

334328



PATENTE DE INVENCION

Your File No. 37340/L-354

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA LA PURIFICACION DE NITRI-
LOS CRUDOS OLEFINICAMENTE INSATURADOS.

Solicitante: MONSANTO COMPANY, entidad norteamericana, residente
en 800 North Lindberg, Boulevard, St. Louis, Missouri,
63166, EE.UU. de A.

La presente invención se relaciona con la
purificación de nitrilos olefínicamente insaturados
y más particularmente con un procedimiento de purifi-
cación de nitrilos olefínicamente insaturados mediante
5. destilación extractiva en presencia de agua como di-

solvente.



Uno de los métodos más ventajosos de producción de nitrilos olefínicamente insaturados es mediante la reacción catalítica de amoniaco y una olefina. Por ejemplo, pueden producirse fácilmente acrilonitrilo y metacrilonitrilo mediante reacción de amoniaco con propileno e isobutileno, respectivamente. En tal producción de nitrilos olefínicamente insaturados, se forman cantidades notables de impurezas, tales como nitrilos saturados estrechamente relacionados y compuestos carbonilos. Por ejemplo, la producción de acrilonitrilo a partir de amoniaco y propileno tiene por resultado la formación de notables cantidades de acetonitrilo, propionitrilo, acetona y similares. Generalmente, es necesario separar estas impurezas subproductos del nitrilo insaturado, a fin de calificar al nitrilo insaturado para su polimerización en productos polímeros útiles.

Unos de los métodos comúnmente usados para separar impurezas subproductos, particularmente las que son miscibles con agua, de corrientes de nitrilos olefínicamente insaturados, consiste en la destilación extractiva de la corriente de nitrilo insaturada e impura con agua como disolvente. Tal destilación extractiva tiene por resultado la recuperación del nitrilo insaturado purificado de las impurezas subproductos miscibles con agua, como producto de cabeza, y la recuperación de una solución acuosa que contiene las impurezas subproductos miscibles en agua, como producto de cola. Generalmente, en tales métodos de destilación extractiva, se requieren grandes cantidades de agua disolvente para separar incluso pequeñas cantidades



de subproducto mezclable con agua de una corriente de nitrilo insaturado e impuro. Como resultado de las grandes cantidades de agua requeridas y del problema de evacuación creado por el producto de cola, es ordinariamente deseable y con frecuencia necesario recuperar y reutilizar el agua disolvente en la destilación extractiva una y otra vez durante muchos ciclos.

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.
- A fin de recuperar y reutilizar el agua disolvente en el proceso de destilación extractiva, es necesario por supuesto disponer de un medio de purificación del agua disolvente rica de las impurezas miscibles en agua absorbidas en aquella. Tales medios de purificación consisten generalmente en una columna de separación en la que el agua disolvente rica es separada de las impurezas miscibles con agua contenidas en aquella y de la que se devuelve agua limpia a la zona de destilación extractiva. A fin de separar las impurezas miscibles con agua del agua disolvente rica, es necesario suministrar considerable calor a la columna de separación, requiriéndose generalmente tanto o más calor que el suministrado a la columna de destilación extractiva. Tales requisitos de calor relativamente elevados tanto para la columna de destilación extractiva como para la columna de separación tiene por resultado un incremento bastante grande en el gasto de purificación de nitrilos impuros olefinicamente insaturados, mediante destilación extractiva con agua.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un nuevo y perfeccionado procedimiento de purificación de nitrilos olefinicamente insaturados mediante destilación extractiva, en presencia de agua como disolvente. Otro ob-



- jeto de la invención es proporcionar un nuevo y perfeccionado procedimiento de purificación de nitrilos olefínicamente insaturados mediante destilación extractiva en presencia de agua, en el que el agua disolvente de la destilación extractiva es recuperada y reutilizada en dicha destilación extractiva. Un objeto particular de la presente invención es proporcionar un nuevo y perfeccionado procedimiento para la purificación de nitrilos olefínicamente insaturados mediante destilación extractiva con agua y la recuperación y reutilización del agua disolvente, en el que la entrada total en el procedimiento es sustancialmente reducida. Otro objeto particular de la presente invención es proporcionar un nuevo y perfeccionado procedimiento de separación de impurezas tales como acetonitrilo y/o propionitrilo y/o acetona de acrilonitrilo crudo mediante destilación extractiva en presencia de agua, en el que el agua es recuperada y recirculada a la destilación extractiva, y en el que la entrada total de calor en dicho procedimiento es sustancialmente reducida. Otro objeto de la invención es proporcionar un aparato para conseguir los citados objetos. Otros objetos resultarán evidentes con la siguiente descripción de la invención aquí expuesta.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- La presente invención, que satisface estos y otros objetos, comprende, en una versión, un procedimiento de purificación de nitrilos crudos olefínicamente insaturados mediante destilación extractiva en presencia de agua, con la subsiguiente recuperación y reutilización de dicho agua en el citado procedimiento de destilación extractiva, cuyo procedimiento comprende la introducción
- 25.
- 30.



