

REF: CASE 4716 GH(LJR)

437491

437491

Int. C. : CO7C 121/32

## MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un

### PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: THE STANDARD OIL COMPANY.

RESIDENCIA: Midland Building, CLEVELAND 15, Ohio,

ESTADOS UNIDOS.-

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA RECUPERACION Y

PURIFICACION DEL ACRILONITRILO O

METACRILONITRILO.

Prioridad: Patente ..... n.º ..... del .....

1           Esta invención se refiere a un procedimiento para la  
recuperación y purificación de acrilonitrilo o metacriloni-  
trilo obtenido por amoxidación de propileno o isobutileno,  
donde

5           (a) el efluente del reactor se pone directamente en  
contacto con una corriente acuosa para enfriar los gases en  
una columna de enfriamiento;

            (b) el acrilonitrilo y el HCN se recuperan en forma  
de solución acuosa;

10          (c) parte del agua y las impurezas son separadas por  
destilación para formar una mezcla acuosa concentrada de acri-  
lonitrilo y HCN;

            (d) la mezcla acuosa de acrilonitrilo y HCN se destila  
15          en una columna de destilación de HCN para separar este último  
en una corriente de cabezas y

            (e) las colas o una corriente lateral de la columna  
de destilación de HCN se introducen en un decantador donde se  
forma una capa acuosa y una capa orgánica,

20          en cuyo procedimiento se introduce la mejora que con-  
siste en:

            sacar la capa acuosa del decantador y reciclar la ca-  
pa acuosa a la columna de enfriamiento.

25          Esta invención proporciona un método conveniente de  
emplear una corriente acuosa que contiene acrilonitrilo, me-  
diante el cual se recupera el acrilonitrilo, se reduce consi-  
derablemente la cantidad de ácido requerida para neutralizar  
el exceso de amoníaco que sale en el efluente del reactor y  
se reduce la acidez en otras zonas del sistema de recupera-  
ción y purificación.

30          La invención será mejor comprendida haciendo referen-

1      cia al dibujo.

La figura es una representación esquemática de esta invención aplicada al acrilonitrilo.

5      El efluente del reactor pasa a la columna de enfriamiento 10 a través del conducto 12. Se pone en contacto una pulverización acuosa en los gases de reacción calientes, a través del conducto 14, para enfriar los gases. También se añade ácido sulfúrico a través de un conducto no mostrado para neutralizar el amoniaco contenido en el efluente del reactor. Las colas líquidas de la columna de enfriamiento se retiran de dicha columna por el conducto 16. A través del conducto 18 pasan las cabezas que contienen acrilonitrilo e impurezas a la torre de absorción 20. En la torre de absorción, el acrilonitrilo y las impurezas solubles en agua son absorbidos en agua procedente del conducto 22. Los gases no absorbidos atraviesan el conducto 24. La corriente acuosa que contiene acrilonitrilo, HCN e impurezas solubles en agua pasa por el conducto 26 a una columna de destilación 28. En esta última, se realiza la destilación o destilación extractiva para separar una corriente de colas constituida por agua e impurezas a través del conducto 30. Las cabezas que pasan por el conducto 32 están constituidas esencialmente por acrilonitrilo, HCN y agua.

25      En la columna 34 de destilación de HCN, se efectúa la destilación para separar el HCN por la parte superior a través del conducto 36. Se introduce algo de ácido acético u otro ácido por el conducto 38 para estabilizar al HCN. Las colas, constituidas esencialmente por acrilonitrilo y agua junto con algo de ácido, se enfrían y llegan por el conducto 40 al decantador 42.

30

1           En el decantador 42, se deja sedimentar el acriloni-  
trilo acuoso en una capa acuosa 44 y una capa orgánica 46.  
La capa orgánica contiene acrilonitrilo y se recoge por el  
conducto 48 para someterla a nueva purificación. La capa  
5           acuosa está constituida esencialmente por agua, acrilonitri-  
lo disuelto y ácido acético disuelto.

          Esta invención trata del reciclado de la capa acuo-  
sa 44.

