


MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

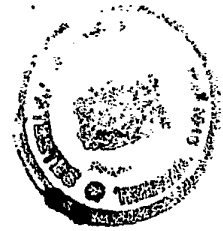


10 ES	11	NUMERO	12 A1
	21	453990	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		29 NOV. 1976	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
162235	1-12-75	México
		
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE ACETONITRILO CRUDO".		
71 SOLICITANTE (S)		
INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
MEXICO 14, D.F. (México) - Av. de los Cien Metros, nº 152		
72 INVENTOR (ES)		
Felipe Ocampo Torrea, Francisco Meza B y Francisco Aguirre O.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. Alfonso Durán Olivella		

MEMORIA DESCRIPTIVA



EXTRACTO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un proce
dimiento para la purificación de acetonitrilo a par-
tir de acetonitrilo crudo o mezclas que lo contienen,

5. el cual incluye las siguientes operaciones:

- a) Transformación de ácido cianhídrico y acrilonitrilo.
- b) Destilación extractiva.
- c) Rectificación de acetonitrilo.

10.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Las mezclas que contienen acetonitrilo y
otros compuestos considerados como impurezas, son co-
munmente denominadas como "acetonitrilo crudo", y tie-
nen su origen en el proceso de producción de acriloni-
15. trilo.

Debido a factores tanto económicos como téc
nicos, no se consideró conveniente en un tiempo, la
recuperación de acetonitrilo a partir de las mezclas
que lo contienen. Sin embargo, los cambios actuales
20. en estos factores a nivel mundial han dado lugar a
realizar diversas investigaciones para el desarrollo
de procesos de obtención o purificación de acetonitri-
lo.

Los procesos de purificación de acetonitri-
25. lo tienen como objetivo eliminar principalmente: acri-



lonitrilo, ácido cianhídrico y agua que generalmente son las impurezas que acompañan al acetonitrilo, aunque puedan existir otras tales como el 3,3' iminodipropionitrilo y epóxidos en cantidades insignificantes, los métodos hasta ahora utilizados consisten en poner en contacto el acetonitrilo crudo con reactivos químicos y posteriormente efectuar operaciones para separar el acetonitrilo purificado de los compuestos restantes.

10. Por ejemplo, en la Patente USA Nº 3 322 814, se describe la purificación de acetonitrilo crudo, poniéndolo en contacto con $KMnO_4$, efectuando posteriormente una filtración para obtener el acetonitrilo purificado.

15. En la patente USA Nº 3 328 458, se reivindica un procedimiento para purificación de acetonitrilo, el cual se encuentra en mezcla con H_2O y HCN ; el procedimiento consiste en agitar el acetonitrilo crudo y agregarle cierta cantidad de $CaCl_2$ y acetato

20. de cobre, continuando la agitación durante 3 horas a una temperatura de $25^\circ C$, dejando reposar la mezcla para poder separar una parte rica en acetonitrilo de otra parte o capa acuosa, agregando finalmente a la capa orgánica $Ca(OH)_2$ y HCN , para poder utilizar dicha mezcla en más aplicaciones industriales, con respecto a la mezcla original.

25. En la patente francesa 1,431,919, se dá a conocer un procedimiento para purificación de acetonitrilo, el cual se encuentra en mezcla con 4.8% de acrilonitrilo y 17.3% de agua, a dicha mezcla se le

30.



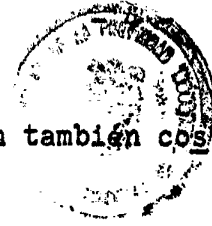
agregan 0.023 moles de NaOH por Kg de mezcla y metanol en una proporción molar de 4:1 con respecto al acrilonitrilo, se refluja la mezcla durante 90 minutos, reduciéndose el contenido de acrilonitrilo hasta 0.015%, obteniéndose el acetonitrilo por neutralización de la mezcla y por extracción del mismo.

En la Patente USA Nº 3 451 899, se reivindica un procedimiento para purificación de acetonitrilo por medio de destilación azeotrópica y neutralización, consiste en alimentar acetonitrilo crudo a una columna de destilación, retirar de la misma por la parte superior, una corriente conteniendo aproximadamente 100 ppm de HCN, la cual se trata con soluciones de NaOH 0.25 N y FeSO_4 0.25N, después se pone en contacto con benceno para formar una capa acuosa y otra orgánica, la cual una vez separada se lava con agua.