- continua de un nitrilo crudo olefinicamente insaturado, que contiene impurezas miscibles en agua, en una zona de destilación extractiva de 50 platos por lo menos, introduciéndose dicho nitrilo crudo por un punto intermedio a
5. los extremos de la citada zona de destilación extractiva, la introducción continua de agua disolvente en dicha zona de destilación extractiva por encima del punto en que se introduce el citado nitrilo crudo, la retirada continua de agua disolvente rica la cola de dicha zona de destilación extractiva, conteniendo el referido agua disolvente
10. rica a las citadas impurezas miscibles con agua, la introducción continua del referido agua disolvente rica en una zona de separación de disolvente de 25 platos por lo menos, en un punto situado por encima del punto medio de
15. dicha zona de separación de disolvente, la introducción continua de calor en la referida zona de separación de disolvente junto a la cola de tal zona, en una cantidad superior al 5% por lo menos, respecto a la normalmente re-
20. querida para efectuar la separación de dichas impurezas miscibles con agua del citado agua, la retirada continua de agua disolvente empobrecida de la cola de dicha zona de separación de disolvente, la vuelta continua del cita-
25. do agua disolvente empobrecida a la referida zona de destilación extractiva como agua disolvente, la retirada continua de una porción de los vapores que comprenden agua y las citadas impurezas miscibles con agua, de dicha zona de separación de disolvente por un punto situado por encima del punto en que se introduce el citado agua disolvente rica en la mencionada zona de separación de disolvente,
30. pero por debajo de la cabeza de dicha zona de separación



- de disolvente, la introducción continua de los citados vapores en la referida zona de destilación extractiva, por un punto situado por debajo del punto en que se introduce el citado nitrilo crudo, la recuperación continúa de nitrilo olefinicamente insaturado y sustancialmente purificado de dichas impurezas miscibles con agua, de la parte superior de la referida zona de destilación extractiva y la recuperación continua de agua y de las impurezas miscibles con ella de la parte superior de dicha zona de separación de disolvente, siendo la concentración de las referidas impurezas micibles en agua en la parte superior sustancialmente mayor que en dicho agua disolvente rica.
- 5.
- 10.

- En otra versión, la presente invei3n consiste en un aparato particularmente adaptado para purificar nitrilos olefinicamente insaturados mediante destilación extractiva en presencia de agua, con la subsiguiente recuperación y reutilización de dicho agua en el citado procedimiento de destilación extractiva. Este aparato comprende:
- 15.
- 20.

- (A) Una primera columna de destilación de 50 platos por lo menos, (B) una segunda columna de destilación de 25 platos por lo menos; (C) medios de entrada de la alimentación, en comunicación abierta con la primera columna de destilación citada, en un punto intermedio a los extremos de la primera columna de destilación, encontrandose también los citados medios de entrada en comunicación abierta con la fuente de suministro de una alimentación de nitrilo impuro y olefinicamente instaurado;
- 25.
- 30.
- (D) un primer medio de salida situado en la cabeza de la



- primera columna de destilación citada, para separar destilado superior de dicha columna de destilación citada, para separar destilado superior de dicha columna de destilación; (E) un segundo medio de salida situado en la cola de la primera columna de destilación mencionada,
5. cuyo segundo medio de salida se encuentra en comunicación abierta con la segunda columna de destilación referido, en un punto situado por encima del punto medio de la segunda columna de destilación; (F) un primer medio de salida de la segunda columna de destilación en el fondo de
10. la misma, encontrándose el citado primer medio de salida en comunicación abierta con la primera columna de destilación en un punto situado por encima del mencionado medio de entrada de la primera columna de destilación; (G) un segundo medio de salida de la segunda columna de destilación,
15. situado en un punto por encima de aquel en el que el segundo medio de salida de la primera columna de destilación se encuentra en comunicación abierta con la segunda columna de destilación en comunicación abierta con la primera columna de destilación en un punto situado
20. por debajo del citado medio de entrada de alimentación de la primera columna de destilación; (H) un tercer medio de salida de la segunda columna de destilación en la parte superior de la misma, para retirar destilado superior de tal columna segunda de destilación; e (I)
25. medios para introducir calor en la segunda columna de destilación en un punto proximo al fondo de la misma.

El procedimiento y aparato de la presente invención se describirán e ilustrarán con referencia a los dibujos adjuntos. La figura 1 de los dibujos es un trazado esquemático de una versión de la presente invención,

30.



que ilustra en forma simplificada una disposición ilustrativa de un equipo para llevar a cabo el procedimiento de la presente invención. La figura 2 ilustra otra disposición ejemplificativa de un equipo para llevar a cabo la presente invención; y la figura 3 muestra una disposición convencional de equipo para purificar nitrilos insaturados crudos mediante destilación extractiva con agua y para recuperar y reutilizar el agua disolvente. Por simplificación, se omiten detalles evidentes, tales como tanques de almacenamiento, bombas, medidores, instrumentación, etc.

En cada uno de los dibujos, los mismos caracteres de referencia se utilizan para indicar aspectos similares del aparato usado en la práctica del procedimiento de la presente invención, así como el utilizado para realizar el procedimiento convencional ilustrado con referencia a la figura 3.

A efectos de una ilustración más clara de la presente invención, se describirán los dibujos con relación a la purificación de una corriente de acrilonitrilo crudo obtenido mediante reacción de amoníaco y propileno y que previamente ha sido sometida a una absorción de agua para absorber el acrilonitrilo e impurezas solubles en agua de hidrocarburos sin reaccionar, monóxido de carbono, dióxido de carbono y nitrógeno. Tal corriente de acrilonitrilo crudo contiene del 90 al 95% en peso de agua y contiene además acetonitrilo, una impureza miscible con agua, en una relación molar respecto al acrilonitrilo de 1 a 7 aproximadamente.