10           De acuerdo con esta invención, la capa acuosa 44 es  
reciclada a la columna de enfriamiento 10 a través del con-  
ducto 50. En la columna de enfriamiento, el líquido recicla-  
do se pone directamente en contacto con los gases de reac-  
ción. Este conducto de reciclado contribuye a enfriar el  
15           efluente del reactor y el ácido acético disuelto en el reci-  
clo del decantador acuoso neutraliza por lo menos parte del  
amoníaco que entra en la columna de enfriamiento 10 proceden-  
te del efluente del reactor. Así, se reduce la cantidad de  
ácido sulfúrico requerida para neutralizar el efluente del  
reactor.

20           La invención puede ser aplicada a cualquier recupera-  
ción y purificación de acrilonitrilo o metacrilonitrilo que  
utilice a) una columna de enfriamiento donde el efluente del  
reactor se pone directamente en contacto con un líquido, ha-  
bitualmente una corriente acuosa y b) una columna de destila-  
25           ción de HCN donde se separa el HCN del nitrilo. Las etapas  
intermedias asociadas con la recuperación y purificación no  
son críticas.

          La columna de enfriamiento es un dispositivo donde  
se ponen directamente en contacto los gases calientes del  
30           efluente del reactor con un líquido, habitualmente una co-

1 corriente acuosa y los gases de reacción en contracorriente.  
Estas columnas son conocidas en la técnica.

5 La segunda columna crítica de la invención es la columna de destilación de HCN. En esta última, el HCN se separa del acrilonitrilo o del metacrilonitrilo. El HCN se retira como corriente de cabezas que es estabilizada con un ácido. Aunque puede utilizarse cualquier ácido para la estabilización, se prefieren los ácidos orgánicos como el ácido acético.

10 La corriente alimentada al decantador se obtiene de la columna de destilación de HCN. La corriente es una corriente de colas de la columna o una corriente lateral. La corriente lateral puede encontrarse en forma líquida o de vapor. La corriente en forma de vapor, naturalmente, debe ser condensada antes de ser alimentada al decantador. Cada una de estas corrientes se enfría hasta una temperatura en la que pueda tener lugar la separación de fases. Entonces se forma en el decantador una fase acuosa y una fase orgánica.

20 La fase orgánica procedente del decantador se trata de forma diferente cuando se emplea una corriente lateral que cuando se emplea una corriente de colas. Como ya se ha dicho antes en el caso de la corriente de colas, la fase orgánica procedente del decantador se envía a las etapas de purificación subsiguientes. Cuando se emplea una corriente lateral, normalmente la fase orgánica del decantador se devuelve a la columna de destilación de HCN para su posterior transformación.

25  
30 Como se ha indicado, la invención reside en el reciclado de la fase acuosa del decantador de la columna de destilación de HCN a la columna de enfriamiento.

1           La corriente reciclada puede ser devuelta a la columna de enfriamiento en cualquier punto, en el concepto más amplio de la invención. En una realización preferida de la invención, la corriente reciclada se pone en contacto con  
5 los gases de reacción calientes ya sea como una pulverización separada o como corriente combinada con el líquido normal de la columna de enfriamiento.

Las etapas de transformación entre la columna de enfriamiento y la columna de destilación de HCN no son críticas en la invención. Como se ha indicado, habitualmente se produce la absorción o la condensación del efluente del reactor para formar una corriente que contiene el nitrilo, HCN y agua y la destilación de la corriente acuosa formada para concentrar el nitrilo y el HCN en las cabezas. Después esta  
10 corriente de cabezas pasa a la columna de destilación de HCN. Ciertamente son aceptables diversas variaciones en estas etapas intermedias.

