

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 425 771**

51 Int. Cl.:

C01C 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.11.2009 E 09749025 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.05.2013 EP 2356073**

54 Título: **Proceso para la preparación de etanodinitrilo**

30 Prioridad:

10.11.2008 EP 08019609
10.11.2008 US 112874 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
17.10.2013

73 Titular/es:

LONZA LTD. (100.0%)
Münchensteinerstrasse 38
4052 Basel, CH

72 Inventor/es:

KLEGRAF, ELLEN;
GRÜTZNER, THOMAS y
KELLER, JAN

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 425 771 T3

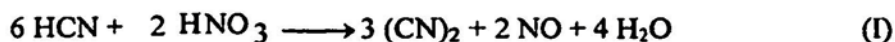
Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar 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

Proceso para la preparación de etanodinitrilo

La invención se refiere a un proceso para la preparación de etanodinitrilo a partir de ácido cianhídrico.

- 5 El etanodinitrilo (cianógeno, $(\text{HCN})_2$) es un gas estable e incoloro que se preparó por primera vez en laboratorio en 1815 mediante la descomposición térmica de cianuro de plata. Debido a su reactividad, el etanodinitrilo es un prometedor bloque de construcción para la síntesis de compuestos orgánicos, según han revisado Roesky y Hofmann en Chemiker Zeitung 1984, 7 - 8, 231 - 238. También es útil como agente de fumigación, según se muestra en el documento US 6.001.383 y en el documento WO2005/037332. Adicionalmente, el etanodinitrilo se muestra prometedor como principio activo en sistemas propelentes de misiles.
- 10 En los procesos conocidos, el etanodinitrilo se forma a partir del ácido cianhídrico en presencia de oxígeno, nitratos y un catalizador de cobre.
- En el documento US 3.135.582 se desvela la preparación de etanodinitrilo mediante la reacción de oxígeno y de un óxido de nitrógeno con ácido cianhídrico en presencia de un catalizador a una temperatura de desde 100 hasta 1000°C.
- 15 En el documento US 3.949.061 se desvela la preparación de etanodinitrilo mediante la reacción de ácido cianhídrico en disolución acuosa en presencia de oxígeno elemental, nitrato de cobre.
- En el documento US 3.769.388 se desvela la oxidación del ácido cianhídrico en presencia de oxígeno, un medio líquido sustancialmente anhidro, una cantidad catalítica de plata, rutenio o mercurio, y un nitrato.
- 20 En el documento US 3.494.734 se desvela la reacción del ácido cianhídrico con dióxido de nitrógeno en presencia de ión cúprico como catalizador.
- En el documento 1163302 A se desvela la oxidación del ácido cianhídrico en presencia de sales de cobre en disoluciones fuertemente ácidas, mientras que en los ejemplos y en la memoria descriptiva la oxidación se realiza a un pH de aproximadamente 2,8. Según los ejemplos, la reacción se realiza en presencia de una sal de amonio y oxígeno elemental, así como de un reactivo adicional para activar el oxígeno elemental.
- 25 El documento US 3997653 desvela la preparación de cianógeno (etanodinitrilo) mediante la oxidación con oxígeno de cianuro de hidrógeno.
- Riemenschneider, W. desvela en Chemtech 1976, 658 - 661 que es recomendable usar un ligero exceso de oxígeno en la reacción del dióxido de nitrógeno con ácido cianhídrico.
- 30 Hasta hoy, los procesos disponibles para la preparación no son satisfactorios con respecto al rendimiento y a la selectividad. También, la recuperación del etanodinitrilo a partir del gas efluyente es difícil, particularmente en presencia de un exceso de dióxido de nitrógeno.
- El problema técnico que se va a resolver era proporcionar un procedimiento alternativo para la preparación de etanodinitrilo.
- El problema se ha resuelto mediante el proceso de la reivindicación 1.
- 35 Se reivindica un proceso para la preparación de etanodinitrilo ($(\text{CN})_2$) a partir de ácido cianhídrico (HCN) en fase líquida mediante la oxidación catalítica de ácido cianhídrico en presencia de un catalizador cúprico y un disolvente polar aprótico, caracterizado por que el ácido nítrico (HNO_3) se añade como el único oxidante durante la oxidación del ácido cianhídrico. Por lo tanto, no se añaden directamente NO, NO_2 ni N_2O_4 a la mezcla de reacción.
- 40 Durante la reacción, un gas incoloro formado principalmente por etanodinitrilo, NO y agua, evoluciona desde la mezcla de reacción tras el contacto entre el ácido cianhídrico y el ácido nítrico. Dicho gas incoloro está visiblemente exento de N_xO_y , en la que y es 2x (por ejemplo, NO_2 ó N_2O_4). El etanodinitrilo puede separarse fácilmente tanto del NO como del agua. El NO puede ser eliminado del proceso después de la reoxidación a ácido nítrico. Sorprendentemente, el NO comprendido en el gas efluyente no reacciona adicionalmente en el gas efluyente y puede separarse del producto. Al minimizar la cantidad de N_xO_y , en la que y es 2x (por ejemplo, NO_2 ó N_2O_4) en el
- 45 circuito del producto primario, se reduce el potencial de riesgos ecológicos.
- La ecuación (I) representa la estequiometría del presente proceso:



- Según la ecuación I, se consumen dos moles de ácido nítrico en el proceso de reacción con seis moles de ácido cianhídrico para obtener tres moles de etanodinitrilo, dos moles de óxido nítrico y cuatro moles de agua. Sin embargo, el óxido nítrico obtenido puede reoxidarse con oxígeno elemental y hacerse reaccionar con agua hasta ácido nítrico, al menos teóricamente, en un proceso operado de forma continua en el que sólo se requiere la cantidad inicial de ácido nítrico.
- En una forma de realización preferida, en el proceso se añaden simultáneamente el ácido nítrico y el ácido cianhídrico con una proporción molar en el intervalo de desde 1:2,5 hasta 1:3,5.
- En el presente proceso, ácido nítrico significa ácido nítrico "concentrado" que comprende al menos un 40% en peso, preferiblemente al menos un 60% en peso, más preferiblemente aproximadamente un 65% en peso de HNO_3 . En el proceso también puede usarse un ácido nítrico con una concentración mayor, hasta ácido nítrico fumante (-100% en peso de HNO_3). Un aspecto adicional de la presente invención es el reciclado del agente oxidante en un circuito cerrado según se representa, por ejemplo, en las Figuras 1 y 2. El óxido nítrico (NO) obtenido en el proceso puede oxidarse con oxígeno hasta dióxido de nitrógeno (NO_2 o N_2O_4), que puede hacerse reaccionar con agua para dar ácido nítrico con una concentración máxima de aproximadamente el 65% en peso.
- En una forma de realización preferida, dicho ácido nítrico pueden reutilizarse directamente en el proceso, minimizando así la necesidad del almacenamiento y el transporte del ácido nítrico.
- El ácido nítrico se consume estequiométricamente en el proceso. Por lo tanto, cuando se suministran simultáneamente ácido nítrico y ácido cianhídrico en una proporción más o menos estequiométrica, no habrá, o sólo habrá un pequeño exceso de, ácido nítrico presente en el proceso. Por lo tanto, la reacción puede manipularse de una forma muy segura. Después de la separación del producto, el NO se reoxida en un circuito individual para reciclar el ácido nítrico usado en el proceso. Usando el ácido nítrico reciclado, sólo se requiere una pequeña cantidad inicial de ácido nítrico en el proceso.
- La reacción se realiza en ausencia de oxígeno elemental. El uso de ácido nítrico en lugar de dióxido de nitrógeno como oxidante permite la ausencia de oxígeno elemental en la mezcla de reacción, evitando así la presencia y la formación de dióxido de nitrógeno, que es difícil de separar de la mezcla gaseosa del producto gaseoso, que comprende etanodinitrilo y óxido nítrico. Cuando la reacción se lleva a cabo en ausencia de oxígeno elemental, no pudo determinarse la formación de dióxido de nitrógeno y del correspondiente dímero. También, la mezcla de productos gaseosos era completamente incolora. Otra ventaja del uso de ácido nítrico es que también se reduce la formación de dióxido de carbono y de otros gases que tienen que ser eliminados del proceso.
- En una forma de realización preferida, el agua que está presente en la mezcla de reacción es $\leq 20\%$ en peso de la fase líquida, más preferiblemente en el intervalo de desde el 0,1 hasta el 20% en peso, particularmente se prefiere desde el 0,5 hasta el 10% en peso.
- Según las Figuras 1 y 2, el proceso puede realizarse por lotes o de forma continua, en el que se retira parte de la mezcla de reacción y se elimina el agua antes de que la mezcla empobrecida en agua, opcionalmente después de la adición de un disolvente de recuperación y de un catalizador de cobre, se recicle al reactor.
- Los disolventes polares apróticos adecuados pueden elegirse de entre el grupo que consiste en nitrilos, éteres, glicol éteres y ésteres de glicol éter, compuestos nitro, sulfonas, ésteres, amidas, tioamidas y compuestos heterocíclicos aromáticos polares.
- No es necesario que el disolvente sea estable frente al ácido nítrico durante un largo periodo de tiempo, porque sólo hay un pequeño exceso de ácido nítrico presente en el proceso.
- Preferiblemente, los nitrilos se eligen de entre el grupo que consiste en acetonitrilo, propionitrilo, benzonitrilo, butironitrilo, valerionitrilo, fenilacetionitrilo y p-tolunitrilo.
- Los ésteres preferidos se eligen de entre el grupo que consiste en propanoato de metilo, propanoato de etilo, acetato de etilo, acetato de propilo, acetato de butilo, carbonato de dimetilo, carbonato de dietilo, tricloroacetato de etilo, cloroacetato de etilo, macetato de etilo, acetato de isopentilo, benzoato de metilo, benzoato de etilo, malonato de dietilo, acetoacetato de etilo, ftalato de dimetilo, butirolactona, carbonato de propileno, carbonato de etileno y ftalato de dibutilo.
- Los glicol éteres y los ésteres de glicol éter preferidos se eligen de entre el grupo que consiste en etilenglicol dimetil éter, etilenglicol dietil éter, etilenglicol dipropil éter, etilenglicol dibutil éter, 1,2-propilenglicol dimetil éter, 1,2-propilenglicol metil etil éter, 1,2-propilenglicol dietil éter, 1,2-propilenglicol dipropil éter, 1,2-propilenglicol metil butil éter, 1,3-propilenglicol dimetil éter, 1,2-butilenglicol dimetil éter, glicerol trimetil éter, glicerol trietil éter, glicerol tripropil éter, glicerol dimetil éter, dietilenglicol dimetil éter, dietilenglicol dietil éter, dipropilenglicol dimetil éter, trietilenglicol dimetil éter y acetato de propilenglicol monometil éter.
- El compuesto nitro preferido se elige de entre el grupo que consiste en 2-nitropropano, 1-nitropropano, nitroetano, nitrometano y nitrobencono.

Una sulfona adecuada es, por ejemplo, sulfolano.

El éter se preferido elige de entre el grupo que consiste en 1,4-dioxano, terc-butil metil éter, di-isopentil éter, furano, tetrahidrofurano, 2-metiltetrahidrofurano, anisol, tetrahidropirano, fenetol, 1,3-dioxolano, di-n-propil éter, éter diisopropílico, di-n-butil éter, di-terc-butil éter, difenil éter y dibencil éter.

- 5 La amida preferida se elige de entre el grupo que consiste en N,N-dimetilformamida, N,N-dietilformamida, tetrametilurea, tetraetilurea, N,N-dimetilacetamida, N,N-dietilacetamida, N-metilacetamida, N-metilformamida, formamida, 2-pirrolidinona y 1-metil-2-pirrolidinona.

10 El compuesto heterocíclico aromático polar preferido se elige de entre el grupo que consiste en piridina, metiletil piridina, 2,3-dimetilpirimidin-1-ona, 1,3-dimetilpirimidin-2-ona y lutidinas (2,3-, 2,4-, 2,5-, 2,6-, 3,4 ó 3,5-dimetilpiridina).

Una tioamida preferida es, por ejemplo, 1-metilpirrolidina-2-tiona.

En el presente proceso, el catalizador de cobre comprende iones cúpricos.

En presencia del ácido nítrico, prácticamente toda la aleación de cobre, complejo de cobre y sal de cobre se oxidarán para proporcionar los iones cúpricos.

- 15 Por lo tanto, dichos iones cúpricos se generan a partir de cobre metálico o de una aleación de cobre, a partir de un complejo de cobre (0) complejo, de una sal de cobre (I) o de un complejo de cobre (I), de una sal de cobre (II) o de un complejo de cobre (II), y mezclas de los mismos.

20 El término "cobre (0)" comprende cobre metálico y aleaciones de cobre, incluso más preferiblemente en una forma finalmente dividida, por ejemplo el metal o la aleación molida. El término "compuestos de cobre (0)" comprende complejos metálicos que incluyen formalmente átomos de cobre sin carga.

El término " compuestos de cobre (I)" comprende sales de cobre (I) y complejos metálicos que incluyen iones de Cu^+ .

Las sales de cobre (I) adecuadas se eligen de entre acetato de Cu (I), bromuro de Cu (I), cloruro de Cu (I), yoduro de Cu (I), óxido de Cu (I) y cianuro de Cu (I).