Con referencia en primer lugar a la figura 1, la corriente cruda anteriormente descrita del procedimiento se introduce por medio del conducto de entrada 10 en una columna



- de destilación extractiva 11 en un punto intermedio a los extremos de la misma. La columna de destilación extractiva no tendrá ordinariamente menos de 50 platos y preferiblemente tendrá de 60 a 100 platos. El conducto de entrada 10 cortará muy frecuentemente a la columna de destilación extractiva 11 en un punto situado por encima o muy ligeramente por encima, dentro de cinco platos, del punto medio de dicha columna 11. Simultáneamente a la introducción del acrilonitrilo impuro, se introduce agua disolvente en la
10. columna de destilación extractiva 11 por un punto situado encima del conducto de entrada 10, mediante el conducto 12 de entrada de disolvente. La cantidad de agua disolvente introducida por el conducto 12 es preferiblemente de 6 a 20 veces mayor en peso a la cantidad de nitrilo olefínicamente insaturado presente en la corriente del procedimiento.
15. Como se muestra en el dibujo, el conducto 12 de entrada de disolvente desemboca ordinariamente en la columna de destilación extractiva 11 cerca de la parte superior de la misma. Preferiblemente, por lo menos de 20 a 30 platos separan al
20. conducto de entrada 10 y al conducto 12 de entrada de disolvente.

- Dentro de la columna de destilación extractiva 11, los vapores de acrilonitrilo pasan ascendentemente a través de la columna y establecen contacto con el agua líquida
25. descendente que separa al acetonitrilo y a otras impurezas miscibles con agua, del acrilonitrilo. Luego pasa acrilonitrilo purificado por arriba desde la columna 11 a través de un primer conducto de salida 13. Discrecionalmente, dependiendo de las circunstancias particulares, una porción
30. de la parte superior del acrilonitrilo, que ordinariamente



contiene cantidades notables de agua, puede devolverse a la columna 11 como reflujo. Al enfriarse la parte superior, el acrilonitrilo y el agua se separarán en fases distintas y si se desea la fase acuosa puede devolverse a la columna de destilación extractiva 11.

5.

Al pasar los vapores de acrilonitrilo hacia arriba a través de la columna de destilación extractiva 11, el agua que contiene acetonitrilo absorbido y otras impurezas pasan descendentemente a través de la columna 11 y se re-

10,

tira luego el agua disolvente rica del fondo de la columna 11 y se transfiere por medio de un segundo conducto de salida 14 a la columna 15 de separación de disolvente. Esta

15.

columna 15 contiene ordinariamente no menos de 25 platos y preferiblemente de 40 a 60. El agua disolvente rica es introducida en la columna 15 por encima del punto medio

20.

de la misma. Preferiblemente, el agua disolvente rica se introduce en la columna 15 por un punto situado a no menos de $1/4$ de la distancia en platos desde el punto medio de la columna a la cabeza de la misma, y a no mas de $3/4$ de esta distancia. Por ejemplo, en una columna de 80 platos, el disolvente rico se introduciría preferiblemente en la columna entre los platos 50 y 70 a partir de la cola de la columna.

25.

El calor para separar del agua las impurezas absorbidas y miscibles con agua se suministra a la columna 15 junto al fondo de la misma por medio del conducto 16.

30.

Ordinariamente, el calor se suministra por medio de vapor de agua, que es térmicamente cambiado con el agua y las impurezas miscibles con la misma en la columna 15, ya sea por medios indirectos o mediante una inyección directa en



- la columna. Sin embargo, la presente invención no ha de limitarse al vapor de agua como medio de suministro de calor a la columna 15, puesto que puede utilizarse cualquier forma conveniente de entrada de calor, tal como medios calentadores eléctricos, cambio de calor indirecto o directo con materiales que no sean vapor de agua, etc. El vapor de agua es preferido principalmente debido a su disponibilidad, relativa facilidad de manejo y costo comparativamente bajo. La cantidad de calor suministrada a la columna 15 por medio del conducto 16 es por lo menos superior en un 5%, y preferiblemente en un 10%, respecto a la necesidad normal media para la deseada separación de agua e impurezas miscibles con ella, en la columna de separación 15. Por ejemplo, si 10 kilocalorias es el requisito normal medio de calor por una unidad determinada de tiempo para efectuar una separación, entonces, de acuerdo con la presente invención, se suministrarían como mínimo 10'5 kilocalorias a la columna 15.

- Dentro de la columna 15 de separación de disolvente, se concentra agua empobrecida en la cola de la columna, mientras que dentro del resto de la misma existe una mezcla de agua y de impurezas miscibles con ella, aumentando la concentración de las impurezas citadas hacia la parte superior de la columna. La impureza miscible con agua y parte de ésta son retiradas por encima de la columna 15 por medio de un conducto de salida 17 y pasadas al condensador 18. Desde el condensador 18, se devuelve una porción de la impureza miscible con agua y esta última a la columna 15 mediante el conducto 19, como reflujo, mientras que el resto se pasa a otra disposición por el conducto 20. Se retira agua empobrecida del fondo de la columna



15 mediante el conducto de salida 21 a través del cual se recircula al conducto 12 de entrada de disolvente.

5. Se suministra calor a la columna de destilación extractiva 11 por medio del conducto 22, que corta a la columna 15 de separación de disolvente en un punto situado por encima del punto de entrada de disolvente rico en la columna 15 a través del conducto 14. Por el conducto 22, una porción de los vapores calientes formados por agua e impurezas miscibles con aquella, es retirada de 10. la columna 15 e introducida en la columna de destilación extractiva 11 por un punto situado por debajo del punto en que el conducto de entrada 10 corta a la columna de destilación extractiva 11, preferiblemente dentro de 5 platos desde el fondo de la columna 11. Los vapores calientes retirados de la columna 15 e introducidos en la 15. columna de destilación extractiva 11 por el conducto 22 son suficientes para arrastrar el acrilonitrilo ascendente por la columna, pero no son suficientes para causar también el arrastre ascendente de las impurezas miscibles con agua por la columna. 20.