El acetonitrilo relativamente seco se obtiene por el fondo de la columna y se destila en una segunda columna.

Existen otros procedimientos de purificación de acetonitrilo crudo que emplean operaciones de destilación extractiva y rectificación, sin embargo en estos procedimientos se presenta el problema de la formación de mezclas azeotrópicas tales como, agua-acetonitrilo, agua-acrilonitrilo, benceno-acrilonitrilo, las cuales se separan difícilmente.

Los procedimientos anteriores presentan una serie de desventajas que los hacen poco prácticos, ya que implican operaciones que duran períodos prolonga-



dos de tiempo y que por lo tanto resultan también costosas.

5. Generalmente utilizan reactivos químicos que son de difícil manipulación, además de que económicamente son limitativos cuando se trata de operaciones de purificación a escala industrial.

10. Debido a que los procedimientos de purificación, antes mencionados, generalmente involucran operaciones de separación, tales como decantación y asentamiento, son procedimientos intermitentes los cuales presentan grandes desventajas técnicas y económicas con respecto a los procedimientos de tipo continuo.

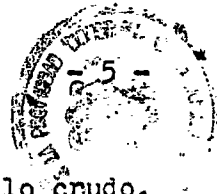
15. La mayoría de los procedimientos hasta ahora conocidos sólo eliminan algunas de las impurezas que generalmente se encuentran en el acetonitrilo crudo.

20. Por lo general los métodos actuales de purificación originan sub-productos indeseables, no regenerables que presentan problemas para su eliminación o una posible reutilización.

OBJETOS DE LA INVENCION

25. Es por lo tanto un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento continuo para purificar a escala industrial acetonitrilo crudo, el cual no presenta los inconvenientes de los procedimientos antes mencionados.

30. Un objeto más de la presente invención consiste en proporcionar un método para la eliminación



de las impurezas que contiene el acetonitrilo crudo.

- Otro de los objetos de la presente invención es el de proporcionar un método económico y con un elevado grado de seguridad en la eliminación de
5. los compuestos altamente tóxicos, tales como HCN y acrilonitrilo.

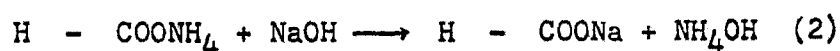
- Finalmente otro de los objetos de la presente invención es el de proporcionar un método que utiliza condiciones de operación moderadas que permite
10. utilizar equipo convencional y que logra una pureza de acetonitrilo de 100%.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

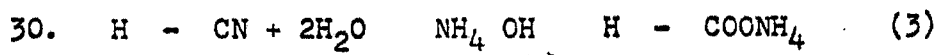
- De acuerdo con los trabajos desarrollados
15. por la solicitante, se ha encontrado que la transformación en una etapa inicial de las impurezas, constituidas principalmente por ácido cianhídrico y acrilonitrilo, a compuestos que podrán ser eliminados con mayor facilidad en etapas posteriores, da como resultado un método sorprendentemente eficiente para la pu
20. rificación de acetonitrilo crudo.

- La transformación del ácido cianhídrico y del acrilonitrilo se realiza mediante una base que puede ser de naturaleza orgánica o inorgánica posi-
25. blemente de acuerdo con las siguientes reacciones:

reacción con: NaOH

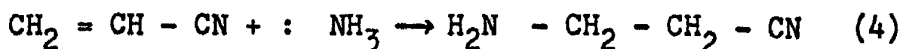


reacción con: $\text{NH}_4 \text{ OH}$





reacción con: NH_3



De acuerdo con las reacciones anteriores, se tiene que es posible transformar al ácido cianhídrico y al acrilonitrilo, respectivamente en compues

5. tos de mayor peso molecular, compuestos que como ya se dijo pueden ser eliminados fácilmente en etapas posteriores que comprenden:

a) Destilación extractiva

10. b) Rectificación de acetonitrilo

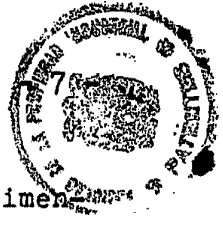
Lo anterior se puede lograr debido a que tanto el ácido cianhídrico como el acrilonitrilo se transforman en compuestos de mayor temperatura de ebullición, lo que impide la formación de azeótropos tales como agua/acrilonitrilo, y benceno/acrilonitrilo, los cuales son difíciles de separar.