- 25 El término " compuestos de cobre (II)" comprende sales de cobre (II) y complejos metálicos que incluyen iones cúpricos (Cu^{2+}).

30 Preferiblemente se usa una sal de cobre (II) que pueda disolverse al menos en uno de los disolventes mencionados anteriormente en el presente proceso. Algunas sales de de cobre (II) adecuadas son, por ejemplo, nitrato de cobre (II), cloruro de cobre (II), bromuro de cobre (II), yoduro de cobre (II), sulfato de cobre (II), cianuro de cobre (II), óxido de cobre (II), pirofosfato de cobre (II), sulfuro de cobre (II), hidroxifosfato de cobre (II), carbonato de cobre (II), hidróxido de cobre (II) y sales de cobre cobre (II) de ácidos carboxílicos aromáticos y no aromáticos tales como acetato de cobre (II), formiato de cobre (II), acetilacetato de cobre (II), tartrato de cobre (II), oxalato de cobre (II), citrato de cobre (II), benzoato de cobre (II), metilacetoacetato de cobre (II), etilacetoacetato de cobre (II), etilbenzoilacetato de cobre (II), trifluorometansulfonato de cobre (II), ftalato de cobre (II) o toluensulfonato de cobre (II).

35 En una forma de realización preferida, se coloca el ácido cianhídrico en el recipiente de reacción mientras se suministra el ácido nítrico a la mezcla.

40 Más ventajosamente, sólo se coloca el catalizador, opcionalmente disuelto o mezclado con el disolvente, en el recipiente de reacción, y el ácido nítrico y el ácido cianhídrico se añaden simultáneamente, discontinuamente o continuamente a la mezcla de reacción mientras progresa la reacción.

45 Si el ácido cianhídrico y el ácido nítrico se suministran simultáneamente o en porciones alternantes no es necesario suministrarlos de forma estequiométrica al mismo. No obstante, para evitar una sobreoxidación y reacciones secundarias con el disolvente, se recomienda tener el ácido cianhídrico y el ácido nítrico en el reactor más o menos según la proporción estequiométrica de la ecuación I. Con objeto de evitar la conversión incompleta del ácido cianhídrico, el ácido nítrico también puede suministrarse con un ligero exceso sin un efecto perjudicial.

El proceso puede realizarse a una temperatura en el intervalo de desde 15 hasta 150°C, preferiblemente desde 50 hasta 100°C, más preferiblemente desde 60 hasta 90°C.

50 La realización del proceso a elevada presión puede dar lugar a problemas en la obtención del producto en forma gaseosa, el producto tendría que ser recuperado a partir del líquido de la mezcla de reacción. En presencia de ácido nítrico, el etanodinitrilo reacciona más o menos rápidamente con el agua formada en la reacción. Por lo tanto, la temperatura y la presión del líquido de la reacción deberían estar en un intervalo que permita una fácil extracción del producto en forma gaseosa desde el reactor. Más preferiblemente, la reacción se realiza aproximadamente a la

presión atmosférica.

Después de mezclar el ácido cianhídrico y el ácido nítrico, se forma inmediatamente una corriente gaseosa de producto que comprende etanodinitrilo y óxido nítrico. Ventajosamente, dicha corriente gaseosa de producto se descarga de forma continua desde el reactor y se somete a un tratamiento final adicional, en el que el etanodinitrilo se separa de la corriente gaseosa de producto.

Es posible separar el etanodinitrilo de la corriente gaseosa de producto de diferentes formas, por ejemplo, mediante congelación, condensación, absorción/desorción o absorción/desorción del etanodinitrilo.

Particularmente preferiblemente, el etanodinitrilo en la corriente gaseosa de producto es absorbido en un disolvente y recuperado a partir de dicho disolvente.

Para minimizar la eliminación de desechos, los costes, la cantidad de ácido nítrico usada y los riesgos medioambientales, el presente proceso proporciona la posibilidad de reciclar el óxido nítrico obtenido en la reacción del ácido cianhídrico y el ácido nítrico. Ventajosamente, a escala industrial, el óxido nítrico efluente (NO) se oxida para obtener dióxido de nitrógeno (NO₂). La oxidación del NO en presencia de oxígeno elemental (O₂) es bien conocida en la técnica. El suministro de dicho NO₂ obtenible a partir del NO expulsado en agua da como resultado una disolución de ácido nítrico acuoso (HNO₃) que puede usarse directamente en el proceso. La reacción del NO₂ con agua también es conocida en la técnica. El reciclado del NO expulsado del proceso puede minimizar así el suministro de HNO₃ una vez que ha comenzado el proceso.

Por lo tanto, en una forma de realización preferida, el óxido nítrico de la corriente gaseosa de producto es suministrado a un reactor por separado donde se oxida con un gas que contiene oxígeno para obtener dióxido de nitrógeno, que es absorbido en agua, y el ácido nítrico obtenido se recicla en la reacción con el ácido cianhídrico.

Una forma de realización preferida de la reacción es llevar a cabo la reacción en un proceso continuo, en el que, dentro del proceso, sólo se requiera el suministro de ácido cianhídrico, oxígeno elemental y corrientes de recuperación. Convenientemente, dicho proceso de reciclado requiere un reciclado eficaz del disolvente y del catalizador con una pureza adecuada y con elevados rendimientos. Adecuada y preferiblemente se prefiere una elevada pureza de cada componente recuperado, porque el enriquecimiento de los subproductos y/o de los productos de descomposición puede tener un efecto perjudicial para la duración del proceso. El uso de un disolvente de elevada ebullición en la reacción del ácido nítrico con el ácido cianhídrico tiene la ventaja de que la separación del cianógeno de la mezcla de reacción puede realizarse fácilmente.

En una forma de realización preferida, el presente proceso se realiza como un proceso continuo, en el que opcionalmente se recuperan, al menos, el disolvente orgánico y el catalizador.

La reacción del ácido nítrico con ácido cianhídrico se lleva a cabo convenientemente en un disolvente orgánico que es esencialmente el mismo disolvente usado para el tratamiento final del etanodinitrilo.

En una forma de realización preferida, se lleva a cabo un tratamiento final del etanodinitrilo usando un disolvente para recuperar el etanodinitrilo a partir de la corriente gaseosa de producto. Preferiblemente, dicho disolvente, a unas temperaturas de aproximadamente +30°C o menos, tiene tanto unas buenas propiedades de absorción para el etanodinitrilo como unas malas propiedades de absorción para el óxido nítrico.

A una temperatura de desde -5 hasta +30°C el acetonitrilo solubiliza el etanodinitrilo mucho mejor que el óxido nítrico, y puede usarse por lo tanto para separar eficazmente ambos compuestos.

Por lo tanto, en una forma de realización más preferida, el disolvente orgánico es acetonitrilo.