25. Para describir la presente invención en otra versión, se hará referencia a la figura 2. Con referencia a tal figura, se introduce una corriente de acrilonitrilo impuro, tal como la descrita con referencia a la figura 1, por medio del conducto de entrada 10, en una zona o sección 23 de destilación extractiva de la columna 24. La zona de destilación extractiva 23 contiene ordinariamente no menos de 50 platos y el conducto de entrada 10 conecta con la misma en un punto intermedio a los extremos de la zona de destilación extractiva 22, cortán- 30.



- dose, muy frecuentemente en el punto medio de dicha zona 23 ó ligeramente por encima del mismo. La zona de destilación extractiva 23 cumple la finalidad y los objetos de la columna de destilación extractiva 11 descrita con referencia a la figura 1, siendo sustancialmente similar a ella tanto en construcción como en funcionamiento. Como en el caso de la columna de destilación extractiva 11 de la figura 1, un conducto 12 de entrada de disolvente introduce agua disolvente en la zona de destilación extractiva 23, por encima del punto en que el conducto de entrada 10 introduce el acrilonitrilo impuro. Desde la parte superior de la zona de destilación extractiva 23 pasan acrilonitrilo purificado y agua, por encima, por medio del conducto 13, como se muestra en la figura 1.
5. A través de la columna 24 pasa descendentemente agua que contiene absorbidas impurezas miscibles con ella, pasando igualmente por la zona de destilación extractiva 23 y a la sección 25 de separación de disolvente. En la versión de la presente invención descrita en la figura 2, la función de la columna 15 separadora de disolvente de la figura 1 se satisface por medio de la sección 25 separadora de disolvente y la columna enriquecedora 27, constituyendo ambas la zona de separación de disolvente. La sección 25 de separación de disolvente no contiene ordinariamente menos de 25 platos ni mas de ochenta, siendo sustancialmente de igual función que la porción de la columna 15 de la figura 1 por debajo del punto en que el conducto de salida 22 de la figura 1 corta la referida columna 15. Se suministra calor a la sección 25 separadora de disolvente por medio del conducto 16, de la manera anteriormente descrita con referencia a la figura 1. Una porción de los vapores contenidos en la sección 25
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- de separación de disolvente pasa desde la columna 24, en un punto próximo a la parte superior de la sección 25 separadora de disolvente, por medio del conducto 26 y a una sección enriquecedora 27, por debajo del punto medio de dicha
5. sección 27. Preferiblemente, la sección enriquecedora 27 tiene de 10 a 15 platos y el conducto 26 corta a dicha sección 27 en el fondo o cerca del mismo. En la sección enriquecedora 27, se toman impurezas miscibles con agua y algún
10. agua por arriba mediante el conducto 17, se enfrían y se condensan en el condensador 18, devolviéndose una porción del material condensado, como reglujo, a la sección enriquecedora 27 por medio del conducto 19. El resto del material condensado es pasado desde el condensador 18 a su subsiguiente disposición por medio del conducto 20.
15. Del fondo de la sección enriquecedora 27 se toma agua que contiene cantidades sustancialmente reducidas de la impureza miscibles con agua y absorbida, por medio del conducto 28, y se introduce en la sección 25 separadora de
20. disolvente de la columna 24, en un punto situado por debajo de aquel en que se retiran los vapores de dicha sección 25 por medio del conducto 26. Del fondo de la sección 25 separadora de disolvente se retira agua disolvente empobrecida por medio del conducto 21, a través del cual se recircula el agua empobrecida al conducto 12 de entrada de disolvente.
25. Los vapores calientes que pasan desde la parte superior de la sección 25 de separación de disolvente proporcionan el calor necesario para poner en funcionamiento a la zona de destilación extractiva 23 para purificar el acrilonitrilo crudo.
30. Para ilustrar la diferencias entre la presente

invención y los medios convencionales de purificación de un nitrilo impuro olefínicamente insaturado, se ofrece la figura 3. Esta figura muestra los medios convencionales de purificación de un nitrilo impuro olefínicamente

5.



insaturado, mediante destilación extractiva con agua y la subsiguiente recuperación y reutilización del agua disolvente. Con referencia a la figura 3, se introduce

10.

una corriente de acrilonitrilo impuro, tal como la descrita con referencia a la figura 1, mediante el conducto de entrada 10, en una columna de destilación extractiva 11 de 50 platos por lo menos, siendo el punto de entrada del conducto 10 sustancialmente el mismo que se muestra en la figura 1. Se retiran por arriba acrilonitrilo purificado y agua de la columna de destilación extractiva 11

15.

por medio del conducto 13, mientras se retira agua disolvente rica del fondo de la columna 11 por medio del conducto 14, a través del cual se introduce en la columna 15 de separación de disolvente, que contiene por lo menos

20.

25 platos. En la columna 15 de separación de disolvente, se separan impurezas miscibles en agua del agua disolvente rica y junto con unas cantidades relativamente grandes de agua, se retiran por arriba a través del conducto 17.

25.

Esta porción superior es condensada luego en el condensador 18 y se devuelve una porción a la columna 15 como reflujo por medio del conducto 19, mientras que el resto es pasado a su futura disposición por medio del conducto 20. Se retira agua disolvente empobrecida de la cola de la

30.

columna 15 y se devuelve como recirculación al conducto 12 de entrada de disolvente por medio del conducto 21. En esta operación convencional, se introduce calor en la



columna 15 junto a su fondo por medio del conducto 16 y se introduce calor en la columna 11 por medio del conducto 29. El medio de introducción de calor en la columna 11 es o puede ser igual al usado para la columna 15. Una diferencia principal entre el procedimiento convencional de la figura 3 y el procedimiento de la presente invención, tal como se muestra en la figura 1, consiste en la necesidad de adición de calor de una fuente externa a cada una de las columnas 11 y 15 de la figura 3, en oposición a la adición de calor externo sólo a la columna 15 en la figura 1. Además, el procedimiento convencional de la figura 3 carece de los medios de retirada de vapor caliente de la columna 15 y de su recirculación a la columna 11, como se describe con referencia a la figura 1, siendo el medio en la figura 1 el conducto 22.

