el procedimiento utilizado, una



313486

fracción que contiene el adiponitrilo en mezcla con una cantidad más o menos grande de productos intermedios, productos secundarios y, oventualmente, catalizador.

- El problema de separar los productos útiles de esta
5. mezcla no es de resolución sencilla: en efecto, se sabe que, en los casos de esta índole, la destilación por los procedimientos usuales no conduce a resultados satisfactorios. Aún actuando en las condiciones más favorables, o sea utilizando un vacío particularmente fuerte y tiempos de permanencia
 10. muy breves, como en el caso, por ejemplo, de un evaporador de película, la obtención del adiponitrilo y de una gran parte de la omega-cianovaleramida es relativamente cómoda, mientras que resulta imposible obtener los otros productos intermedios, como la adipamida, que en las condiciones antes citadas no
 15. destila y se descompone en gran parte.

- Para obtener los productos útiles contenidos en dichas fracciones, es también posible hacer reaccionar el producto con amoníaco, conforme a métodos conocidos, para transformar los productos intermedios en adiponitrilo, que luego puede
20. separarse fácilmente de los otros productos no volátiles por medio de una destilación en vacío. Sin embargo, para lograr esta transformación de la manera más ventajosa, es preciso adaptar tales condiciones operatorias (por ejemplo, gran tiempo de permanencia) que se produce una disminución
 25. importante del rendimiento.



313486

La peticionaria ha descubierto un procedimiento ventajoso que permite separar los productos útiles de las fracciones en cuestión con rendimientos prácticamente cuantitativos y que conviene particularmente para asegurar el agotamiento de los productos que tienen gran contenido de componentes no volátiles (por ejemplo, adipamida, alquitranes, catalizadores, etc.), para los cuales no conviene la destilación bajo presión reducida.

5. A partir de un producto que puede ser el producto
10. bruto procedente de la reacción, a temperatura elevada y en presencia de catalizadores, del amoníaco sobre el ácido adípico, o bien el producto mencionado antes del que se ha eliminado el adiponitrilo total o parcialmente por destilación, o bien, de manera más general, una mezcla de productos
15. volátiles y no volátiles procedente de la reacción del amoníaco sobre el ácido adípico y de la que se desea extraer el adiponitrilo y los productos intermedios útiles para la fabricación del adiponitrilo, el procedimiento de acuerdo con el invento consiste en someter este producto a una corriente
20. de amoníaco a temperatura elevada.

Asegurando un buen contacto entre el gas y el líquido, se obtiene una transformación prácticamente cuantitativa del adiponitrilo y de los productos intermedios en estado de vapores, mientras que los productos secundarios no volátiles y el catalizador quedan en forma de residuo relativa-
25.

313486



1965

mente flúido a la temperatura de reacción.

Durante este tratamiento, los productos intermedios de la reacción no se descomponen y, si el catalizador de deshidratación está presente, puede producirse una transfor-

5. mación de dichos productos en adiponitrilo o en los productos intermedios más próximos de éste.

El tratamiento puede efectuarse en una instalación de los más diversos tipos, como por ejemplo un recipiente provisto de agitador, una columna de placas caldeadas o un

10. evaporador de capa delgada. En todos estos casos, se ha comprobado que los mejores resultados se obtienen utilizando una instalación tal y adoptando tales condiciones operato-
rias que el tratamiento pueda realizarse en un tiempo muy breve y que los residuos puedan eliminarse de manera conti-
15. nua.

La utilización de un evaporador de película, preferentemente un evaporador provisto de agitador, es una solución particularmente ventajosa del problema. En efecto, este tipo de instalación permite un buen cambio de calor y un contacto muy bueno entre el líquido y el gas, por lo que puede reducirse la duración del tratamiento a algunos segundos. El tratamiento puede realizarse, ya sea en co-
20. rriente del mismo sentido, ya sea en contracorriente; los resultados obtenidos son prácticamente iguales.

25. Interesa utilizar un medio calefactor de temperatura

313486



lo más uniforme posible, como por ejemplo vapores de condensación o líquidos en circulación forzada (Dowtherm, aceites minerales, etc.).

5. La temperatura de los productos que salen del evaporador está por lo general comprendida entre 220 y 350°C. A temperaturas menores, el agotamiento no es completo; con temperaturas más altas, el agotamiento es completo, pero se produce un espesamiento de la masa agotada, el cual ocasiona dificultades para el eliminarla.

10. Los valores preferibles de temperatura están comprendidos entre 250 y 300°C. Preferentemente se procede al tratamiento a la presión atmosférica o con una presión un poco más alta.

15. El amoníaco se utiliza en cantidad comprendida entre 0,1 y 20 m³ normales/kg/hora (y preferentemente 1 a 10 m³ normales/kg/hora) del producto bruto enviado a la instalación de agotamiento.

20. Los productos que salen del evaporador pueden o no reciclizarse a la nitrilación, después de haberlos condensado, o bien pueden reciclizarse en estado gaseoso al mismo tiempo que al amoníaco.

25. Los ejemplos que siguen constituyen una ilustración del invento, pero sin limitarlo. En particular, el ejemplo 1 lleva la indicación de los resultados obtenidos por destilación según los métodos conocidos, para que sea posible pre-



313486

sentar más claramente las ventajas que cabe obtener con la puesta en práctica del procedimiento de este invento.

E J E M P L O 1

A la parte superior de un evaporador de película
5. (de 60 mm de diámetro y 500 mm de altura de la parte caldea-
da), provisto de agitador (1500 vueltas por minuto), se
hacen llegar de manera continua 3,1 kg/h de una fracción
obtenida en la fabricación en continuo de adiponitrilo en
fase líquida, a partir de ácido adípico y amoniaco en pre-
10. sencia de ácido fosfórico. Esta fracción está constituida
por:

- | | |
|--|--------|
| - adiponitrilo | 22,2 % |
| - omega-cianovaleremida | 34,6 % |
| - productos intermedios no destilables | 34,2 % |
| 15. - catalizador (como H_3PO_4) | 0,5 % |
| - productos secundarios alquitranados | 8,5 % |

A la presión residual de 1 mm de Hg y por calenta-
miento con vapores de Dowthorn que se condensan a 300°C, se
obtienen como destilado 1,725 kg/h de un producto (38,5%
20. de adiponitrilo y 58% de omega-cianovaleremida, que se
recoge, mientras que la base del evaporador se retiran
1,25 kg/h de un residuo que contiene también intermediarios
útiles (adipamida), pero que se pierde.

313486



MAY, 1965

Este procedimiento, por lo tanto, no es ventajoso, pues no se obtiene más que el 65% de los productos contenidos en la muestra inicial y que, sin embargo, son útiles para la fabricación de adiponitrilo.

5. EJEMPLO 2

Se introducen de manera continua, por la parte superior de un evaporador de película semejante al del Ejemplo anterior, 3,1 kg/h del mismo producto que en dicho ejemplo.

Mientras se calienta por medio de vapores de Dowtherm que se condensan a 310°C, se hacen llegar a la parte inferior del evaporador 8 m³ normales por hora de gas amoníaco, en contracorriente con el producto introducido.

Enfriando los vapores que salen del evaporador, se obtienen 2,7 kg/h de producto condensado, constituido por 38% de adiponitrilo, 47,5% de omega-cianovalerámid, 6,5% de adipamida y 5% de agua. Por la base del evaporador se extraen 0,5 kg/h de un residuo prácticamente desprovisto de productos utilizables para la fabricación de adiponitrilo,

Actuando de este modo, no solamente se obtiene una conversión parcial de los productos intermedios en adiponitrilo y en omega-cianovalerámid, sino que se recupera prácticamente el total (alrededor del 96%) de los productos intermedios útiles que están presentes en el producto inicial

313486



Cuando ello es posible, los vapores que salen del evaporador pueden emplearse directamente para la fabricación de adiponitrilo sin someterlos a condensación previa.

E J E M P L O 3

5. Se introducen de manera continua, en el mismo evaporador de los Ejemplos anteriores, 5 kg/h de una fracción procedente de la fabricación continua de adiponitrilo en fase líquida a partir de ácido adípico y amoníaco y un catalizador de fosfato diamónico. La fracción tiene la composición siguiente:

- 10.
- adiponitrilo 60,0%
 - omega-cianovaleramide 30,0%
 - productos intermedios no destilables 7,3%
 - catalizador (como H_3PO_4) 0,2%
15. - productos secundarios alquitranados 2,5%.

Enviando 6 m³ normales por hora de amoníaco a la parte superior del evaporador (calentado por medio de vapores Dowtherm que se condensan a 330°C), en corriente del mismo sentido que el producto introducido, se obtiene un barrido prácticamente completo de los productos útiles. Se enfrían estos productos a la salida del evaporador y se obtienen 4,75 kg/h de un condensado de la composición siguiente:

20. 73% de adiponitrilo, 20% de omega-cianovaleramide, 3% de

313486



MAY 1965

adipamida y 2% de agua. Por la base del evaporador se extraen 0,25 kg/h de residuos agotados, que no sirven ya para nada.

- De este modo se recupera alrededor del 98% de los productos utilizables existentes en la materia inicial. Estos productos pueden volver a utilizarse para la fabricación de adiponitrilo.
- 5.

E J E M P L O 4

- Se introducen de manera continua, en el mismo evaporador de los Ejemplos anteriores, 1,2 kg/h de una fracción procedente de la fabricación continua de adiponitrilo en fase líquida a partir de ácido adípico y amoníaco, en presencia de ácido fosfórico como catalizador. Esta fracción tiene la composición siguiente:
- 10.

15.	- adiponitrilo	28,5%
	- omega-cianovaleramida	37,2%
	- productos intermedios no destilables	26,9%
	- catalizador (como H_3PO_4)	0,4%
	- productos secundarios alquitranados	7,0%

20. Se hacen llegar a la parte inferior del evaporador, en contracorriente con el producto introducido, 20 m³ normales por hora de amoníaco calentado previamente a 200°C. El calentamiento del evaporador se efectúa por medio de vapores

313486



Dowtherm que se condensan a 340°C. Por la base del evaporador se extrae 0,23 kg/h de residuos agotados, que constituyen desecho. Los productos útiles que son barridos se enfrían a la salida del evaporador. Se obtienen 0,95 kg de un

5. condensado constituido por una mezcla de adiponitrilo y productos intermedios útiles; el equivalente de adiponitrilo en esta mezcla llega a 0,908 kg, lo que corresponde al 94% de los productos útiles.

313486



N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran como no divulgadas ni practicadas en España, las siguientes reivindicaciones:

5. 1. Procedimiento para la separación de los productos útiles de mezclas procedentes de la reacción entre ácido adípico y amoníaco, aparte de los productos secundarios no volátiles y del catalizador, caracterizado porque se tratan dichas mezclas por medio de una corriente de amoníaco a presión normal y a temperatura comprendida entre 220° y 350°C.
10. 2. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque el caudal volumétrico del amoníaco es de 0,1 a 20 m³ normales/kg/hora (y preferentemente de 1 a 10 m³ normales/kg/hora) de producto introducido.
15. 3. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se procede al tratamiento por corriente de amoníaco en un evaporador de película, provisto de agitador.
4. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el tratamiento se realiza de manera continua.



313486

5. Procedimiento para la separación de los productos útiles de mezclas procedentes de la reacción entre ácido adípico y amoníaco.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de doce hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 28 MAY. 1965

p. a.

JAIMÉ ISERN

P. P.