



①9



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

①1 Número de publicación: **2 273 358**

⑤1 Int. Cl.:
C07C 253/34 (2006.01)

①2

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧6 Número de solicitud europea: **97305416 .6**

⑧6 Fecha de presentación : **18.07.1997**

⑧7 Número de publicación de la solicitud: **0891967**

⑧7 Fecha de publicación de la solicitud: **20.01.1999**

⑤4 Título: **Procedimiento mejorado de recuperación de acrilonitrilo.**

④5 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.05.2007

④5 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.05.2007

⑦3 Titular/es: **INEOS USA L.L.C.**
4225 Naperville Road, Suite 600N
Lisle, Illinois 6053, US

⑦2 Inventor/es: **Godbole, Sanjay Parushottam;**
Wachtendorf, Paul Trigg y
Rinker, Jeffrey Earle

⑦4 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento mejorado de recuperación de acrilonitrilo.

La presente invención se dirige a un procedimiento mejorado para la fabricación de acrilonitrilo o metacrilonitrilo. En particular, la presente invención se dirige a la mejora de los procedimientos de recuperación utilizados durante la fabricación de acrilonitrilo y metacrilonitrilo.

La recuperación de acrilonitrilo/metacrilonitrilo producido mediante la amoxidación de propileno o isobutileno a escala comercial se ha efectuado extinguiendo el effluente del reactor con agua, seguido para hacer pasar la corriente gaseosa que contiene acrilonitrilo o metacrilonitrilo resultante de la extinción a un dispositivo de absorción donde el agua y los gases se ponen en contacto en flujo de contracorriente para retirar substancialmente todo el acrilonitrilo o metacrilonitrilo, la corriente acuosa que contiene substancialmente todo el acrilonitrilo o metacrilonitrilo se hace pasar a continuación a través de una serie de columnas de destilación y decantadores asociados para la separación y la purificación del acrilonitrilo o metacrilonitrilo obtenido como producto.

Sistemas de recuperación y purificación típicos que se usan durante la fabricación de acrilonitrilo o metacrilonitrilo se describen en las Patentes de EE.UU. N° 4.234.510 y 3.885.928, cedidas al cesionario de la presente invención e incorporadas aquí mediante referencia.

US 3399120 se refiere a la purificación de nitrilos olefínicamente insaturados mediante destilación extractiva con agua. Muestra el uso de una mejora que implica una configuración particular de dos columnas de destilación. De acuerdo con la columna 7 en las líneas 61 a 64, la presión de todo el sistema incluyendo ambas columnas está habitualmente en o cerca de presiones atmosféricas, es decir de presión atmosférica a 0,70 kg/cm² (10 psig).

El objetivo principal de la presente invención es proporcionar un procedimiento mejorado para la fabricación de acrilonitrilo o metacrilonitrilo.

Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento de recuperación y purificación mejorado para la utilización durante la fabricación de acrilonitrilo o metacrilonitrilo.

Un objetivo más de la presente invención es proporcionar un procedimiento mejorado para la fabricación de acrilonitrilo o metacrilonitrilo, que reduce el gas residual y mejora el caudal de producto, la eficacia de recuperación y la calidad del producto reduciendo la cantidad de impurezas orgánicas en el producto final resultante.

Objetivos, ventajas y nuevas características adicionales de la invención se indicarán en parte en la descripción que sigue y en parte serán evidentes para los expertos en la técnica al examinar lo siguiente o pueden ser aprendidos mediante la práctica de la invención. Los objetivos y las ventajas de la invención pueden conseguirse y obtenerse por medio de los instrumentos y las combinaciones apuntados particularmente en las reivindicaciones adjuntas.