Para ilustrar específicamente la presente invención y las ventajas que se obtienen con la misma, se realizaron dos operaciones de destilación extractiva con recuperación y reutilización del agua disolvente. En una de las operaciones de destilación extractiva, se usó una disposición de equipo de acuerdo con la presente invención, tal como se muestra en la figura 1, mientras que en la otra se usó una disposición convencional de equipo, tal como se muestra en la figura 3. En cada una de las operaciones, tanto la columna de destilación extractiva como la columna de separación de disolvente tenían 70 platos. Se introdujo una corriente de acrilonitrilo impuro, consistente en un 7,5% en peso de acrilonitrilo, un 1,3% en peso de acetónitrilo, un 1,3 en peso de HCN y un 89,9% en peso de agua, en cada una de las columnas de destilación extractiva, aproximadamente



- en la bandeja 40ª a partir del fondo, y a una temperatura de 82,2°C aproximadamente. En la destilación extractiva convencional, se suministró calor a la columna de destilación extractiva por debajo del primer plato, en forma de vapor de agua a 147°C y a razón de 1813'5 kilos de vapor por hora. El vapor de agua se introdujo directamente en el fondo de la columna de destilación extractiva. No se usó vapor de agua para calentar la otra columna de destilación extractiva. Asimismo, en ambas operaciones de destilación extractiva y se introdujo en una columna de separación de disolvente, aproximadamente en el plato 60ª a partir del fondo. La temperatura a que se introdujo el agua disolvente líquida en la columna de separación de disolvente en la disposición convencional, fue de 108,9°C. Cuando se usó la disposición de equipo de la presente invención, la temperatura fue de 103'9°C. Se recirculó agua disolvente empobrecida desde el fondo de la columna de separación de disolvente hasta cerca de la parte superior de la columna de destilación extractiva en ambas operaciones de destilación. En la destilación extractiva efectuada de acuerdo con la presente invención, se tomó vapor caliente del plato 60ª de la columna de separación de disolvente y se devolvió a la columna de destilación extractiva por debajo de la primera bandeja. Se suministró calor a la columna de separación de disolvente por medio de inyección directa de vapor de agua a 147°C en ambas operaciones de destilación extractiva. Sin embargo, en la operación realizada de acuerdo con la presente invención, el vapor de agua se introdujo en la columna de separación de disolvente a razón de 2925 kilos
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



por hora, mientras que en la operación realizada por medios convencionales, como se muestra en la figura 3, se introdujo el vapor de agua a razón de 2565 kilos por hora. Así, en la operación de destilación extractiva realizada de acuerdo con la presente invención, las 2925 kilos por horas de vapor de agua representan el calor horario total añadido al sistema completo, mientras que en el sistema convencional se requerían 1813'5 mas 2565 ó 4378'5 por hora de vapor de agua para efectuar sustancialmente la misma función. La presente invención tuvo por resultado aproximadamente una economía de vapor de agua o de calor externo 33%.

En la práctica del procedimiento de la presente invención, se emplean temperaturas del orden de 76'7 a 115'6°C en la columna de destilación extractiva. Preferiblemente, cuando el nitrilo crudo olefinicamente insaturado es acrilonitrilo, se usan en la columna de destilación extractiva temperaturas de 88'2 a 110°C. Dentro de estos valores, se observan ordinariamente temperaturas superiores hacia la cola de la columna de destilación extractiva, mientras que en la parte superior de la columna se encuentran temperaturas inferiores. En un modo particularmente útil de practicar la presente invención, la temperatura en el fondo de la columna es muy frecuentemente del orden de 98'9 a 110°C, siendo la temperatura en la parte superior de la columna de 16'5 a 40°C menor que en el fondo.

Las temperaturas dentro de la columna de separaciones disolvente son generalmente del orden de 48'9 a 163°C y preferiblemente de 87'8 a 121°C. De nuevo se ob-



servan hacia la cola de la columna, encontrándose las temperaturas inferiores junto a la parte superior de la misma. Las temperaturas próximas al fondo de la columna en el modo particularmente útil de practicar el procedimiento de la presente invención son ordinariamente del orden de 115'6 a 127'2C, siendo las temperaturas próximas a la parte superior de la columna de 22 a 44'2C menores.

Ordinariamente, el nitrilo impuro y crudo olefínicamente insaturado se introduce en la columna de destilación extractiva precalentado a una temperatura de 71 a 87'8'2C aproximadamente. El agua disolvente introducida en la parte superior de la columna de destilación extractiva se encuentra también a elevadas temperaturas, ordinariamente de 60 a 87'8'2C a la entrada de la columna.

Las presiones en el sistema total, incluyendo la columna de destilación extractiva y la columna de separación de disolvente, son ordinariamente iguales o próximas a las presiones atmosféricas, es decir comprendidas entre el valor atmosférico y 0'7 Kg/cm². Sin embargo, pueden emplearse presiones tanto superiores como inferiores, tales como tan bajas como de 400 mm Hg e inferiores y tan elevadas como de 7 kg/cm² y superiores.

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 ha de señalarse que el presente invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Norteamérica con fecha y número siguientes: 9 de diciembre de 1.965, Ser. No.