Así, mediante el uso de esta invención, se consiguen unas mejoras muy interesantes en el equilibrio de pH y reducciones considerables en el ácido neutralizante empleado.  
20

TRADUCCION LEYENDAS DE LOS DIBUJOS ORIGINALES

- A - Acido acético
- B - Acrilonitrilo HCN H<sub>2</sub>O
- C - Agua
- 25 D - Agua
- E - Efluente del reactor
- F - Columna de enfriamiento
- G - Columna absorbente
- H - Columna de destilación
- 30 I - Impurezas

1           J - Columna de destilación de HCN

          K - Acrilonitrilo y agua

          L - Decantador

          M - Acrilonitrilo

5           En resumen, la Patente de Invención que se solicita  
deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

10           1. Un procedimiento para la recuperación y purifica-  
ción del acrilonitrilo o metacrilonitrilo obtenidos por amo-  
xidación de propileno o isobutileno, donde

          (a) el efluente del reactor se pone directamente en  
contacto con una corriente acuosa para enfriar los gases en  
una columna de enfriamiento;

15           (b) el acrilonitrilo y el HCN son recuperados en for-  
ma de una solución acuosa;

          (c) parte del agua y de las impurezas son separadas  
por destilación para formar una mezcla acuosa concentrada de  
acrilonitrilo y HCN;

20           (d) la mezcla acuosa de acrilonitrilo y HCN se des-  
tila en una columna de destilación de HCN para separar el  
HCN en una corriente de cabezas y

25           (e) las colas o una corriente lateral de la columna  
de destilación de HCN se introducen en un decantador donde  
se forma una capa acuosa y una capa orgánica,  
cuyo procedimiento se caracteriza por retirar la capa acuo-  
sa del decantador y reciclar la capa acuosa directamente a  
la columna de enfriamiento.

30           2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, ca-  
racterizado porque la capa acuosa del decantador es recicla-  
da y directamente puesta en contacto con el efluente del

1

reactor.

3. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 2 caracterizado porque se envía al decantador la corriente de colas de la columna de destilación de HCN.

5

4. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 o 2 caracterizado porque se envía al decantador la corriente lateral de la columna de destilación de HCN.

10

5. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el HCN que se encuentra en la columna de destilación de HCN es estabilizado con ácido acético.

6. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el acrilonitrilo es recuperado y purificado.

15

7. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita: UN PROCEDIMIENTO PARA LA RECUPERACION Y PURIFICACION DEL ACRILONITRILIO O METACRILONITRILIO.

20

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de ocho páginas mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