En una forma de realización particularmente preferida, la reacción del ácido nítrico con el ácido cianhídrico se lleva a cabo con acetonitrilo como disolvente orgánico, y la corriente gaseosa de producto, opcionalmente después de haber pasado a través de un condensador, es suministrada a una columna de absorción con un flujo a contracorriente de acetonitrilo. El acetonitrilo a contracorriente absorbe predominantemente el etanodinitrilo mientras que el óxido nítrico permanece en forma gaseosa, y finalmente se recupera el producto etanodinitrilo a partir del acetonitrilo y se extrae del proceso, mientras que el acetonitrilo recuperado se recicla al proceso. El uso de acetonitrilo tanto para la reacción como para la recuperación del etanodinitrilo a partir de la corriente gaseosa del producto proporciona un reciclado eficaz de los compuestos y una recuperación del producto con altos rendimientos.

En una forma de realización particularmente preferida adicional, el producto etanodinitrilo se recupera a partir del acetonitrilo, después de haber sido separado del óxido nítrico, en una columna de desorción.

Opcionalmente, el óxido nítrico recuperado se oxida en presencia un gas que contiene oxígeno, para obtener dióxido de nitrógeno, que se hace reaccionar con agua para obtener ácido nítrico. Dicho ácido nítrico reciclado también puede reutilizarse en el proceso.

Las Figuras 1 y 2 ilustran el proceso de la invención en una forma de realización preferida, en la que el ácido nítrico y el disolvente orgánico son reciclados en el proceso (Fig. 1) y en una forma más detallada adoptada

específicamente para el uso de acetonitrilo como disolvente orgánico polar (Fig. 2).

Descripción de las figuras:

Figura 1:

5 La Figura 1 ilustra un modo general del proceso con el reciclado del ácido nítrico. El reactor **01** está equipado con las líneas **21**, **22**, **23** y **24** para proporcionar el suministro del ácido cianhídrico, del ácido nítrico, del catalizador y del disolvente, respectivamente. Aunque en un proceso continuo la mayor parte del ácido nítrico, del disolvente y del catalizador es reciclada a través de las líneas de reciclado **37**, **40** y **43**, las líneas **22**, **23** y **24** también pueden usarse para fines de recuperación durante el proceso, mientras que la línea **21** también se usa para proporcionar el requerido ácido cianhídrico durante la reacción. Las líneas **33** y **34** proporcionan respectivamente oxígeno elemental y agua para reoxidar el óxido nítrico.

10 La corriente gaseosa de producto descargada en la línea **25** desde el reactor **01**, que comprende etanodinitrilo, óxido nítrico, el disolvente orgánico y agua, y restos de dióxido de carbono, es suministrada a un condensador **02**, en el que es condensada la mayor parte del disolvente orgánico y del agua, y la línea de entrada del condensador **26**, opcionalmente después de eliminar parcial o completamente el agua, se recicla al reactor **01**. La corriente gaseosa de producto remanente en el condensador **02** es suministrada a la línea **27** hacia una unidad de tratamiento final **12** para el aislamiento del etanodinitrilo. La corriente gaseosa de producto de la línea **27** comprende etanodinitrilo, óxido nítrico y pequeñas cantidades de gases inertes tales como dióxido de carbono, y está sustancialmente empobrecida en disolvente y agua. La unidad de tratamiento final **12** comprende (i) la línea **32** para el producto gaseoso, que consiste predominantemente en etanodinitrilo puro, (ii) una línea de purgado efluyente **28**, que consiste predominantemente en disolvente orgánico recuperado con restos de agua, que es recargada al reactor **01** para suprimir la acumulación de compuestos no deseados (por ejemplo, agua) dentro de la unidad de tratamiento final **12**, y (iii) la línea **29**, que consiste predominantemente en óxido nítrico y gases inertes tales como dióxido de carbono.

15 La corriente gaseosa de la línea **29** es recargada en un reactor de oxidación **07**, en el que, en presencia de un gas que comprende oxígeno, suministrado a través de la línea **33**, el óxido nítrico es oxidado a dióxido de nitrógeno, ventajosamente en presencia de un catalizador. La corriente de gas efluyente de la línea **35**, que comprende dióxido de nitrógeno, es reciclada opcionalmente al reactor **08**, y se hace reaccionar con agua, se suministra a través de la línea **34**, para obtener ácido nítrico. El reactor **08** comprende la línea **36** para eliminar los gases expulsados tales como dióxido de carbono. El ácido nítrico se carga opcionalmente en la línea **37** al reactor **01** o se usa en otro sitio.

Unidad de tratamiento final **12**:

20 Dependiendo de las propiedades termodinámicas de la línea de entrada 27, pueden usarse diferentes técnicas de separación para recuperar el etanodinitrilo. Una forma de realización adecuada es la combinación de una columna de absorción con una unidad de regeneración para el reciclado del disolvente. El etanodinitrilo es absorbido en el disolvente de la columna de absorción con una elevada selectividad, y es liberado en la subsiguiente unidad de regeneración, que comprende desorción, destilación o rectificación. Una posibilidad de un tratamiento final adicional es la absorción de los gases inertes en un disolvente adecuado. Entonces el etanodinitrilo es el producto de cabeza de la primera columna.

25 Alternativamente a la recuperación del etanodinitrilo mediante absorción/regeneración, también es posible usar, por ejemplo, (i) técnicas de adsorción, es decir, la adsorción del etanodinitrilo sobre un adsorbente sólido y la subsiguiente desorción usando un disolvente adecuado, o (ii) técnicas de extracción líquido-líquido para separar el etanodinitrilo de los otros compañeros de reacción. Los medios necesarios para eliminar el disolvente en ambos ejemplos son conocidos por la persona experta.

30 Otra alternativa para la recuperación del etanodinitrilo es congelar el etanodinitrilo directamente a partir de la corriente gaseosa de producto. Esto podría realizarse usando dos líneas de intercambio de calor paralelas, que son profundadas alternativamente con la corriente gaseosa de producto. Mientras que el etanodinitrilo solidifica en una línea, el etanodinitrilo solidificado en la otra línea se evapora de nuevo y se obtiene en una forma prácticamente pura.

35 En la línea **38** se descarga una cantidad parcial de la mezcla de reacción, tanto de forma continua como discontinua, comprendiendo dicha mezcla de reacción disolvente orgánico, agua, el catalizador, el etanodinitrilo disuelto y pequeñas cantidades de ácido nítrico sin reaccionar y ácido cianhídrico, desde el reactor **01**, y se suministran a la unidad de recuperación del disolvente **13**. Dentro de la unidad de recuperación del disolvente **13**, el agua se separa de la mezcla de reacción, como se ejemplifica con más detalle a continuación, y se descarga del proceso por la línea **41**, mientras que el disolvente orgánico recuperado, el catalizador y el ácido nítrico son reciclados en la **40** al reactor **01**. La unidad de recuperación del disolvente **13** comprende adicionalmente una línea de desviación **43**, que comprende una mezcla de disolvente, etanodinitrilo y ácido cianhídrico, que también es reciclado al reactor.