15. El método de la invención se explica a continuación con todo detalle, para lo cual, se hace uso de un diagrama de flujo (figura I) que muestra una de las posibles alternativas que se pueden seguir dentro de los alcances de la presente invención.

20. Por la línea -1-, se alimenta acetonitrilo crudo a un reactor "A", haciendo uso de la línea -2-, se introduce la base orgánica o inorgánica al reactor "A", en el cual a una temperatura y presión apropiadas se lleva a cabo la transformación del ácido cianhídrico y acrilonitrilo en compuestos de mayor temperatura de ebullición; por el fondo del reactor, a través de la línea -3-, se hace circular la mezcla de

25.

30. reacción y se alimenta en -4-, a una columna de desti-



- lación azeotrópica "B", a la que también se alimenta benceno en-5- proveniente de un separador "C", al que a su vez se le introduce benceno en-6; por el fondo del separador "C" en-7- se elimina agua del sistema; por la parte inferior de la columna de destilación azeotrópica en-8- se retira una mezcla formada por acetonitrilo, agua residual y compuestos orgánicos pesados, la cual se alimenta a través de la línea-8-a a una columna de rectificación "D", por su parte inferior en-9- se separan del sistema los compuestos orgánicos pesados, y en la parte superior de la columna en-10- se obtiene una mezcla de acetonitrilo y agua residual, que se alimenta en-11- a una columna de rectificación "E", en su parte superior-12- se obtiene un azeótropo acetonitrilo-agua, y por la parte inferior en -13-, se obtiene el acetonitrilo purificado.

- Las reacciones que se llevan a cabo para la transformación de HCN y acrilonitrilo en la primera etapa del proceso de la presente invención, se refieren al tratamiento de mezclas de acetonitrilo crudo que presentan diversas composiciones, en particular a mezclas obtenidas como subproducto del proceso de fabricación de acrilonitrilo, las cuales pueden quedar comprendidas dentro del intervalo de concentraciones señalado a continuación:



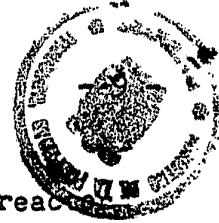
	COMPONENTE	% EN PESO
	CH ₃ - CN	52 - 70
	HCN	2.0 - 4.0
5.	CH ₂ =CH - CN	0.30- 3.0
	otros nitrilos	0.50- 2.0
	otros compuestos orgánicos	0.10- 2.0
	agua	30 - 60.0

Con objeto de ilustrar mejor la invención,
10. a continuación se describen los siguientes ejemplos, los cuales apoyan el contenido de la presente solicitud pero desde luego, no limitan el alcance de la invención.

En los ejemplos siguientes la eliminación
15. del HCN del acetonitrilo crudo, se efectúa utilizando como reactivos hidróxido de sodio o hidróxido de amonio, bajo la consideración de que el ácido cianhídrico en reacción con agua, en presencia de una base, se
20. transforma en otros compuestos de mayor peso molecular, según las reacciones (1) y (3), antes mencionadas.

La experimentación tiene como base una muestra
25. de acetonitrilo crudo, con 2 a 10 ppm de ácido cianhídrico y un pH de 7.86, utilizando una solución de hidróxido de sodio al 20% en peso o bien hidróxido de amonio con una concentración de NH₃ de 27 a 29% en peso.

En los ejemplos A y B, se muestra la manera
30. en que influyen las diferentes concentraciones de NaOH o NH₄OH usadas para la eliminación de HCN en la



primera etapa de reacción, es decir en el reactor "A".

EJEMPLO A.-

5. Para una mezcla de acetonitrilo crudo que contiene de 2 a 10 ppm de HCN con pH de 7 a 12.5 se realizaron diferentes pruebas para eliminar el HCN mediante la adición de una solución de hidróxido de sodio al 20%. En una primera prueba, se utiliza una mezcla de acetonitrilo crudo que contiene 2 ppm de HCN, se hace reaccionar dicha mezcla con 0.014 lt. de NaOH por cada 100 lts. de acetonitrilo crudo, obteniéndose una conversión de HCN de 100%.

15. En una segunda prueba, se utiliza una mezcla de acetonitrilo crudo que contiene 10 ppm de HCN, se hace reaccionar con 0.0714 lt. de NaOH por cada 100 lts. de acetonitrilo crudo, obteniéndose una conversión de HCN de 100%.