Para alcanzar los objetivos precedentes y otros y de acuerdo con el propósito de la presente invención según se incorpora y se describe ampliamente aquí, el procedimiento de la presente invención comprende transportar el effluente del reactor obtenido durante

la amoxidación de propileno o isobutileno hasta una columna de extinción en la que los gases effluentes calientes se enfrían mediante contacto con un aerosol acuoso, el effluente del reactor enfriado se hace pasar a continuación ascendentemente a una columna de absorción en la que el acrilonitrilo o el metacrilonitrilo se absorbe en agua, la solución acuosa que contiene el acrilonitrilo o metacrilonitrilo se hace pasar a continuación a través de una columna de destilación de recuperación y una columna de destilación de separación por arrastre para recuperar el producto de acrilonitrilo o metacrilonitrilo, en donde la mejora comprende incrementar la presión máxima de la columna de destilación de recuperación por medios mecánicos en aproximadamente de 0,7 a 34,5 kPa (de 0,1 a 5 psi) para mejorar la capacidad hidráulica de las columnas recuperadora y de separación por arrastre. Por ejemplo, típicamente, la presión máxima de la columna de recuperación en la sección de recuperación y purificación de una planta de acrilonitrilo se proyecta para funcionar a entre aproximadamente 108 hasta menos de 136 kPa (de 1 a menos de 5 psig). La presente invención se dirige a incrementar mecánicamente, por ejemplo mediante la adición de una válvula de presión, la presión máxima de la columna de recuperación por encima de la presión proyectada entre 0,7 y 34,5 kPa (0,1 y 5 psi), preferiblemente 1,7-3,5 y 34,5 kPa (0,25-0,5 y 5,0), prefiriéndose especialmente 7 y 34,5 kPa (1,0 y 5,0 psi).

En una modalidad preferida de la presente invención, la presión máxima de la columna de recuperación se mantiene a entre 136 y 170 kPa (5 y 10 psig), preferiblemente más de 136 a 170 kPa (de 5 a 10 psig), prefiriéndose especialmente de 139 a 153 kPa (de 5,5 a 7,5 psig).

En una modalidad preferida de la presente invención, el procedimiento se realiza con el effluente del reactor obtenido de la amoxidación de propileno, amoníaco y oxígeno para producir acrilonitrilo.

En una modalidad preferida más de la presente invención, el effluente del reactor se obtiene mediante la reacción de propileno, amoníaco y aire en un reactor de lecho fluido mientras está en contacto con un catalizador de lecho fluido.

Un catalizador de amoxidación de lecho fluido convencional puede utilizarse en la práctica de la invención. Por ejemplo, un catalizador de lecho fluido como el descrito en las Patentes de EE.UU. N° 2.642.930 y 5.093.299 puede utilizarse en la práctica de la presente invención.

En procedimientos de recuperación y purificación convencionales para la recuperación de acrilonitrilo o metacrilonitrilo se ha encontrado que el desborde del chorro en las columnas de recuperación y separación por arrastre fija la cantidad máxima de agua pura que puede hacerse circular a través de las columnas de absorción, recuperación y separación por arrastre. La presente invención permite el funcionamiento de las columnas de recuperación y separación por arrastre a presión incrementada, incrementando así el caudal al que se produce el desbordamiento del chorro, permitiendo de ese modo un incremento en la velocidad de funcionamiento del reactor y menores pérdidas de gases de escape en el dispositivo de absorción. Esto se efectúa incrementando el flujo del agua pura desde las columnas de recuperación y separación por arrastre hacia el dispositivo de absorción con el descubrimiento sorprendente de que el procedimiento de re-

cuperación total no pierde eficacia de funcionamiento. La práctica de la invención permite velocidades de producción de la reacción superiores mientras se mantienen los requisitos mínimos en cuanto a la relación de agua pura a producto (al menos 11:1). La práctica de la presente invención es muy beneficiosa cuando se utiliza en combinación con un procedimiento de recuperación y purificación que funciona a una relación de agua pura a producto de 12:1 a 11:1 en la columna de absorción.

La presente invención se describirá ahora con detalle. El efluente del reactor obtenido mediante la amoxidación de propileno o isobutileno, amoníaco y gas que contiene oxígeno en un reactor de lecho fluido mientras está en contacto con un catalizador de amoxidación de lecho fluido se transporta a una columna de extinción en la que los gases efluentes calientes se enfrían mediante contacto con un aerosol de agua. Típicamente, cualquier amoníaco en exceso contenido en el efluente se neutraliza mediante contacto con ácido sulfúrico en la extinción para retirar el amoníaco como sulfato amónico. El gas efluente enfriado que contiene el producto deseado (acrilonitrilo o metacrilonitrilo y HCN) se hace pasar a continuación al fondo de una columna de absorción en la que los productos se absorben en agua que entra en la columna desde la parte superior. Los gases no absorbidos pasan desde el dispositivo de absorción a través de un tubo situado en la parte superior del dispositivo de absorción. La corriente acuosa que contiene el producto deseado se hace pasar a continuación desde el fondo del dispositivo de absorción hasta la porción superior de una primera columna de destilación (columna de recuperación) para una purificación de producto adicional. El producto recuperado de la porción superior de la columna de recuperación se envía a continuación a una segunda columna de destilación para la purificación y recuperación adicional de acrilonitrilo o metacrilonitrilo obtenido como producto. La corriente del fondo obtenida de la columna de recuperación se envía a una columna de destilación de separación por arrastre para recuperar acrilonitrilo en bruto que es un coproducto valioso.

En la práctica de la presente invención, se instala una válvula de control de presión automática en el conducto de salida superior de la columna de recuperación para permitir que la presión máxima de la columna de recuperación se incremente en de aproximadamente 0,7 a 34,5 kPa (de 0,1 a 5 psi) por encima de la presión máxima de proyecto de la columna de recuperación. Típicamente, la presión máxima de la columna de recuperación está entre 108 y menos de 136 kPa (1 y menos de 5 psig), normalmente entre 129 y 132 kPa (4 y 4,5 psig). En la práctica preferida de la presente invención, la presión máxima de la columna de recuperación se hace funcionar a una presión constante que puede variar de 136 a 170 kPa (de 5 psig a aproximadamente 10 psig), preferiblemente de 139 a 153 kPa (de 5,5 a 7,5 psig). La mejora de la presente invención es aplicable a proyectos de torres de recuperación y separación por arrastre separadas así como a proyectos de torres de recuperación/separación por arrastre apiladas para la recuperación de acrilonitrilo o metacrilonitrilo con tal de que la hidráulica de las torres esté limitada por el desbordamiento del chorro. La válvula de control de presión empleada puede obtenerse de cualquier fabricante de válvulas de control. Puede accionarse automáticamente o

controlarse manualmente.

Preferiblemente, la reacción de amoxidación se realiza en un reactor de lecho fluido aunque se prevén otros tipos de reactores tales como reactores de conductos de transporte. Los reactores de lecho fluido para la fabricación de acrilonitrilo son bien conocidos en la técnica anterior. Por ejemplo, el proyecto del reactor indicado en la Patente de EE.UU. N° 3.230.246 es adecuado.

Las condiciones para que se produzca la reacción de amoxidación también son bien conocidas en la técnica anterior como se evidencia por las Patentes de EE.UU. N° 5.093.299; 4.863.891; 4.767.878 y 4.503.001. Típicamente, el procedimiento de amoxidación se realiza poniendo en contacto propileno o isobutileno en presencia de amoníaco y oxígeno con un catalizador de lecho fluido a una temperatura elevada para producir el acrilonitrilo o metacrilonitrilo. Puede emplearse cualquier fuente de oxígeno. Sin embargo, por razones económicas, se prefiere usar aire. La relación molar típica del oxígeno a la olefina en la alimentación debe variar de 0,5:1 a 4:1, preferiblemente de 1:1 a 3:1. La relación molar de amoníaco a olefina en la alimentación en la reacción puede variar de entre 0,5:1 y 5:1. Realmente no existe un límite superior para la relación de amoníaco-olefina, pero generalmente no hay razones para superar una relación de 5:1 por motivos económicos.

La reacción se lleva a cabo a una temperatura de entre los intervalos de aproximadamente 260°C a 600°C, pero los intervalos preferidos son de 310°C a 500°C, siendo especialmente preferido de 350 a 480°C. El tiempo de contacto, aunque no es crítico, está generalmente en el intervalo de 0,1 a 50 segundos, siendo preferente un tiempo de contacto de 1 a 15 segundos.