40 Unidad de recuperación del disolvente **13**:

Dependiendo de las propiedades termodinámicas de la mezcla que comprende el disolvente orgánico, agua y el

catalizador, la separación puede realizarse usando, por ejemplo, una destilación simple o una rectificación de mezclas zeotrópicas, una rectificación por cambio de presión o una rectificación con agentes de arrastre (por ejemplo, éteres o hidrocarburos), para mezclas azeotrópicas en configuraciones de columna adecuadas que son conocidas por el experto en la técnica. Las columnas pueden elegirse de entre columnas de platos, de burbujas o de bandejas de burbujas, o columnas con un empaquetado regular o irregular. Alternativamente, pueden usarse técnicas de separación con membrana tales como evaporación, pervaporación o ultrafiltración para el agua de reacción. Además de los procedimientos mencionados anteriormente, también es posible usar etapas de adsorción, absorción o extracción el agua de la mezcla de reacción.

Figura 2:

La Figura 2 ilustra un modo preferido del proceso que usa acetonitrilo como principal disolvente polar. Según la Fig. 1, el reactor **01** está equipado con las líneas **21**, **22**, **23** y **24** para proporcionar el suministro de ácido cianhídrico, de ácido nítrico, de catalizador y del disolvente orgánico (es decir, acetonitrilo), respectivamente. El ácido nítrico, el disolvente orgánico (es decir, acetonitrilo) y el catalizador también son suministrados a través de las líneas de reciclado **37**, **40** y **43**, respectivamente. Las líneas **22**, **23** y **24** también pueden usarse con fines de recuperación durante el proceso, mientras que la línea **21** también se usa para proporcionar el requerido ácido cianhídrico durante la reacción. Las líneas **33** y **34** proporcionan, respectivamente, oxígeno elemental y agua para reoxidar el óxido nítrico.

La corriente gaseosa de producto del reactor **01**, que comprende etanodinitrilo, óxido nítrico, el disolvente orgánico (es decir, acetonitrilo), agua y restos de dióxido de carbono, es suministrada por la línea **25** hasta un condensador **02**. El condensado, que comprende el disolvente orgánico (es decir, acetonitrilo) y agua, opcionalmente después de haber eliminado parcial o completamente el agua, se recicla a través de la línea **26** hacia el reactor **01**. El efluente gaseoso obtenido en la línea **27** procedente del condensador **02**, que comprende etanodinitrilo y óxido nítrico, acompañado por pequeñas cantidades de gases inertes tales como dióxido de carbono, y sólo pequeñas cantidades del disolvente orgánico (es decir, acetonitrilo) y agua, se carga en la línea **27** hasta el fondo de una columna de absorción **03** a contracorriente de una corriente del disolvente orgánico (es decir, acetonitrilo), que se recicla en la línea **30** hacia la cabeza de columna de la columna **03**. La columna de absorción **03**, que opera a una temperatura de aproximadamente -5 a +30°C, preferiblemente en un intervalo de desde 0 hasta +15°C, puede ser una columna empaquetada, una columna empaquetada con un empaquetado regular o irregular, o una columna de platos, de burbujas o de bandejas de burbujas. La mezcla de la línea **28**, que comprende acetonitrilo y restos de agua, se elimina de la columna **03** a través de un tubo de salida, colocado en el lateral de la cabeza de columna de la columna, y se recarga en el reactor **01**. La línea de reciclado **28** hacia el reactor **01** evita la acumulación de agua y de disolvente orgánico (es decir, acetonitrilo) en la columna **03** en el tren de absorción/desorción durante la operación continua.

El producto del fondo de la columna **03**, que comprende el disolvente orgánico (es decir, acetonitrilo), etanodinitrilo y agua, se descarga por la línea **31**, se suministra a un calentador **04** y subsiguientemente se recicla hasta la cabeza de una columna de desorción **05**. La corriente de cabeza de la columna **03**, que comprende óxido nítrico con restos de gases inertes tales como dióxido de carbono, se suministra ventajosamente por la línea **29** hasta un reactor de oxidación **07** para obtener ácido nítrico, según se esquematiza a continuación.

La separación del acetonitrilo de las impurezas y de otros compuestos que son perjudiciales para el proceso (es decir, agua) se realiza según el estado de la técnica conocido por la persona experta, por ejemplo, usando una baja presión y/o una elevada temperatura, dentro de la columna de desorción **05**. Ventajosamente, la columna **05** está configurada como una columna empaquetada, empaquetada con un empaquetado regular o irregular, o como una columna de platos de burbujas o de bandejas de burbujas. Una corriente del disolvente orgánico rectificado (es decir, acetonitrilo), que todavía puede comprender agua, se descarga desde el fondo de la columna **05** y se suministra por la línea **30** hacia un intercambiador de calor **06**. Posteriormente, el acetonitrilo se calienta a la temperatura de operación de la columna **03**, y después se recicla hacia la cabeza de la columna **03**. La corriente de cabeza de la columna **05** se descarga por la línea **32**, que comprende el producto etanodinitrilo gaseoso prácticamente puro, que puede usarse directamente o puede recuperarse, por ejemplo, después de un enfriamiento y una condensación. También es posible pasar a etanodinitrilo gaseoso o licuado a través de una base para obtener un compuesto hidrolizado del mismo.

Según se esquematiza en la Fig. 1 anterior, el óxido nítrico recuperado de la columna **03** a partir de las corrientes gaseosas de producto de la línea **25**, se reoxida a ácido nítrico y se recarga como ácido nítrico por la línea **37** hasta el reactor **01** para reducir la cantidad de reactivo de oxidación requerida para realizar el proceso.