EJEMPLO B.-

20. Para una mezcla de acetonitrilo crudo que contiene de 2 a 10 ppm de HCN, con un pH de 7.8 a 10.5 se efectuaron diferentes pruebas para eliminar el HCN mediante la adición de hidróxido de amonio.

25. En una primera prueba, se emplea una mezcla de acetonitrilo que contiene 2 ppm de HCN, se hace reaccionar dicha mezcla con 0.028 lt. de NH_4OH por cada 100 lts. de acetonitrilo crudo obteniéndose una conversión de HCN de 100%.

30. En una segunda prueba, se usa una mezcla de acetonitrilo crudo que contiene 3.5 ppm de HCN, y un pH de 10.2, se hace reaccionar dicha mezcla con



0.050 lts. de NH_4OH por cada 100 lts. de acetonitrilo crudo, obteniéndose una conversión de HCN de 100%.

5. En una tercera prueba, se usa una mezcla de acetonitrilo crudo que contiene 10 ppm de HCN, se hace reaccionar dicha mezcla con 0.142 lts. de NH_4OH por cada 100 lts. de acetonitrilo crudo, obteniéndose una conversión de HCN de 100%.

10. Los ejemplos 1 a 14 que se indican a continuación, proporcionan los resultados de conversión de acrilonitrilo, cuando se utilizan diferentes temperaturas, tiempos de reacción y relaciones molares amoniac/acrilonitrilo en el primer paso del proceso de purificación de la mezcla de acetonitrilo crudo.

EJEMPLO 1.-

15. Se hace reaccionar en un reactor adecuado una corriente de amoniac con acrilonitrilo, el cual está contenido en una mezcla de acetonitrilo crudo, en una relación molar amoniac/acrilonitrilo 0.5:1, durante un tiempo de reacción aproximadamente de
20. 3 hrs 42 min y a una temperatura de 80°C , obteniéndose una conversión de acrilonitrilo de 100%.

EJEMPLO 2.-

25. Se hace reaccionar de igual manera que en el ejemplo 1, amoniac con acrilonitrilo, contenido en acetonitrilo crudo en una relación molar amoniac/acrilonitrilo de 0.5:1, durante un tiempo de reacción de aproximadamente 5 hrs. 35 min. a una temperatura de 70°C , lográndose una conversión de acrilonitrilo de 100%.

30. EJEMPLO 3.-



De acuerdo con el ejemplo 1, se hace reaccionar amoniaco con acrilonitrilo, contenido en acetonitrilo crudo, en una relación molar amoniaco/acrilonitrilo de 1.5:1, durante un tiempo de reacción

5. de aproximadamente 1 hr., 20 min., a una temperatura aproximadamente de 80°C, obteniéndose un rendimiento de conversión de acrilonitrilo de 100%.

EJEMPLO 4.-

10. Operando en la misma forma que en el ejemplo 3, se pone en contacto amoniaco con acrilonitrilo contenido en acetonitrilo crudo en una relación molar amoniaco/acrilonitrilo de 1.5:1 durante un tiempo de reacción de 1 hr 32 min., a una temperatura aproximadamente de 70°C, lográndose una conversión total de acrilonitrilo en productos de mayor temperatura de ebullición.

EJEMPLO 5.-

20. De acuerdo con los ejemplos 3 y 4, se hace reaccionar amoniaco con acrilonitrilo contenido en acetonitrilo crudo en una relación molar amoniaco/acrilonitrilo de 1.5:1, durante un lapso de tiempo de 2 hs 45 min., a una temperatura de 50°C, obteniéndose una conversión de acrilonitrilo de 100%.

EJEMPLO 6.-

25. De acuerdo con los ejemplos 3 a 5, se hace reaccionar amoniaco con acrilonitrilo, contenido en acetonitrilo crudo, en una relación molar amoniaco/acrilonitrilo de 1.5:1, durante un tiempo de reacción de aproximadamente 5 hrs 20 min. a una temperatura de 30. 40°C, obteniéndose una conversión de acrilonitrilo



de 100%.

EJEMPLO 7.-

Se hace reaccionar de acuerdo con el ejemplo 1, amoniaco con acrilonitrilo contenido en acetonitrilo crudo, en una relación molar amoniaco/acrilonitrilo de 3.5:1, en un tiempo de reacción de aproximadamente 28 min., y a una temperatura de 80°C, obteniéndose una conversión de acrilonitrilo de 100%.