25

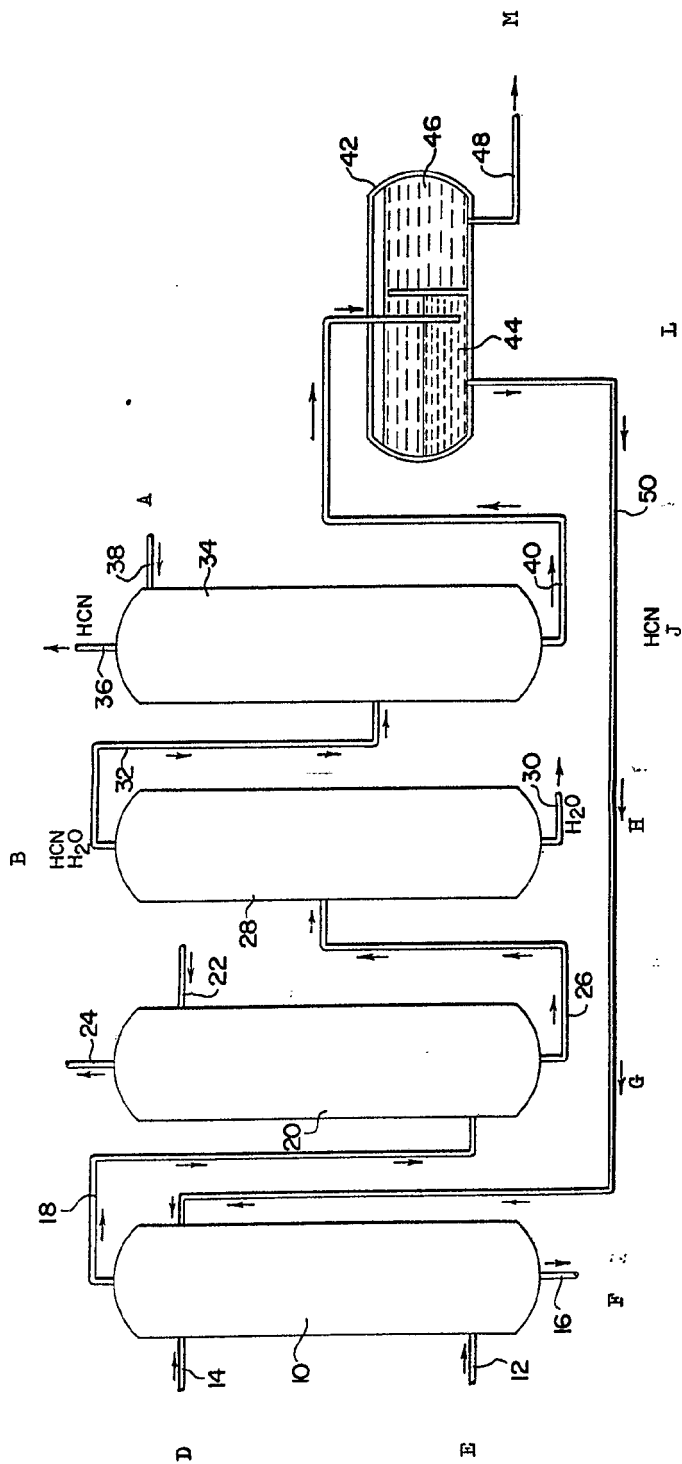
Madrid, 7 mayo 1.975

BERNARDO UNGRIA

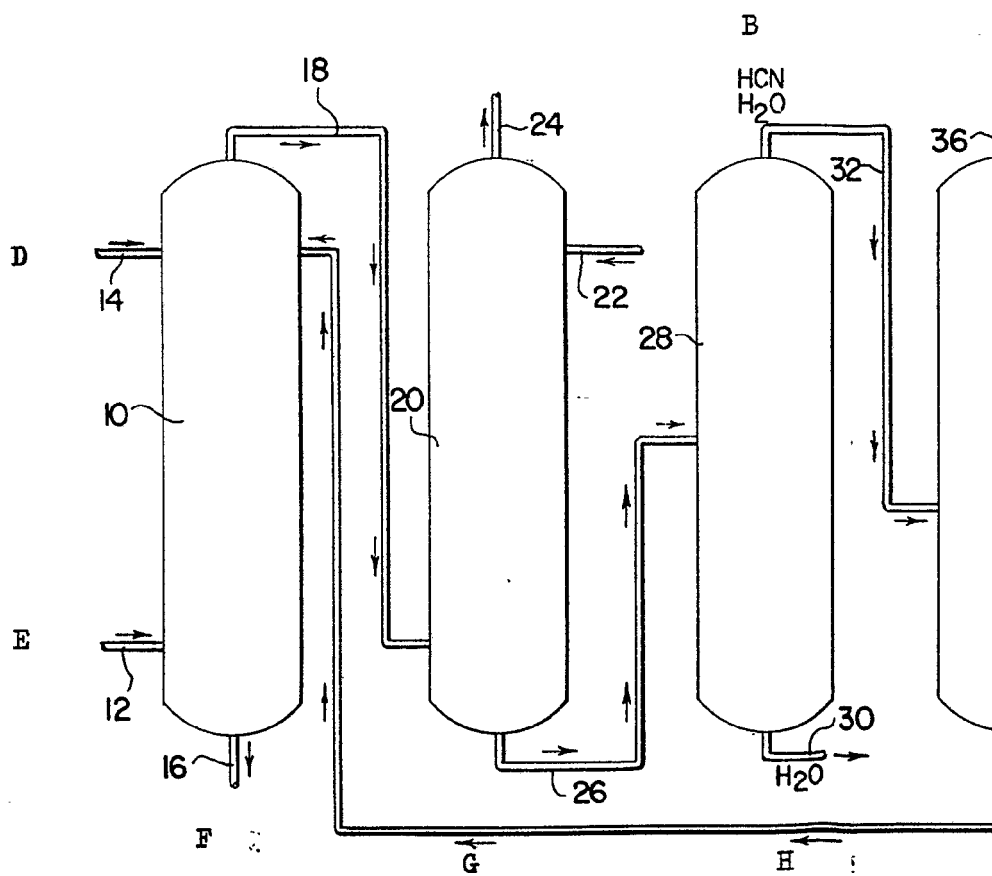
P.D.

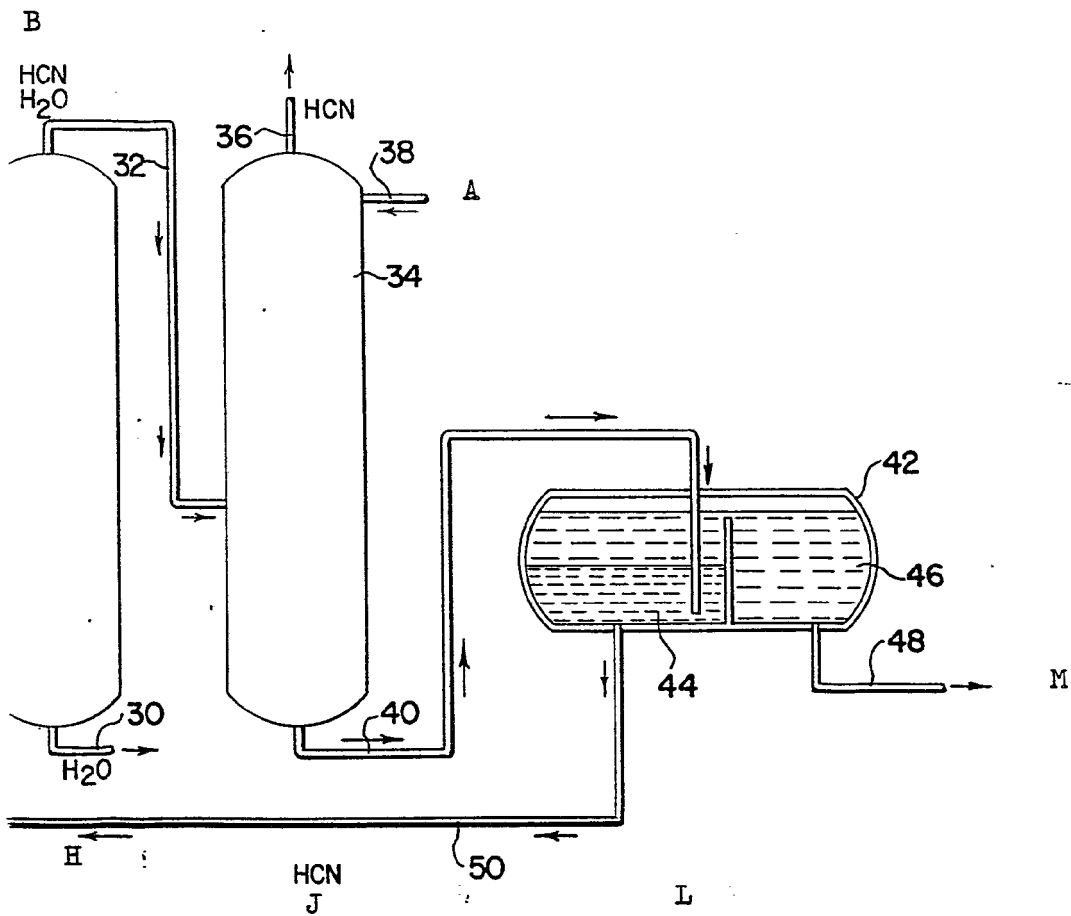


30



ESCALA VARIABLE  
Madrid, 7 mayo 1.975  
BERNARDO UNGRIA  
P.P.





ESCALA VARIABLE  
Madrid, 7 mayo 1.975  
BERNARDO UNGRIA  
p.p.