Por la línea **38** se descarga una cantidad parcial de la mezcla de reacción, tanto en modo continuo como discontinuo, de dicha mezcla de reacción que comprende el disolvente orgánico (es decir, acetonitrilo), agua, el catalizador, el etanodinitrilo disuelto y pequeñas cantidades de ácido nítrico y de ácido cianhídrico sin reaccionar, desde el reactor **01**, y se suministran a una columna de rectificación **09**, que opera a una presión en el intervalo de 0,8 a 20 bar, preferiblemente en el intervalo de 0,8 a 8 bar, particularmente preferido en el intervalo de 4 a 6 bar. En la columna **09** la corriente gaseosa del producto se separa en (i) una corriente de cabeza, que comprende una composición casi azeotrópica del disolvente orgánico (es decir, acetonitrilo), agua y restos de etanodinitrilo y ácido

5 cianhídrico, que es suministrada por la línea **39** hasta la columna de la columna de destilación **10**, y (ii) un producto de fondo, que comprende el disolvente orgánico (es decir, acetonitrilo), el catalizador, ácido nítrico y restos de agua, que es reciclado por la línea **40** hasta el reactor **01**. La columna de destilación **10** está trabajando a una baja presión de aproximadamente 0,05 a 1 bar, preferiblemente en el intervalo de 0,1 a 0,5 bar. Dentro de la columna **10**, la mezcla de la línea **39**, que es la corriente de cabeza de columna de la columna **09**, se separa en (i) una corriente de cabeza, y (ii) un producto de fondo. La corriente de cabeza (i) es suministrada por la línea **42** hacia un condensador **11**, mientras que el producto de fondo (ii) que consiste predominantemente en agua, se descarga por la línea **41** desde el proceso. Mientras se opera en modo continuo, el agua descargada por la línea **41**, se corresponde aproximadamente con la cantidad molar del agua obtenida en el reactor **01** si la cantidad global de agua está controlada a un nivel constante. Dentro del condensador **11**, la corriente de cabeza suministrada por la línea **42** se separa en (i) una fracción líquida condensada, que comprende una mezcla prácticamente azeotrópica del disolvente orgánico (es decir, acetonitrilo) y agua, que es reciclado por la línea **44** a la cabeza de la columna **09**, y (ii) una corriente gaseosa, que comprende etanodinitrilo, ácido cianhídrico y el disolvente orgánico (es decir, acetonitrilo), que es reciclada por la línea **43** hasta el reactor **01**.

10
15 Lista de las formas de realización de las Figuras 1 y 2:

- 01:** reactor
- 02:** intercambiador de calor (condensador)
- 03:** columna de absorción
- 04:** intercambiador de calor
- 20 **05:** columna de desorción
- 06:** intercambiador de calor
- 07:** reactor
- 08:** reactor
- 09:** columna de rectificación
- 25 **10:** columna de destilación
- 11:** intercambiador de calor
- 12:** unidad de tratamiento final para la recuperación de producto partir de óxido de nitrógeno
- 13:** unidad de recuperación de disolvente
- 21:** suministro de ácido cianhídrico
- 30 **22:** suministro de ácido nítrico
- 23:** suministro de catalizador
- 24:** suministro de disolvente
- 25:** corriente de producto gaseoso procedente del reactor
- 26:** corriente de disolvente empobrecida en producto
- 35 **27:** corriente gaseosa de producto empobrecida en disolvente
- 28:** corriente de purga (corriente del disolvente con agua condensada y empobrecida en producto)
- 29:** corriente gaseosa que comprende el óxido nítrico y gases inertes
- 30:** disolvente de lavado para la recuperación del etanodinitrilo
- 31:** disolvente con etanodinitrilo y agua
- 40 **32:** corriente de producto gaseoso de etanodinitrilo
- 33:** gas que comprende oxígeno
- 34:** suministro de agua

- 35: corriente gaseosa de dióxido de nitrógeno
- 36: corriente gaseosa expulsión
- 37: ácido nítrico reciclado
- 38: cantidad parcial de la mezcla de reacción
- 5 39: corriente de agua y disolvente
- 40: bucle de reciclado para el catalizador recuperado
- 41: agua eliminada del proceso
- 42: corriente de cabeza
- 43: corriente desviada de disolvente, etanodinitrilo y ácido cianhídrico
- 10 44: fracción líquida condensada de la mezcla de disolvente y agua

Ejemplos:

Únicamente en los ejemplos, con el fin de determinar fácilmente el rendimiento del etanodinitrilo, el gas de producto se pasó a través de un destilador básico (disolución de KOH) que absorbe prácticamente completamente el etanodinitrilo, al contrario que el NO y el N₂ que permanecen en forma gaseosa. Según se muestra en los ejemplos, el presente proceso evita el desarrollo de dióxido de nitrógeno y de otros compuestos de alta oxidación de nitrógeno, resumidos como N_xO_y, y en los que y es 2x.

Ejemplo 1:

Se puso nitrato de cobre (II) trihidratado (95% en peso, 10,5 g, 42 mmol) en acetonitrilo (694 ml) en un recipiente de 2 L (Labmax, Mettler) bajo nitrógeno, y se calentó a 70°C. Durante 2 h se suministraron simultáneamente ácido cianhídrico (HCN, 100%, 63,1 g) y ácido nítrico (65% en peso, 84,5 g) a esa temperatura. Después de completar la adición, la mezcla se agitó durante 30 min adicionales. Un gas incoloro, que indicaba la ausencia de NO₂, evolucionó desde la mezcla tras la adición del HCN. Según el análisis por cromatografía de gases, el producto del gas efluyente tenía la siguiente composición: etanodinitrilo ((CN)₂): 64,9%, NO y N₂: 32,5%, CO₂: 2,6%, HCN: 0%, H₂O: 0% y acetonitrilo (pico de disolvente)

El acetonitrilo se destiló de la mezcla gaseosa con un enfriador, que tenía la temperatura ajustada a -15°C. Subsiguientemente, la mezcla gaseosa remanente se pasó a través de una disolución acuosa de KOH (al 10% en peso). Se determinó que el (CN)₂ absorbido eran 54 g, correspondientes a un rendimiento del 85%.

Ejemplo 2:

Se puso nitrato de cobre (II) trihidratado (95% en peso, 7 g, 30 mmol) en acetonitrilo (902 ml) en un recipiente de 2 l (Labmax, Mettler) bajo nitrógeno, y se calentó a 70°C. Durante 2,5 h, se suministraron simultáneamente HCN (81,6 g) y ácido nítrico (65% en peso, 102,6 g) a la mezcla a esa temperatura. Después de completar la adición, la mezcla se agitó durante 60 min adicionales. Un gas incoloro, que indicaba la ausencia de NO₂, evolucionó desde la mezcla tras la adición del HCN. Según el análisis por cromatografía de gases, el producto del gas efluyente tenía la siguiente composición: (CN)₂: 65,6%, NO y N₂: 31,7%, CO₂: 2,8%, HCN: 0%, H₂O: 0% y acetonitrilo (pico de disolvente). El acetonitrilo se destiló de la mezcla gaseosa con un enfriador, que tenía la temperatura ajustada a -15°C. Subsiguientemente, la mezcla gaseosa remanente se pasó a través de una disolución acuosa de KOH (al 10% en peso), (CN)₂ y CO₂ estaba prácticamente completamente absorbido. Se determinó que el (CN)₂ absorbido eran 65 g, correspondientes a un rendimiento del 80%.