EJEMPLO 8.-

10. Siguiendo el procedimiento del ejemplo 7, se hace reaccionar amoniaco con acrilonitrilo contenido en acetonitrilo crudo, en una relación molar amoniaco/acrilonitrilo de 3.5:1, durante un tiempo de reacción de aproximadamente 58 min., y calentamiento a una temperatura de 50°C, obteniéndose 100% de conversión de acrilonitrilo.

EJEMPLO 9.-

20. De acuerdo con el ejemplo 8, se hace reaccionar amoniaco con acrilonitrilo contenido en acetonitrilo crudo, en una relación molar amoniaco/acrilonitrilo de 3.5:1, durante un tiempo de reacción de aproximadamente 1 hr. 55 min., a una temperatura de 40°C, obteniéndose el 100% de conversión de acrilonitrilo.

25. EJEMPLO 10.-

De acuerdo con la técnica de procedimiento del ejemplo 1, se hace reaccionar amoniaco con acrilonitrilo contenido en acetonitrilo crudo, en una relación molar amoniaco/acrilonitrilo de 5.3:1, durante un tiempo de 1 hr., y a una temperatura de aproximadamente



madamente 20°C, obteniéndose prácticamente una conversión de acrilonitrilo de 100%.

EJEMPLO 11.-

De acuerdo con el ejemplo 1, se hace reaccionar amoníaco con acrilonitrilo contenido en acetonitrilo crudo en una relación molar amoníaco/acrilonitrilo de 6:1, y durante un tiempo de aproximadamente 1 hora a una temperatura de 10°C, obteniéndose prácticamente el 100% de conversión de acrilonitrilo.

10. EJEMPLO 12.-

De acuerdo con el procedimiento del ejemplo 1, se hace reaccionar amoníaco con acrilonitrilo contenido en acetonitrilo crudo en una relación molar amoníaco/acrilonitrilo de 7.8:1, durante un tiempo de reacción de aproximadamente 20 minutos y a una temperatura de 70°C, obteniéndose prácticamente el 100% de conversión de acrilonitrilo en productos de mayor temperatura de ebullición.

EJEMPLO 13.-

Según el procedimiento del ejemplo 1, se hace reaccionar amoníaco con acrilonitrilo contenido en acetonitrilo crudo en una relación molar amoníaco/acrilonitrilo de 12:1, en un tiempo de reacción de aproximadamente 30 minutos y a una temperatura de 30°C, obteniéndose prácticamente el 100% de conversión de acrilonitrilo.

EJEMPLO 14.-

De acuerdo con el procedimiento del ejemplo 1, se hace reaccionar amoníaco con acrilonitrilo contenido en acetonitrilo crudo en una relación molar



amoniaco/acrilonitrilo de 8.8:1, durante un tiempo de reacción de 40 min., a una temperatura de 20°C, obteniéndose el 100% de conversión de acrilonitrilo.

5. En los ejemplos 15 y 16 que se describen a continuación se utilizó una amina alifática, la cual es una base orgánica, en lugar de amoniaco.

EJEMPLO 15.-

10. Se hace reaccionar en un reactor adecuado dodecilamina con acrilonitrilo contenido en acetonitrilo crudo en una relación molar de dodecilamina/acrilonitrilo de 2:1, durante un tiempo de reacción de aproximadamente 1 hr., 30 min., y a una temperatura de 70°C, obteniéndose una conversión de acrilonitrilo de 94%.

15. EJEMPLO 16.-

20. De acuerdo con el procedimiento del ejemplo 15, se hace reaccionar un compuesto de dodecilamina y acrilonitrilo, contenido en acetonitrilo crudo en una relación molar dodecilamina/acrilonitrilo de 1:1, durante un tiempo de reacción de aproximadamente 1 hr. 30 min., a una temperatura de 70°C, obteniéndose un rendimiento de conversión de acrilonitrilo de 90%.

25. En los siguientes ejemplos I y II se demuestra la eficacia del proceso, para eliminar los contaminantes de la mezcla de acetonitrilo crudo.

EJEMPLO I

Se alimenta a un reactor "A" una mezcla de acetonitrilo crudo que presenta la siguiente composición:



	Acido Cianhídrico	8 ppm
	Acetonitrilo	43.7% mol
	Acrilonitrilo	7.8% mol
	Otros	1.73% mol
5.	Agua	46.82% mol

Con un gasto de 3.594 kg mol/hr de amoniaco, se lleva a cabo la reacción a una temperatura aproximada de 56°C y a una presión de 760mmHg, se obtiene una mezcla que presenta la siguiente composición:

10.		% Mol
	Acetonitrilo	43.70
	Otros	9.46
	Agua	46.84
	HCN	0
15.	Acrilonitrilo	0

Se eleva la temperatura de la mezcla resultante a 76°C y se alimenta a una columna de destilación azeotrópica "B"; a ésta misma columna se alimenta simultáneamente una corriente de benceno a una temperatura aproximada de 40°C y una presión de 760 mm Hg. En esta columna de destilación azeotrópica se separa por la parte superior la mayor parte de agua y NH₃ de la mezcla. La carga del fondo de la misma, se alimenta a una columna de rectificación "D", dicha carga presenta la siguiente composición:

20.		% Mol
	Acetonitrilo	80.608
	Otros	15.561
	Agua	3.800

30. A una temperatura aproximada de 88.5°C y

- una presión de 760 mm Hg. Por el fondo de esta columna se eliminan los compuestos orgánicos pesados y por el domo se separan 4.56% mol de agua residual y 95.44% mol de acetonitrilo, a una temperatura de 76°C y una
5. presión de 760 mm Hg. Esta última mezcla se alimenta finalmente a una columna de rectificación "E", a una temperatura de 82°C aproximadamente y una presión de 760 mm Hg, en donde se separa por el domo un azeótropo de acetonitrilo-agua y por la parte inferior se ob
10. tiene 6.767 kg mol/hr de acetonitrilo purificado de excelentes propiedades, cuyas especificaciones cumplen con las del acetonitrilo comercial.

EJEMPLO II

- Siguiendo la misma técnica del ejemplo I,
15. se alimenta a un reactor "A" una mezcla de acetonitrilo crudo con la siguiente composición.

	% Mol
Acetonitrilo	42.350
Acrilonitrilo	0.457
20. Propionitrilo	0.153
Otros nitrilos	0.488
Agua	54.122
Acido cianhídrico	2.430

- con un gasto de amoniaco de 1.164 kg mol/hr llevándose
25. se a cabo la reacción a una temperatura de 56°C y a una presión de 760 mm Hg, obteniéndose una mezcla de acetonitrilo en el reactor "A", de la siguiente composición:



	% Mol
Acetonitrilo	42.350
Otros	3.408
Agua	49.242
5. Acrilonitrilo	0
HCN	0

Se alimenta la citada mezcla a una temperatura de 76°C y a una presión de 760 mm Hg a una columna de destilación azeotrópica "B", así como también se alimenta benceno a una temperatura de aproximadamente 40°C para eliminar por arrastre la mayor parte de agua y NH₃ de la mezcla.

La carga del fondo de la columna "B" se envía a una columna de rectificación "D", de manera que dicha mezcla presenta la siguiente composición:

	% Mol
Agua	4.950
Acetonitrilo	88.980
Otros	6.062

La temperatura de alimentación de la mezcla es de 85.3°C, por el fondo de la columna de rectificación "D" se eliminan los compuestos orgánicos pesados, a una temperatura aproximadamente de 173.5°C y a una presión de 760 mm Hg., por la parte superior de la columna se separa una mezcla de 5.270% mol de agua residual y 94.73% mol de acetonitrilo a una temperatura de 82°C aproximadamente.

Finalmente se alimenta esta mezcla a una columna de rectificación "E", en donde se separa por la parte superior un azeótropo de acetonitrilo-agua a



una temperatura de 76°C aproximadamente y por el fondo de la columna se obtiene 6.767 Kg mol/hr de acetonitrilo puro, a una temperatura aproximadamente de 82°C.

5. En conclusión se determina que la eficiencia del método para purificar acetonitrilo crudo, es notablemente superior con respecto a procesos relacionados, ya que de acuerdo con los valores que se indican en los ejemplos A y B, se demuestra que la
10. eliminación de HCN mediante diferentes concentraciones de NaOH o NH₄OH es prácticamente total.

- De igual manera la transformación de acrilonitrilo en compuestos de mayor peso molecular, para separarlos más fácilmente es prácticamente total,
15. usando relaciones molares de amoniaco acrilonitrilo o aminas alifáticas con respecto a acrilonitrilo, e intervalos de tiempo como los que se dan a conocer en la presente invención.

- Asimismo, la transformación del acrilonitrilo en un compuesto de mayor temperatura de ebullición, evita la formación de los azeótropos acrilonitrilo/agua y acrilonitrilo/benceno, por lo que el proceso de la presente invención se desarrolla en un número menor de etapas, obteniéndose un producto de gran
20. pureza que cumple con las especificaciones del acetonitrilo comercial.
- 25.

Todo cuanto no afecte, altere, cambie o modifique la esencia del procedimiento descrito, será variable a los efectos de la actual Patente.



N O T A.

Se reivindica como objeto de esta Patente

de Invención:

- 1.- Procedimiento para la purificación de acetónitrilo crudo, caracterizado porque consiste en
5. hacer reaccionar acetónitrilo crudo con agua y una base orgánica o inorgánica a una temperatura comprendida entre 10°C y 100°C, a una presión igual o superior a la atmosférica; someter la mezcla de reacción
10. así obtenida a una destilación extractiva para eliminar la mayor parte del agua, y a una operación de rectificación con objeto de eliminar los compuestos orgánicos pesados, la mezcla libre de la mayor parte de agua y compuestos orgánicos pesados se somete finalmente a otra operación de rectificación para eliminar
15. agua residual y obtener acetónitrilo exento de impurezas.

- 2.- Procedimiento para la purificación de acetónitrilo crudo, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el tiempo de reacción es de 10 minutos a 5 horas, y la relación molar de la base orgánica o inorgánica al acrilonitrilo presente en el acetónitrilo crudo está comprendida en el intervalo de 0.5/1 a 15/1.
- 20.

25. 3.- Procedimiento para la purificación de acetónitrilo crudo, de acuerdo con las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el ácido cianhídrico y el acrilonitrilo presentes en el acetónitrilo crudo, se transforman mediante reacción
30. con agua y una base orgánica o inorgánica en com-

Handwritten signature or mark



puestos de mayor peso molecular, los cuales son se-
parados del acetonitrilo mediante una operación de
rectificación.

4.- Procedimiento para la purificación de
5. acetonitrilo crudo, de acuerdo con las reivindica-
ciones anteriores, caracterizado porque el agua pre-
sente en el acetonitrilo crudo se elimina mediante
una destilación azeotrópica en una primera etapa y
mediante una operación de rectificación en una se-
10. gunda etapa.

5.- Procedimiento para la purificación
de acetonitrilo crudo, de acuerdo con las reivin-
dicaciones anteriores, caracterizado porque los
compuestos básicos pueden ser: hidróxido de me-
15. tal alcalino, de amonio o amoniaco o aminas alifá-
ticas.

6.- Procedimiento para la purificación de
acetonitrilo crudo, de acuerdo con las reivindica-
ciones anteriores, caracterizado porque el acetoni-
20. trilo crudo proviene como sub-producto de una plan-
ta de producción de acrilonitrilo.

7.- Procedimiento para la purificación de
acetonitrilo crudo, de acuerdo con la reivindica-
ción 1, caracterizado porque consiste en hacer reac-
25. cionar acrilonitrilo contenido en acetonitrilo crudo
con una amina alifática en una relación molar de ami-
na alifática/acrilonitrilo de 1:1 a 5:1, a una tempera-
tura comprendida entre 10° y 100°C, a una presión igual
o superior a la atmosférica y durante un tiempo de reac-
30. ción de 0.5 a 5 hs. y después someter la mezcla de reac-

30.
[Handwritten signature]

ción así obtenida a una operación de rectificación pa
ra separar los compuestos orgánicos pesados.

8.- Procedimiento para la purificación de
acetonitrilo crudo, de acuerdo con la reivindicación

5. 7, caracterizado porque la amina alifática tiene de
5 a 15 átomos de carbono en el radical alquilo.

Sean cuales fueren las circunstancias que
concurran en la esencialidad de la Patente de Inven-
ción, definida en las anteriores reivindicaciones, cu
10. yo objeto es:

9.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PURIFICACION DE
ACETONITRILLO CRUDO".

Consta la presente memoria de veintiuna ho-
jas foliadas, mecanografiadas por una sola cara y del
15. dibujo unido a la misma.

Barcelona, 29 NOV. 1976

P.A. de INSTITUTO MEXICANO DEL PETROLEO,

ALFONSO DURÁN
P. P.

[Handwritten Signature]
Fdo: Luis Durán Benjam

JR/mc.



[Handwritten mark]