Además del catalizador de la Patente de EE.UU. N° 3.642.930, otros catalizadores adecuados para la práctica de la presente invención se indican en la Patente de EE.UU. N° 5.093.299.

Las condiciones bajo las que se mantienen la columna de absorción, la columna de recuperación y la columna de separación por arrastre varían entre 136 y 150 kPa (5 y 7 psig) (de 27 a 43°C) (de 80°F a 110°F), 108 y 132 kPa (1 y 4,5 psig) (68 a 77°C) (155°F a 170°F) y 150 y 191 kPa (7 y 13 psig) (77 a 99°C) (170°F a 210°F), respectivamente.

La mejora de la presente invención se distingue de la técnica anterior al hacer funcionar la columna de recuperación mediante ajuste mecánico a una presión que está por encima de su presión proyectada normal durante la práctica del procedimiento de amoxidación para la fabricación de acrilonitrilo/metacrilonitrilo. Los procedimientos convencionales utilizaban una presión máxima de la columna de recuperación de menos de 136 kPa (5 psig). En la práctica preferida de la presente invención, la presión máxima de la columna de recuperación se hace funcionar típicamente a una presión que varía de 136 a 170 kPa (de 5 a 10 psig), preferiblemente entre 140 y 150 kPa (5,5 y 7,0 psig).

El funcionamiento del procedimiento de recuperación y purificación de la presente invención da como resultado la capacidad de alcanzar altos caudales a través del reactor sin hacer modificaciones en el sistema de recuperación y purificación que implican gastos de capital. La presente invención no solo da como resultado una mejora inesperada en las ve-

locidades de producción sino que alcanza esta mejora sin incrementar el tamaño de las torres utilizadas en la sección de recuperación y purificación. Además, el incremento concomitante en las velocidades de producción no lleva consigo ningún deterioro observado en el comportamiento de la columna de absorción

5

durante la recuperación del acrilonitrilo o metacrilonitrilo. La presente invención da como resultado una eficacia de funcionamiento mejorada, caudal mejorado y productividad incrementada sin la necesidad de gasto de capital.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la recuperación de acrilonitrilo o metacrilonitrilo obtenido del efluente del reactor de una reacción de amoxidación de propileno o isobutileno, que comprende hacer pasar el efluente del reactor a través de una columna de absorción, una columna de recuperación que tiene una presión máxima de proyecto en el intervalo de 108 a menos de 136 kPa (de 1 a menos de 5 psig) y una columna de separación por arrastre, **caracterizado** porque la capacidad hidráulica de las columnas de recuperación y separación por arrastre se mejora haciendo funcionar la columna de recuperación a una presión máxima que se ha incrementado por medios mecánicos hasta entre 0,7 y 34,5 kPa (0,1 y 5 psi) por encima de su presión máxima proyectada.

2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el efluente del reactor se obtiene a partir de la reacción de propileno, amoníaco y un gas que contiene oxígeno en un reactor de lecho fluido que está en contacto con un catalizador de amoxidación de lecho fluido.

3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el efluente del reactor se obtiene a partir de la reacción de isobutileno, amoníaco y un gas que contiene oxígeno en un reactor de lecho fluido mientras está en contacto con un catalizador de amoxidación de lecho fluido.

4. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la columna de recuperación se mantiene a una presión máxima de entre 136 y 170 kPa (5 a 10 psig).

5. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, en el que la presión máxima de la columna de recuperación se mantiene entre 139 y 150 kPa (5,5 y 7,0 psig).

6. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la presión máxima de la columna de recuperación se incrementa entre 1,7 y 34,5 kPa (0,25 y 5 psi).

7. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, en el que la presión máxima de la columna de recuperación se incrementa entre 3,5 y 34,5 kPa (0,5 y 5 psi).

8. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la presión máxima de la columna de recuperación se incrementa entre 7 y 34,5 kPa (1,0 y 5 psi).

9. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que los medios mecánicos comprenden medios de control de presión situados en el conducto de salida superior de la columna de recuperación.

10. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que la columna de absorción funciona con una relación de agua pura a producto de 12:1 a 11:1.