Ejemplo 3:

Se puso nitrato de cobre (II) trihidratado (95% en peso, 10,0 g, 40 mmol) en acetonitrilo (660 ml) y H₂O (63,0 ml) en un recipiente de 2 l (Labmax, Mettler) bajo nitrógeno, y se calentó a 70°C. Durante 4,5 h, se suministraron simultáneamente HCN (100%, 149,8 g) y ácido nítrico (65% en peso, 194 g) a la mezcla a esa temperatura. Después de completar la adición, la mezcla se agitó durante 60 min adicionales. Un gas incoloro, que indicaba la ausencia de NO₂, evolucionó desde la mezcla tras la adición del HCN. Según el análisis por cromatografía de gases, el producto del gas efluyente tenía la siguiente composición: (CN)₂: 69,3%, NO y N₂: 28,5%, CO₂: 0,5%, HCN: 1,3%, H₂O: 0% y acetonitrilo (pico de disolvente). El acetonitrilo se destiló de la mezcla gaseosa con un enfriador, que tenía la temperatura ajustada a -15°C. Subsiguientemente, la mezcla gaseosa remanente se pasó a través de una disolución acuosa de KOH (al 10% en peso), en la que se absorbieron el (CN)₂ y el CO₂. Se determinó que el (CN)₂

absorbido eran 116 g, correspondientes a un rendimiento del 78%.

Ejemplo 4:

Se puso nitrato de cobre (II) trihidratado (al 95% en peso, 10,0 g, 40 mmol) en sulfolano (356 ml) en un recipiente de 2 l (Labmax, Mettler) bajo nitrógeno, y se calentó a 70°C. Durante 3 h, se suministraron simultáneamente HCN (100%, 99,7 g) y ácido nítrico (65% en peso, 129,6 g) a la mezcla a esa temperatura. Después de completar la adición, la mezcla se agitó durante 30 min adicionales. Un gas incoloro, que indicaba la ausencia de NO₂, evolucionó desde la mezcla tras la adición del HCN. Según el análisis por cromatografía de gases, el producto del gas efluyente tenía la siguiente composición: (CN)₂: 46,1%, NO + N₂: 42,0%, CO₂: 10,7%, HCN: 0,3%, H₂O: 0,3%. La mezcla gaseosa se pasó a través de una disolución acuosa de KOH (al 10% en peso), en la que se absorbieron el (CN)₂ y el CO₂. Se determinó que el etanodinitrilo absorbido eran 72 g, correspondientes a un rendimiento del 54%.

Ejemplo 5:

En un recipiente de 2 l (Labmax, Mettler), se preparó una mezcla de nitrato de cobre (II) trihidratado (95% en peso, 10,0 g, 40 mmol), acetonitrilo (600 ml) y agua (63 ml) bajo nitrógeno, y se calentó a 70°C. Durante 3 h se suministraron simultáneamente ácido cianhídrico (100 en peso, 0,54 g/min) y ácido nítrico (65% en peso, 0,72 g/min) a la mezcla, y subsiguientemente se agitó durante 30 min adicionales a esta temperatura. Durante todo el tiempo de reacción se descarga continuamente una cantidad de la mezcla de reacción, y también se sustituye continuamente por una mezcla de nitrato de cobre (II) trihidratado (10,0 g) en acetonitrilo (600 ml). Tanto la carga como la descarga se realizan a una velocidad de suministro de 1,5 g/min. La corriente gaseosa que se produce inmediatamente de la mezcla tras la adición del HCN era incolora. Un gas incoloro, que indicaba la ausencia de NO₂, evolucionó desde la mezcla tras la adición del HCN. Según el análisis por cromatografía de gases, el producto del gas efluyente tenía la siguiente composición durante todo el tiempo de reacción: (CN)₂: del 70,6 al 71,4%, NO + N₂: del 27,9 al 29,9%, CO₂: del 0,3 al 0,8%, HCN: del 0 al 0,5%, H₂O: del 0 al 0,1%. La corriente de producto gaseoso se pasó a través de un enfriador mantenido a -15°C para eliminar el acetonitrilo. Finalmente, se obtuvo (CN)₂ (79 g) con un rendimiento del 80%.

Ejemplo de comparación 1:

Según el ejemplo 2, serie 4, del documento US 3.949.061, se puso una disolución acuosa de nitrato de cobre (II) (500 ml, que comprende 190,5 g de nitrato de cobre (II) nitrato, 750 mmol) en un recipiente de 2 l (Labmax, Mettler) bajo nitrógeno y el pH se ajustó a aproximadamente pH 0 con ácido nítrico al 65% en peso (79 g). A los 30 min se suministró HCN (100%, 41,5 g) a 20°C con agitación. Un gas marrón, que indicaba la presencia de NO₂, evolucionó desde la mezcla tras la adición del HCN. La mezcla se calentó a 30°C durante 30 min y se agitó constantemente durante 30 min adicionales. Subsiguientemente se suministró HCN (15,5 g) adicional a 30°C. La mezcla se agitó durante 30 min adicionales a 30°C. Comenzando con el primer HCN se suministró una dosis de oxígeno a través de un vidrio poroso a la mezcla a 0,23 mol/h durante 15 min, después se redujo a 0,12 mol/h, que se continuó hasta que se detuvo la reacción. El análisis por cromatografía de gases del gas expulsado reveló un contenido decreciente en (CN)₂ desde el 22,3% hasta el 4,5% en el transcurso de la reacción. Debido al bajo rendimiento y a la uniforme disminución en el contenido en (CN)₂ en el gas expulsado, la temperatura de la reacción se elevó desde 20°C hasta 30°C y se continuaron dosis paralelas de HCN y O₂ durante 3 h adicionales. No obstante, el (CN)₂ cayó hasta el 4,6%, NO, N_xO_y en el que y es 2x, y N₂ aumentaron hasta el 74%, mientras que el HCN aumentó hasta aproximadamente el 20%. Durante la reacción, la disolución azul claro se transformó en una suspensión verdosa con la aparición de un precipitado. Se determinó que el precipitado blanco era de CuCN insoluble y de oxamida (NC-C(O)NH₂), el último como el producto del (CN)₂ hidrolizado. Rendimiento final del (CN)₂: 13%.