- 512.651, acogiéndose por lo tanto a 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 sobre: Procedimiento y Aparato para
5. la purificación de nitrilos crudos olefinicamente insaturados; caracterizándose por lo siguiente:
- 1.- Procedimiento para la purificación de nitrilos crudos olefinicamente insaturados, mediante destilación extractiva, en presencia de agua, con la subsiguiente recuperación y reutilización del citado agua en el mencionado procedimiento de destilación extractiva, caracterizado porque
10. comprenden la introducción continua de un nitrilo crudo olefinicamente insaturado conteniendo impurezas miscibles con agua, en una zona de destilación extractiva de 50 platos por lo menos, introduciéndose dicho nitrilo crudo por un
15. punto intermedio a los extremos de la citada zona de destilación extractiva, la introducción continua de agua disolvente en la referida zona de destilación extractiva por encima del punto en que se introduce dicho nitrilo crudo, la
20. retirada continua de agua disolvente rica del fondo de la citada zona de destilación extractiva, conteniendo dicho agua disolvente rica las citadas impurezas miscibles con agua, la introducción continua del citado agua disolvente rica en una zona de separación de disolvente de 25 platos por
25. lo menos, por un punto situado encima del punto medio de dicha zona de separación de disolvente la introducción continua de calor en la referida zona de separación de disolvente junto al fondo de tal zona, en una cantidad superior al 5% por lo menos respecto a la normalmente requerida para efectuar la separación de dichas impurezas miscibles con agua del citado agua,
30. la retirada continua de agua disolvente empobrecida del fondo de



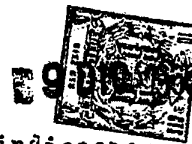
- dicha zona de separación de disolvente, la devolución continua del referido agua disolvente empobrecida a la mencionada zona de destilación extractiva como agua disolvente, la retirada continua de una porción de los vapores que
5. comprenden agua y las citadas impurezas miscibles con aquella del interior de la referida zona de separación de disolvente, por un punto situado por encima del punto en que se introduce dicho agua disolvente rica en la mencionada zona de separación del disolvente, la introducción continua de
10. los mencionados vapores en la referida zona de destilación extractiva por un punto situado por debajo del punto en que se introduce dicho nitrilo crudo, la recuperación continua de nitrilo olefínicamente insaturado y sustancialmente purificado, de dichas impurezas miscibles con agua, de la
15. parte superior de la citada zona de destilación extractiva y la recuperación continua de agua y de las mencionadas impurezas miscibles con agua, de la parte superior de dicha zona de separación de disolvente, siendo la concentración de las citadas impurezas miscibles con agua en la porción
20. superior sustancialmente mayor que en el referido agua disolvente rica.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la cantidad de calor introducido en la citada zona de separación de disolvente es por lo menos

25. de un 10% superior a la normalmente requerida para efectuar la separación de dichas impurezas mezclables con agua del citado agua.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la zona de destilación extractiva es

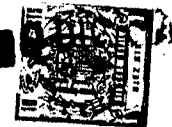
30. una de 60 a 100 platos.



4.- Procedimiento según la reivindicación -, ca-
racterizado porque la cantidad de agua disolvente introduci-
da en dicha zona de destilación extractiva es de 6 a 20 ve-
ces en peso la cantidad de dichos nitrilos olefínicamente
5. insaturados presentes en la citada corriente de nitrilo cru-
do.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-
terizados porque por lo menos 20 a 30 platos separan el pun-
to en que dicho nitrilo crudo es introducido en la citada
10. zona de destilación extractiva y el punto en que se introdu-
ce el agua disolvente en la referida zona de destilación ex-
tractiva.

6.- Aparato para realizar el procedimiento según
la reivindicación 1, caracterizados porque comprende (A)
15. una primera columna de destilación de 50 platos por lo menos.
(B) una segunda columna de destilación de 25 platos por lo
menos; (C) medios de entrada de alimentación en comunicación
abierta con la primera columna de destilación citada, por un
punto intermedio a los extremos de la primera columna de des-
20. tilación referida, encontrándose también dicho medio de en-
trada en comunicación abierta con la fuente de suministro
de una alimentación de nitrilo impuro olefínicamente insatu-
rado; (D) un primer medio de salida en la parte superior de
la primera columna de destilación, para separar destilado
25. superior de la citada primera columna de destilación; (E)
un segundo medio de salida en el fondo de la primera colum-
na de destilación, cuyo segundo medio de salida se encuentra
en comunicación abierta con la segunda columna de destila-
ción mencionada, en un punto situado por encima del punto
30. medio de dicha segunda columna de destilación; (F) un pri-



- mer medio de salida de la segunda columna de destilación, en el fondo de la misma, encontrándose el primer medio de salida citado en comunicación abierta con la primera columna de destilación referida, en un punto situado por encima del mencionado medio de entrada de alimentación de la primera columna de destilación mencionada; (G) un segundo medio de salida de la segunda columna de destilación, situado en un punto por encima de quel en que el segundo medio de salida de la primera columna de destilación se encuentra en comunicación abierta con la segunda columna de destilación, hallándose el segundo medio de salida citado de la segunda columna de destilación en comunicación abierta con la primera columna de destilación referida, en un punto situado por debajo del mencionado medio de entrada de la primera columna de destilación; (H) un tercer medio de salida de la segunda columna de destilación en la parte superior de la misma, para retirar destilado superior de la segunda columna de destilación de la parte superior de la misma, para retirar destilado superior de la segunda columna de destilación; e (I) medios para introducir calor en la segunda columna de destilación, por un punto próximo al fondo de la misma.

7.- Aparato según la reivindicación 6, caracterizado porque la primera columna de destilación mencionada tiene de 60 a 100 platos.

8.- Aparato según la reivindicación 6, caracterizado porque la segunda columna de destilación está separada en una sección de separación y una sección enriquecedora, estando unida dicha sección de separación al fondo de la primera columna de destilación citada y constituyendo la



referida sección enriquecedora una columna separada.

5. 9.- Aparato según la reivindicación 6, caracterizado porque el citado medio de entrada de alimentación en la primera columna de destilación corta a esta columna dentro de cinco platos por encima del punto medio de la citada primera columna de destilación, y el primer medio referido de salida de la segunda columna de destilación mencionada se encuentra en comunicación abierta con la referida primera columna de destilación, en un punto situado por lo menos de 20 a 30 platos por encima del citado medio de entrada de alimentación.

10. 10.- Procedimiento y aparato para la purificación de nitrilos crudos olefinicamente insaturados, tal y como quedan descritos sustancialmente en la presente Memoria, e ilustrado en los adjuntos dibujos.

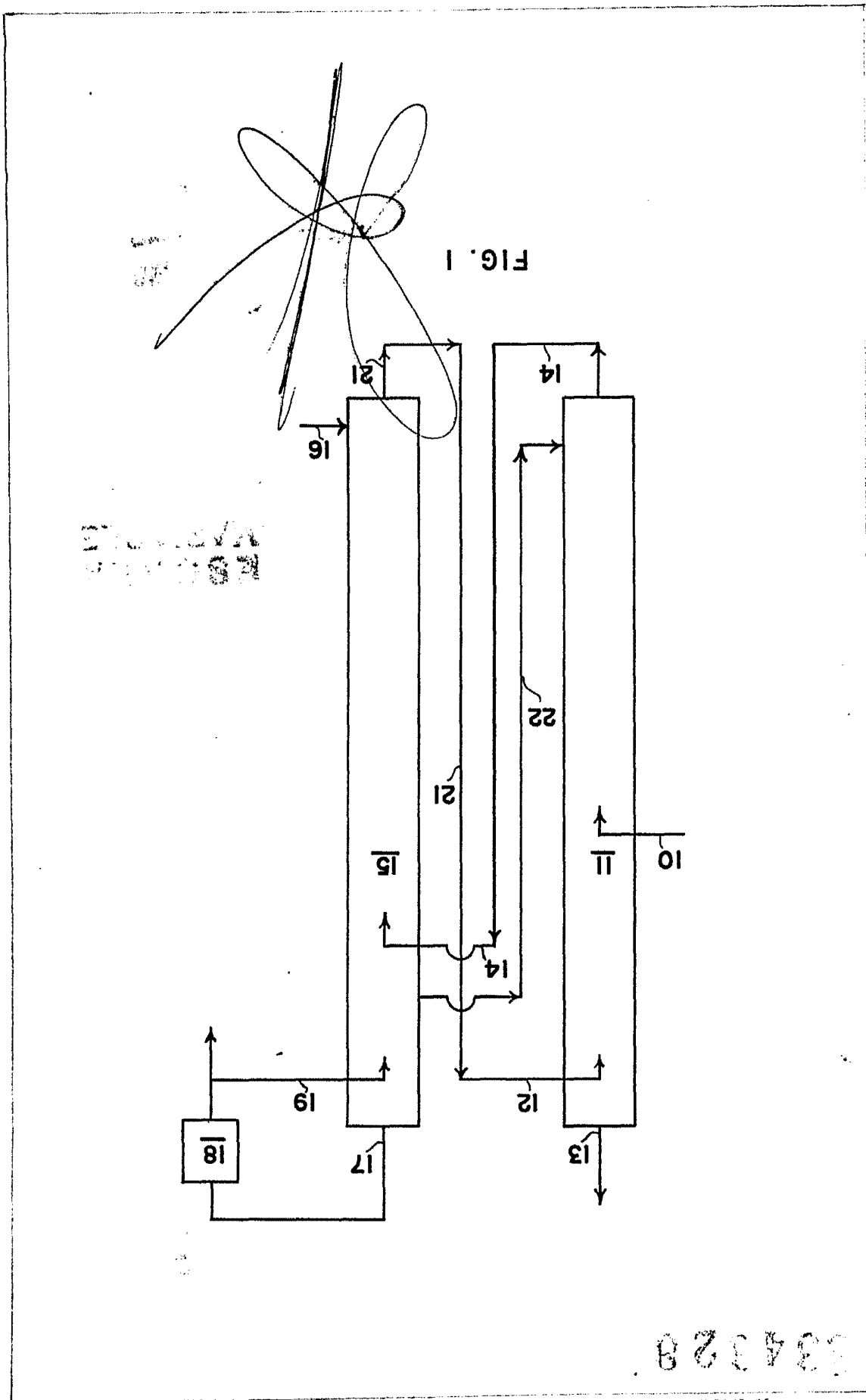
Esta Memoria consta de 24 hojas escritas a máquina por una sola cara,

Madrid,

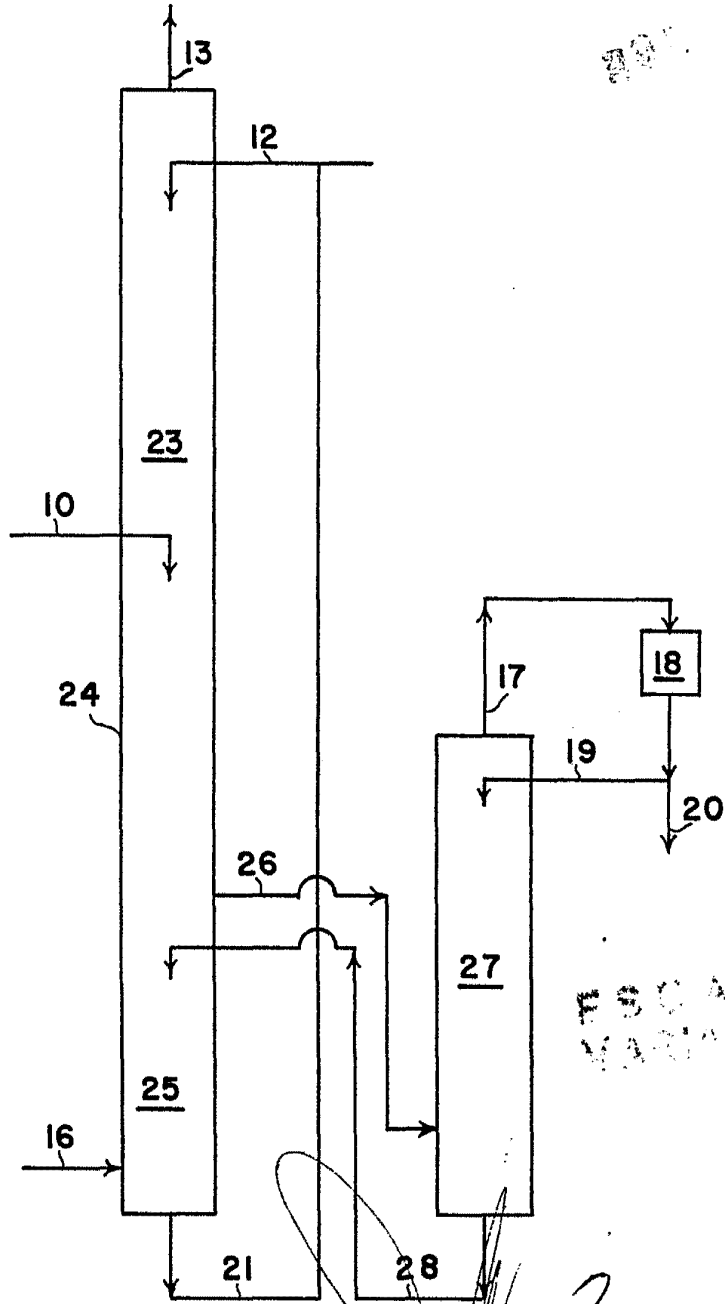
9 DIC. 1938

MONSANTO COMPANY,

LA COMPAÑIA AGRO-INDUSTRIAL

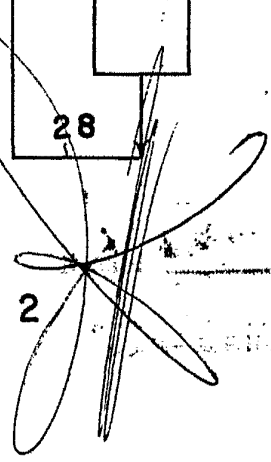


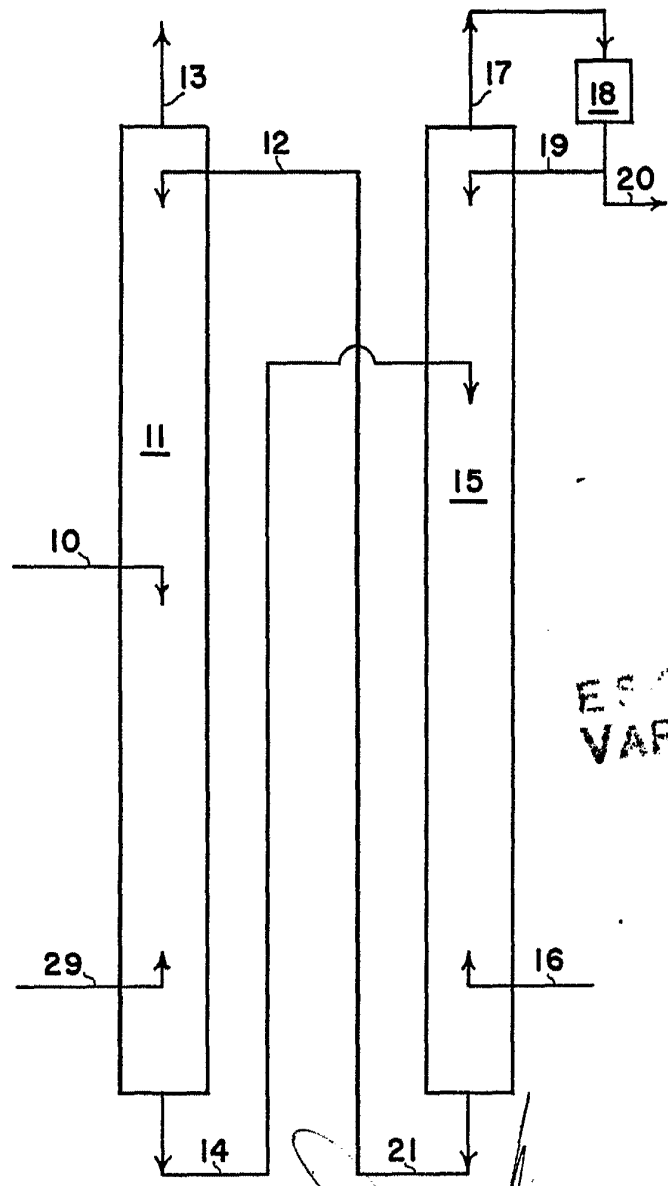
004328



ESCALA
VARIABLE

FIG. 2





ESQUEMA
VARIABLE

FIG. 3

[Handwritten signature]
BOHANTO COMPANY
& GOMEZ