Ejemplo de comparación 2:

En un recipiente de 2 l, según el documento US 3997653, (Labmax, Mettler), se puso una mezcla de 10,5 g de nitrato de cobre (II) trihidratado (95% en peso, 10,5 g, 42 mmol) con acetonitrilo (693 ml) y se calentó a 70°C. Con una velocidad de suministro de 0,54 mol/h (0,35 ml/min), se añadió HCN. Un gas marrón, que indicaba la presencia de NO₂, evolucionó desde la mezcla tras la adición del HCN. Comenzando con el primer HCN se suministró una dosis de oxígeno a través de un vidrio poroso a la mezcla a 0,34 mol/h (60 ml/min) durante un periodo de 3 h. En el transcurso de la reacción, la disolución azul claro se transformó en una suspensión verdosa y apareció un precipitado de color blanco. El análisis por cromatografía de gases del gas expulsado reveló un contenido decreciente en (CN)₂ desde el 35 hasta el 27%. NO, N_xO_y en el que y es 2x, y N₂ permanecieron aproximadamente al 56%, el contenido en CO₂ desde el 7,6 hasta el 0%, mientras que el contenido en HCN disminuyó desde el 0 hasta el 14%. Rendimiento final del (CN)₂: 38%.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la preparación de etanodinitrilo en fase líquida, mediante la oxidación catalítica de ácido cianhídrico en presencia de un catalizador de ión cúprico y un disolvente polar aprótico, **caracterizado por que** el ácido nítrico se añade como el único oxidante a la mezcla de reacción
- 5 2. El proceso de la reivindicación 1, en el que se suministran simultáneamente ácido cianhídrico y ácido nítrico a la mezcla de reacción.
3. El proceso de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado por que** hay agua presente en la mezcla de reacción en una cantidad de hasta el 20% en peso de la fase líquida.
- 10 4. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** el disolvente polar aprótico se elige de entre nitrilos orgánicos, éteres, derivados de glicol, compuestos nitro orgánicos, sulfonas, ésteres, amidas, tioamidas y heterociclos aromáticos polares.
5. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que los iones cúpricos se generan a partir de cobre (0) metálico o de una aleación o un complejo de cobre (0), una sal de cobre (I) o un complejo de cobre (I), una sal de cobre (II) o un complejo de cobre (II), y mezclas de los mismos.
- 15 6. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** el ácido nítrico y el ácido cianhídrico se añaden simultáneamente con una proporción molar en el intervalo de desde 1:2,5 hasta 1:3,5.
7. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que se extrae continuamente una corriente de producto gaseoso que comprende etanodinitrilo y óxido nítrico del reactor y se somete a un tratamiento final adicional, en el que el etanodinitrilo se separa de la corriente de producto gaseoso.
- 20 8. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el etanodinitrilo de la corriente de producto gaseoso es absorbido en un disolvente y recuperado a partir de dicho disolvente.
9. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que el óxido nítrico de la corriente de producto gaseoso es suministrada a un reactor por separado en el que es oxidado con un gas que contiene oxígeno para obtener dióxido de nitrógeno, que es absorbido en agua para obtener ácido nítrico, que es reciclado en la reacción con ácido cianhídrico.
- 25 10. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el proceso se lleva a cabo como un proceso continuo.
11. El proceso de la reivindicación 10, en el que la reacción del ácido nítrico con el ácido cianhídrico se lleva a cabo en un disolvente orgánico que es esencialmente el mismo que el disolvente usado para el tratamiento final del etanodinitrilo.
- 30 12. El proceso de la reivindicación 11, en el que el disolvente orgánico es acetonitrilo.
13. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, la reacción del ácido nítrico con el ácido cianhídrico se lleva a cabo en acetonitrilo y en el que el óxido nítrico de la corriente de producto gaseoso es suministrado a una columna de absorción con una contracorriente de acetonitrilo, dicha contracorriente de acetonitrilo absorbe predominantemente el etanodinitrilo mientras que el óxido nítrico permanece en forma gaseosa, y en el que finalmente se recupera el producto etanodinitrilo desde el acetonitrilo y se elimina del proceso, mientras que el acetonitrilo recuperado se recicla en el proceso.
- 35 14. El proceso de la reivindicación 13, en el que el producto etanodinitrilo se recupera desde el acetonitrilo en una columna de desorción.
- 40 15. El proceso de la reivindicación 13, en el que el óxido nítrico recuperado se oxida en presencia de un gas que contiene oxígeno para obtener dióxido de nitrógeno, que se hace reaccionar con agua para obtener una columna de ácido nítrico, opcionalmente dicho ácido nítrico reciclado se reutiliza en el proceso.

Figura 1:

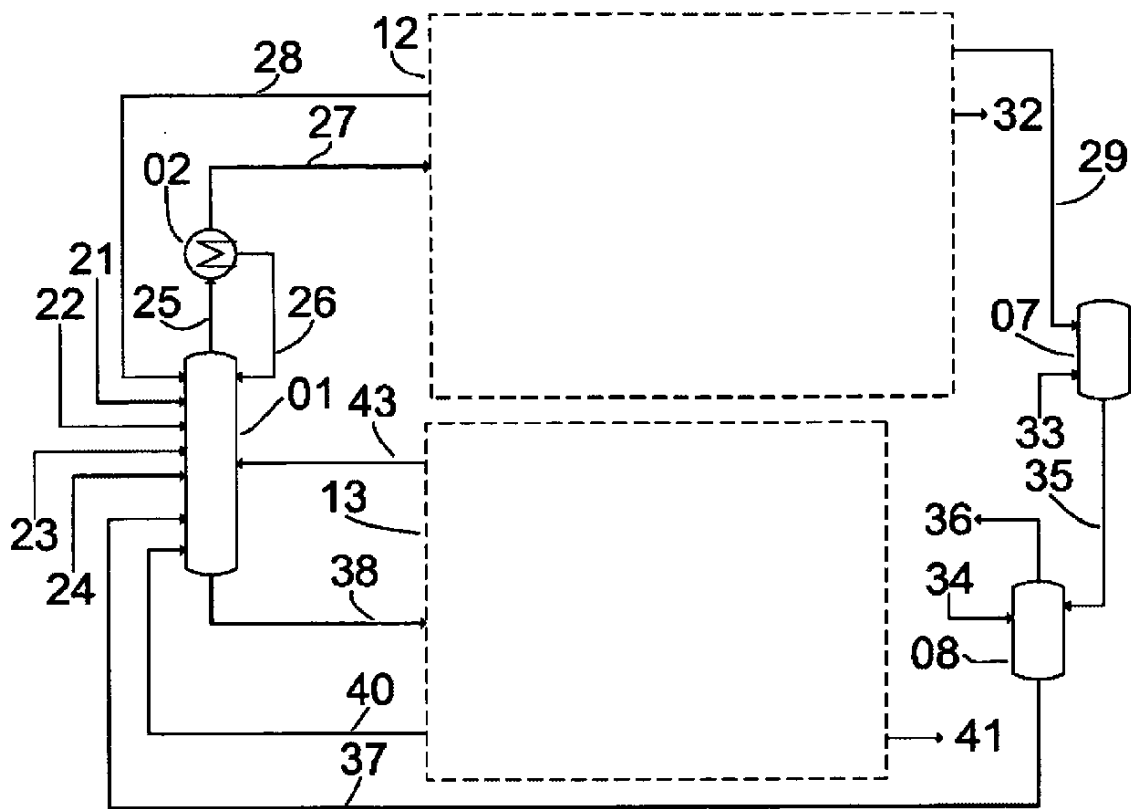


Figura 2:

