

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 522 929**

51 Int. Cl.:

C07D 301/12 (2006.01)

B01D 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.07.2010 E 10734734 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.09.2014 EP 2454245**

54 Título: **Método para separar acetonitrilo de agua**

30 Prioridad:

16.07.2009 US 226116 P

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

19.11.2014

73 Titular/es:

**BASF SE (50.0%)
67056 Ludwigshafen, DE y
THE DOW CHEMICAL COMPANY (50.0%)**

72 Inventor/es:

**TELES, JOAQUIM, HENRIQUE;
GÖBBEL, HANS-GEORG;
BASSLER, PETER;
KAMPE, PHILIP;
GUMLICH, KAI;
BARTOSCH, CHRISTIAN;
MÜLLER, ULRICH;
JACUBINAS, RICHARD;
TRUKHAN, NATALIA;
WEIDENBACH, MEINOLF y
COGSWELL, MARTIN**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 522 929 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

Método para separar acetonitrilo de agua

5 La presente invención se relaciona con un método para la separación de acetonitrilo de agua en donde una corriente S1 que contiene al menos 95% en peso de acetonitrilo y agua con una relación de peso de acetonitrilo:agua de más de 1 es mezclada con una corriente P la cual contiene al menos 95% en peso de C3, siendo C3 propeno o una mezcla de propeno con propano, siendo la relación de peso de propeno:propano, de al menos 7:3. La corriente mixta es sometida entonces a condiciones de temperatura y presión tales que se obtienen dos fases líquidas. La primera mezcla líquida, L1, consiste esencialmente de C3, acetonitrilo y agua. Preferiblemente, el contenido de agua de L1 es 12% en peso como máximo, más preferiblemente en el rango de 1 a 5% en peso. La segunda fase líquida, L2, consiste esencialmente de agua y acetonitrilo y una relación en peso de acetonitrilo:agua de más de 1. Preferiblemente, el contenido en C3 de L2 es 5% en peso como máximo. De acuerdo con la invención, las dos fases líquidas L1 y L2 se separan adecuadamente.

15 De acuerdo con una realización preferida, la presente invención se relaciona con un método en donde la corriente S1 se obtiene a partir de un proceso de oxidación o de una etapa de manipulación corriente abajo de la misma, en particular un proceso de epoxidación o una etapa de manipulación corriente abajo de la misma, y aún más preferiblemente de la epoxidación de propeno con peróxido de hidrógeno en la presencia de acetonitrilo como solvente o de una etapa de manipulación corriente abajo de la misma. En lo que se refiere a esta realización, la presente invención está caracterizada por varias posibilidades de proveer un proceso altamente integrado en tanto se relaciona con el reciclaje de las corrientes obtenidas durante el proceso global. Así, la presente invención en particular se relaciona con un proceso altamente integrado para la producción de óxido de propileno.

20 La WO 01/57009 A1 se relaciona con un proceso para la epoxidación catalítica de olefinas. A partir de la reacción de epoxidación, se obtiene una corriente de gas de salida que contiene óxido de olefina, olefina sin reaccionar y oxígeno. La corriente de gas de salida se pone en contacto con una unidad de absorción con el mismo solvente que se utiliza en la etapa de reacción.

25 La US 6,350,888 B1 se relaciona con proceso para hacer un epóxido, proceso en el cual se obtiene una mezcla de productos de reacción que comprende el epóxido, el diluyente y agua, y posible también reactivos sin convertir. Esta mezcla se pone en contacto con un solvente de extracción de tal manera que se obtengan dos fases líquidas distintas en donde el extracto contiene al menos uno de los solventes de extracción y al menos 10% del epóxido producido en la reacción de epoxidación.

30 La EP 1580 190 A1 divulga un método para oxidar un doble enlace carbono-carbono de un compuesto A, método que comprende, como primera etapa, la oxidación del doble enlace carbono-carbono del compuesto A utilizando un peróxido como agente oxidante en presencia de un catalizador de titanosilicato para obtener una mezcla de reacción de oxidación, como una segunda etapa, la separación del compuesto A a partir de dicha mezcla de reacción, y como una tercera etapa el regreso del compuesto A separado a la primera etapa. Como compuestos A particularmente preferidos, se divulgan compuestos que tienen al menos dos o más grupos funcionales siendo al menos un grupo funcional un doble enlace carbono-carbono. Compuestos especialmente preferidos son dialil éter o alcohol alílico. La separación del solvente es solamente mencionada brevemente en la EP 1580 190 A1. Con referencia a esta separación de solvente, el ejemplo 1 y el ejemplo comparativo 4 de la EP 1580 190 A1 describen la separación a través de destilación fraccionada en donde el dialil éter y el metanol que no han reaccionado se recuperan en el tope de la columna de destilación. El reciclaje del solvente no se menciona en la EP 1580 190 A1.

35 La EP 1 602 651 A1 describe un proceso para producir óxido de propileno, en donde la mezcla de reacción obtenida a partir de la epoxidación, que contiene óxido de propileno, consiste de dos fase diferentes, a saber una capa acuosa y una capa oleosa. Estas fases son separadas subsecuentemente en la capa acuosa y en la capa oleosa. La capa acuosa contenía el solvente usado en la reacción de epoxidación. Al separar la mezcla de reacción en estas capas, el óxido de propileno contenido en la mezcla de reacción fue separado de la capa acuosa hacia la capa oleosa. Por lo tanto, la EP 1 602 651 A1 está estrictamente limitada a procesos en donde la capa oleosa separada de la capa acuosa contiene primariamente el solvente orgánico y el óxido de propileno. Aunque los nitrilos son divulgados generalmente como solventes aceptables, el acetonitrilo se divulga como un solvente que da como resultado una solución de reacción uniforme la cual no fue separable. En este contexto, tiene que anotarse que el ejemplo comparativo 3 de la EP 1 602 651 A1 establece erróneamente que la solución de reacción obtenida fue uniforme y separable lo cual ciertamente debería decir "uniforme y no separable".

40 La EP 2 014 654 A1 describe un método para producir óxido de propileno, en donde una corriente de gas de ventilación la cual es obtenida del reactor en el cual se lleva a cabo la reacción de epoxidación, corriente de gas de ventilación que contiene compuestos reciclables tales como propileno u óxido de propileno, se pone en contacto con un solvente que contiene un nitrilo. Por absorción en este solvente, el compuesto reciclable puede ser recuperado. Adicionalmente, la EP 2 014 654 A1 divulga que, si se usa un solvente mezclado tal como acetonitrilo y agua y se utiliza agua como solvente en la reacción de epoxidación, una porción del nitrilo que va a ser empleado en el

- proceso de absorción puede ser recuperada a partir de la mezcla nitrilo/agua. Métodos explícitos para recuperar dicha porción del solvente nitrilo, divulgados en EP 2 014 654 A1, son el uso de un tamiz molecular o zeolita como agente de adsorción, o destilación. En la Figura 2 se describe un proceso en donde la recuperación del solvente abarca una destilación en donde, en el tope de la columna, se obtienen acetonitrilo y agua, en donde está mezcla gaseosa es sometida subsecuentemente a una etapa de oscilación de presión de donde se obtiene agua con un contenido de acetonitrilo de menos de 1% en peso, y acetonitrilo con un contenido de agua de menos de 1% en peso.
- 5 En general, es un objetivo de la presente invención proveer un método novedoso para separar acetonitrilo de agua.
- 10 Fue un objetivo adicional de la presente invención proveer una etapa de manipulación eficiente en la producción de óxido de propileno en donde se utiliza acetonitrilo como solvente y se usa peróxido de hidrógeno como agente oxidante para la epoxidación de propeno.
- Fue un objetivo adicional de la presente invención proveer un método altamente económico para la producción de óxido de propileno en donde se utiliza acetonitrilo como solvente y se usa peróxido de hidrógeno como agente oxidante para la epoxidación de propeno.
- 15 La presente invención se relaciona con un método para separar acetonitrilo de agua, que comprende
- (i) proveer una corriente S1 que contiene al menos 95% en peso, con base en el peso total de S1, acetonitrilo y agua, en donde la relación de peso de acetonitrilo:agua es mayor de 1;
- (ii) agregar una corriente P, que comprende al menos 95% en peso de C3, con base en el peso total de la corriente P, a S1 para obtener una corriente mixta S2, siendo C3 propeno mezclado opcionalmente con propano con una relación en peso mínima de propeno:propano de 7:3;
- 20 (iii) someter S2 a una temperatura de 92°C como máximo y a una presión de al menos 10 bar, obteniéndose una primera fase líquida L1 que consiste esencialmente de C3, acetonitrilo y agua, y una segunda fase líquida L2 que consiste esencialmente de agua y acetonitrilo en donde la relación en peso de acetonitrilo:agua en L2 es menor de 1;
- 25 (iv) separar L1 de L2.
- En general, es concebible mezclar una corriente gaseosa S1 y una corriente gaseosa P, o una corriente líquida S1 y una corriente gaseosa P, o una corriente gaseosa S1 y una corriente líquida P, o una corriente líquida S1 y una corriente líquida P. Se prefiere que en (ii), una corriente líquida P sea agregada a una corriente líquida S1.
- 30 De acuerdo con la presente invención, al menos 95% en peso de la corriente S1 consiste de acetonitrilo y agua, en donde la relación de peso de acetonitrilo:agua es mayor que 1. Preferiblemente, al menos 96% en peso, más preferiblemente al menos 97%, más preferiblemente al menos 98% en peso, y más preferiblemente al menos 99% en peso de la corriente S1 consiste de acetonitrilo y agua, en donde la relación de peso de acetonitrilo:agua es mayor que 1.
- 35 En lo que se relaciona con esta relación en peso de acetonitrilo:agua, las relaciones preferidas son al menos 1.5:1, relaciones aún más preferidas al menos 2:1. En particular, S1 contiene de 60 a 85% en peso, preferiblemente de 65 a 80% en peso, más preferiblemente de 70 a 80% en peso de acetonitrilo, y de 10 a 35% en peso, preferiblemente de 15 a 30% en peso, más preferiblemente de 15 a 25% en peso de agua, en cada caso con base en el peso total de S1. Por lo tanto, de acuerdo con una realización particularmente preferida de la presente invención, al menos 99% en peso de la corriente S1 consiste de acetonitrilo y agua, y S1 contiene de 70 a 80% en peso de acetonitrilo y de 15 a 25% en peso de agua.
- 40 De acuerdo con una realización específica de la presente invención, la corriente S1 comprende al menos un glicol, preferiblemente al menos un propilen glicol, tal como monopropilen glicol, denominado como propilen glicol, y/o dipropilen glicol, y/o tripropilen glicol. En particular, S1 comprende el al menos un glicol, preferiblemente el al menos un propilen glicol, si S1 es obtenido a partir de un proceso de epoxidación en donde se hace reaccionar propileno con peróxido de hidrógeno en la presencia de acetonitrilo como solvente. Preferiblemente, S1 contiene el al menos un glicol, preferiblemente el al menos un propilen glicol el cual es seleccionado preferiblemente del grupo consistente de propilen glicol, dipropilen glicol, tripropilen glicol, y una mezcla de dos o tres de los mismos, en una cantidad de 1% en peso o menos.
- 45 De acuerdo con (ii), una corriente P que comprende C3, preferiblemente una corriente líquida P, es agregada a S1.
- 50 En general, al menos 95% en peso de la corriente P consiste de propeno o una mezcla de propeno con propano. Si P contiene tal mezcla de propeno y propano, la relación en peso de propeno:propano será al menos 7:3. Por lo tanto, las corrientes de propeno pueden ser empleadas como P o C3 las cuales tienen contenidos variables de propano. Por ejemplo, el propeno comercialmente disponible puede ser empelado como P o C3 lo cual puede ser

bien sea un propeno grado polimérico o un propeno grado químico. Típicamente, el propeno grado polimérico tendrá un contenido de propeno de 99 a 99.8% en peso y un contenido de propano de 0.2 a 1% en peso. El propeno grado químico típicamente tendrá un contenido de propeno de 92 a 98% en peso y un contenido de propano de 2 a 8% en peso. De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, se emplea una corriente P, consistiendo al menos el 95% en peso de la misma de C3, en donde C3 es una mezcla de propeno y propano y el contenido de C3 con respecto a propeno está en el rango de desde 92 a 98% en peso, preferiblemente en el rango que va desde 94 a 97% en peso, y el contenido de C3 con respecto a propano está en el rango que va de 2 a 8% en peso, preferiblemente en el rango que va de 3 a 6% en peso.

En general, se agrega P a S1 en (ii) en una cantidad tal que la relación en peso de C3:acetonitrilo en S2 está en el rango que va de 0.2:1 a 5:1. De acuerdo con realizaciones preferidas de la presente invención, P se agrega a S1 en (ii) en una cantidad de tal forma que la relación de peso de C3:acetonitrilo en S2 está en el rango que va de 0.5:1 a 2:1, más preferiblemente en el rango que va de 1.0:1 a 1.5:1.

De acuerdo con la presente invención, la corriente S2 está sometida en (iii) a condiciones de temperatura y presión de tal forma que se obtienen dos fases líquidas L1 y L2. Se encontró que es beneficioso para la ruptura entre estas fase L1 y L2 someter la corriente S2 a una temperatura tan baja como sea posible con la condición de que la temperatura sea adecuada; por ejemplo, la temperatura no debe ser tan baja que se pueda formar una fase sólida tal como hielo. Típicamente, S2 será llevado a una temperatura de 92° C como máximo. De acuerdo con la presente invención, se prefiere llevar S2 a una temperatura en el rango que va de 5 a 90°C, preferiblemente de 10 a 80°C, más preferiblemente de 15 a 70°C, más preferiblemente de 20 a 60°C, y más preferiblemente de 25 a 45°C. De acuerdo con lo anterior, S2 típicamente es sometido a una presión de al menos 10 bar de tal manera que S2 estará presente esencial o completamente en su forma líquida. El término "esencialmente en su forma líquida" tal como se utiliza en el contexto de la presente invención se relaciona con una realización de acuerdo con la cual al menos 95% en peso, más preferiblemente al menos 99% en peso y más preferiblemente al menos 99.9% en peso de S2 está presente en forma líquida después de ser sometido a las temperaturas y presiones antes mencionadas. De acuerdo con la presente invención, se prefiere someter S2 a una presión de al menos 15 bar, más preferiblemente a una presión en el rango de 15 a 50 bar, más preferiblemente de 15 a 40 bar, más preferiblemente de 15 a 30 bar, y más preferiblemente de 15 a 25 bar.

El llevar S2 a la temperatura antes mencionada puede lograrse por cualquier método adecuado. De acuerdo con la presente invención, se prefiere utilizar uno o más medios de transferencia de calor adecuados, por ejemplo agua, en un aparato adecuado, por ejemplo un intercambiador de calor de carcasa y tubo.

El someter S2 a la presión antes mencionada puede lograrse mediante cualquier método adecuado. De acuerdo con la presente invención, se prefiere utilizar una bomba adecuada, por ejemplo, una bomba centrífuga o una bomba radial.

De acuerdo con la presente invención, las temperaturas y presiones tal como se describieron anteriormente permiten la existencia de dos fases líquidas distintas L1 y L2. De acuerdo con (iv), las dos fases líquidas distintas L1 y L2 están separadas adecuadamente una de otra. En general, para esta separación de las dos fases líquidas, puede aplicarse cualquier método concebible. Aparatos posibles utilizados para la separación de L1 de L2 son, por ejemplo, decantadores por gravedad, decantadores con ayudas coalescentes tales como weirs, separador de placas inclinadas, equipos de coalescencia tales como, por ejemplo, mats, lechos, capas de sólidos porosos o fibrosos, o membranas, equipos mezcladores decantadores por etapas, hidrociclones, centrifugas, columnas adecuadas con o sin entrada de energía. En general, es concebible un modo por lotes o modo continuo. Preferiblemente, se emplea un decantador por gravedad tal como un decantador por gravedad horizontal. Aún más preferiblemente, se emplea un decantador por gravedad horizontal. Se encontró que debido a la diferencia considerable en densidad y bajas viscosidades alcanzadas para las fases líquidas L1 y L2 de acuerdo con el método de la invención, puede emplearse el decantador por gravedad, uno de los aparatos más simples.

De acuerdo con una modalidad de la presente invención, puede agregarse al menos un agente mejorador de la separación en fase líquida, tal como al menos un antiemulsificante, desemulsificante o agente para la ruptura de la emulsión. En general, es posible agregar dicho agente mejorador de la separación en fase líquida a S1 en (i) o a S2 (ii) o a S1 (i) y a S2 (ii). La cantidad de agente mejorador de la separación de fases líquidas agregada es preferiblemente como máximo 1% con peso con base en el peso total de S1 y/o S2. Típicamente, la cantidad será menor de 1% en peso tal como, por ejemplo, por debajo de 0.5% en peso o debajo de 0.1% en peso. Los agentes adecuados serán conocidos por la persona experimentada. Se hace referencia, por ejemplo, a K.J. Lissant, Making and Breaking Emulsions, Res. Lab., Petrolite Corp., St. Louis, Missouri, Estados Unidos, en: K.J. Lissant (ed.), Emulsion Technology (1974), chapter 2, pp 111-124, Dekker, New York; y S. E. Taylor, Chem. Ind. (1992), pp 770-773.

De acuerdo con otra realización de la presente invención, la separación de L1 de L2 se lleva a cabo sin la adición de tal agente mejorador de la separación en fase líquida adicional.

A partir del proceso de la presente invención, se obtiene una fase líquida L1 la cual esencialmente consiste de C3, acetonitrilo y agua. El término "esencialmente consiste de C3, acetonitrilo y agua" tal como se utiliza en el contexto de la presente invención se refiere a una fase líquida L1 en donde al menos 90% en peso de L1 consiste de C3, acetonitrilo y agua.

- 5 De acuerdo con una realización preferida, al menos 95% en peso, más preferiblemente al menos 98% en peso y todavía más preferiblemente al menos 99% en peso de L1 consiste de C3, acetonitrilo y agua, en donde el contenido de agua de L1 es menor de 10% en peso, preferiblemente 9% en peso, máximo, más preferiblemente 5% en peso, máximo, con base en el peso total de L1. Más preferiblemente, el contenido de agua de L1 está en el rango de 1 a 9% en peso, más preferiblemente en el rango de 1 a 5% en peso, con base en el peso total de L1.
- 10 En general, la fase líquida L1 puede ser utilizada en cualquier proceso adecuado. De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, la fase líquida L1 puede ser empleada como corriente la cual se hace pasar a una reacción de oxidación en donde se utiliza acetonitrilo como solvente y en donde se oxida propeno. Todavía más preferiblemente, la fase líquida L1 puede ser empleada como corriente la cual se hace pasar a una reacción de epoxidación en donde se utiliza acetonitrilo como solvente y en donde se oxida propeno mediante peróxido de hidrógeno para obtener óxido de propileno.
- 15

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, la fase líquida L1, antes de ser empleada en un proceso adecuado, es sometida a al menos una etapa de separación adicional. Preferiblemente, esta al menos una etapa de separación adicional sirve para separar C3, preferiblemente una porción de C3, del acetonitrilo.

- 20 Un método concebible, por ejemplo, es la evaporación de la fase líquida L1 por descompresión a una presión adecuada. Preferiblemente, la temperatura de la fase líquida se mantiene esencialmente constante durante la descompresión. Mediante esta descompresión, se obtiene C3 en forma gaseosa. Después de esto, es posible reciclar al menos una porción de esta corriente C3 gaseosa, después de una compresión adecuada para obtener una corriente de líquido, como al menos una porción de la corriente P (ii) del proceso de la invención.

- 25 Un método preferido para dicha separación de C3 del acetonitrilo en la al menos una etapa de separación adicional comprende someter la fase líquida L1 a una etapa de destilación. Preferiblemente, la destilación se lleva a cabo de una manera adecuada de tal forma que se obtiene la corriente TL1 la cual contiene al menos 90% en peso, preferiblemente al menos 95% en peso de C3, con base en el peso total de TL1.

- 30 También se prefiere para dicha separación que una corriente BL1 se obtiene con 95% en peso, preferiblemente al menos 98% en peso el cual consiste de C3, acetonitrilo y agua, en donde el contenido en C3 de BL1 está en el rango de 7 a 18% en peso, preferiblemente de 10 a 15% en peso, en cada caso con base en el peso total de BL1.

- En general, esta destilación de L1 puede llevarse a cabo de acuerdo con cualquier método adecuado. Por ejemplo, pueden emplearse una, dos o más torres de destilación dado que se obtienen las corrientes TL1 y BL1 antes mencionadas. Preferiblemente, en dicha etapa de destilación, se emplea una torre de destilación. Más preferiblemente, dicha destilación se lleva a cabo a un punto de rocío en el tope de dicha torre de destilación de al menos 40°C, preferiblemente en el rango de 40 a 80°C, más preferiblemente en el rango de 40 a 70°C. Típicamente, el número de platos teóricos están en el rango de 10 a 20. Las relaciones de reflujo típicas están en el rango de 0.01 a 0.2, tales como, por ejemplo, de 0.05 a 0.15.
- 35

- Mientras que es en general posible usar la fase líquida L1 como tal, tal como se describió anteriormente, es una realización especialmente preferida de la invención someter L1 a la etapa de separación antes mencionada, preferiblemente a la etapa de destilación antes mencionada. Se encontró que combinar la separación de la invención de L1 de L2 y la separación de corriente de TL1 de BL1 permite un diseño altamente integrado al proceso de la presente invención. Por otro lado, la corriente TL1 es especialmente adecuada para ser reciclada en (ii) del proceso de la invención como al menos una porción de P. Además de al menos una porción de TL1, se agrega adicionalmente C3 a S1, pudiendo esta fuente adicional de C3 ser escogida adecuadamente. Por ejemplo, puede agregarse C3 adicional como propeno fresco, por ejemplo como propeno de grado químico que contiene aproximadamente 95% en peso de propeno y aproximadamente 5% en peso de propano; ciertamente, todas las otras fuentes adecuadas de C3 adicional son concebibles, tales como, por ejemplo, una corriente de C3 obtenida de un suministrador en un sitio Verbund o similar. Adicionalmente, se ha encontrado que cuanto más C3 se recicla hacia (ii) a través de TL1, más efectiva es la separación de fase de acuerdo con (ii) a (iv) de los trabajos del proceso de la invención en términos de completar una separación de S1 tanto como sea posible. Por lo tanto, se prefiere que al menos una porción de TL1, preferiblemente toda la TL1 sea reciclada en (ii). Además, en particular en tanto se refiere a una realización preferida adicional de la presente invención de acuerdo con la cual S1 se obtiene corriente abajo en una reacción de oxidación en donde se hace reaccionar preferiblemente propeno con peróxido de hidrógeno en la presencia de acetonitrilo como solvente, la corriente BL1 tiene una composición ideal que permite un reciclaje directo, sin ningún otro tratamiento intermedio, a la reacción de epoxidación.
- 40
- 45
- 50
- 55

Adicionalmente, a partir del proceso de la presente invención, se obtiene una fase líquida L2 la cual esencialmente consiste de agua y acetonitrilo en donde la relación en peso de acetonitrilo:agua en L2 es menor de 1. El término "esencialmente consiste de acetonitrilo y agua" tal como se utiliza en este contexto de la presente invención se refiere a una fase líquida L2 en donde al menos 90% en peso de L2 consiste de acetonitrilo y agua.

5 De acuerdo con una realización preferida, al menos 95% en peso, más preferiblemente al menos 97% en peso y todavía más preferiblemente al menos 98% en peso de L2 consiste de C3, acetonitrilo y agua, en donde el contenido en C3 de L2 es 5% en peso como máximo, preferiblemente 3% en peso como máximo, y más preferiblemente 2% en peso como máximo con base en el peso total de L2. En lo que se refiere al acetonitrilo, el contenido respectivo de
10 L2 es preferiblemente menor de 45% en peso, más preferiblemente en el rango de 10 a 40% en peso, más preferiblemente de 10 a 35% en peso, con base en el peso total de L2.

En general la fase líquida L2 puede ser utilizada en cualquier proceso adecuado. Por ejemplo, es concebible que la fase líquida L2 sea empleada como una corriente que pasa a una reacción de oxidación o a una etapa de manipulación corriente abajo de dicha reacción de oxidación en donde se utiliza acetonitrilo como solvente y en donde se oxida el propeno, tal como una reacción de epoxidación en donde se utiliza acetonitrilo como solvente y en donde el propeno es oxidado por peróxido de hidrógeno para obtener óxido de propileno.
15

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, la fase líquida L2, antes de ser empleada en un proceso adecuado, es sometida a al menos una etapa de separación adicional. Un método preferido para dicha etapa de separación comprende someter la fase líquida L2 a una etapa de destilación. Preferiblemente, la destilación se lleva a cabo de manera adecuada de tal manera que se obtiene una corriente TL2 la cual contiene 75 a 95% en peso, preferiblemente de 80 a 85% en peso de acetonitrilo, con base en el peso total de TL2.
20

En general, la destilación de L2 puede llevarse a cabo en una, dos o más torres de destilación. Si esta destilación se lleva a cabo en una torre de destilación, el punto de rocío en la parte superior de dicha torre de destilación es típicamente al menos 40°C, preferiblemente en el rango que va de 40 a 80°C, más preferiblemente en el rango que va de 40 a 65°C. Típicamente, el número de platos teóricos está en el rango de 10 a 25. Las relaciones de reflujo típicas están en el rango de 0.5 a 3. Mediante tal proceso, la corriente TL2 se obtiene como corriente superior de la torre de destilación. La corriente de fondos respectiva, BL2, está de preferencia esencialmente libre de acetonitrilo. En este contexto, el término "en esencia libre de acetonitrilo" se refiere a una realización de acuerdo con la cual el contenido de acetonitrilo de BL2 es 500 ppm en peso como máximo, preferiblemente 300 ppm en peso como máximo, más preferiblemente 100 ppm en peso como máximo, con base en el peso total de BL2.
25

De manera sorprendente, se ha encontrado que es posible someter la fase líquida L2 a una etapa de destilación especialmente diseñada la cual permite un proceso de destilación altamente integrado con calor. Así, se encontró que la separación de L2 se lleva a cabo ventajosamente utilizando un proceso de destilación de dos presiones, en donde en una primera torre de destilación, la destilación se lleva a cabo a una presión superior la cual es mayor que la presión superior de una segunda torre de destilación acoplada con dicha primera torre de destilación, en donde el condensador utilizado para condensar la corriente superior de la primera torre de destilación se utiliza simultáneamente como vaporizador de la segunda torre de destilación.
30
35

De acuerdo con esta realización preferida, la corriente líquida L2 es introducida preferiblemente en dicha primera torre de destilación a partir de la cual se obtienen una primera corriente de fondos y una primera corriente superior. Preferiblemente, dicha primera torre de destilación es operada a condiciones que permiten la obtención de una corriente superior de vapor de VTL2 la cual contiene de 50 a 70% en peso, preferiblemente de 55 a 65% en peso de acetonitrilo, con base en el peso total de VTL2. Típicamente, dicha primera torre de destilación es operada a presiones en la parte superior de la torre en el rango que va de 10 a 20 bar, preferiblemente de 10 a 15 bar. En general, la primera torre de destilación tiene de 10 a 25, preferiblemente de 15 a 20 platos teóricos. En general, la relación de reflujo de dicha primera torre de destilación está en el rango de 0.25 a 2, preferiblemente de 0.25 a 1. La corriente de fondos respectiva obtenida a partir de la primera torre de destilación esta de manera preferible esencialmente libre de acetonitrilo. En este contexto, el término "esencialmente libre de acetonitrilo" se refiere a una realización de acuerdo con la cual el contenido de acetonitrilo de la corriente de fondos de la primera torre de destilación es de 500 ppm en peso como máximo, preferiblemente 300 ppm en peso como máximo, más preferiblemente 100 ppm en peso como máximo, con base en el peso total de la corriente de fondos de la primera torre de destilación. En lo que sigue, dicha corriente de fondos obtenida a partir de dicha primera torre de destilación, mezclada opcionalmente con la corriente de fondos obtenida de la segunda torre de destilación como se describe de aquí en adelante, se denomina como corriente BL2.
40
45
50

En el contexto del proceso de destilación a dos presiones, al menos una porción de, preferiblemente toda la VTL2 se condensa de manera adecuada, y esta corriente condensada es introducida en la segunda torre de destilación a partir de la cual se obtienen una segunda corriente de fondos y una segunda corriente superior. Preferiblemente, dicha segunda torre de destilación es operada a condiciones que permiten obtener una corriente superior TL2 la cual contiene de 75 a 95% en peso, preferiblemente de 80 a 85% en peso de acetonitrilo, con base en el peso total de TL2. Típicamente, dicha segunda torre de destilación es operada a presiones en la parte superior de la torre en el
55

5 rango que va de 1 a 5 bar, preferiblemente de 1 a 2 bar. En general, la segunda torre de destilación tiene de 8 a 20, preferiblemente de 10 a 15 platos teóricos. En general, la relación de reflujo de dicha segunda torre de destilación está en el rango de 0.5 a 5, preferiblemente de 1 a 3. La corriente de fondos respectiva obtenida de la segunda torre de destilación esta de preferencia esencialmente libre de acetonitrilo. En este contexto, el término "esencialmente libre de acetonitrilo" se refiere a una realización de acuerdo con la cual el contenido de acetonitrilo de la corriente de fondos de la segunda torre de destilación es de 500 ppm en peso como máximo, preferiblemente de 300 ppm en peso como máximo, más preferiblemente de 100 ppm en peso como máximo, con base en el peso total de la corriente de fondos de la segunda torre de destilación.

10 Preferiblemente, la TL2 obtenida a partir de la respectiva torre de destilación es al menos parcialmente, preferiblemente de forma completa reciclada dentro del proceso de la invención. Más preferiblemente, TL2 es combinada bien sea con S1 o con S2 o con P.

15 Si la corriente S1 contiene el al menos un propilen glicol, como se describió anteriormente, la corriente BL2 obtenida a partir de dicha destilación contiene preferiblemente el al menos un propilen glicol en una cantidad que va de 1 a 5% en peso, más preferiblemente en una cantidad que va de 2 a 5% en peso, con base en el peso total de BL2, mientras que la corriente TL2 esta esencialmente libre de el al menos un propilen glicol. En este contexto de la presente invención, el término "TL2 está esencialmente libre del al menos un propilen glicol" se refiere a una realización de acuerdo con la cual el contenido de TL2 en relación con el al menos un propilen glicol es 500 ppm en peso como máximo. TL2 está esencialmente libre de la al menos un propilen glicol, preferiblemente 200 ppm en peso como máximo.

20 Si BL2 contiene o no contiene esencialmente propilen glicol, se prefiere que pase el BL2 directamente a una planta de tratamiento de aguas residuales adecuada tal como, por ejemplo, una planta de tratamiento de aguas residuales biológica. Se ha encontrado que no se requiere un tratamiento específico para el agua residual producida por el proceso de la invención, haciendo el proceso aún más eficiente en costes y amigable ambientalmente.

25 Si BL2 contiene el al menos un propilen glicol en cantidades significativas, tal como en una cantidad que va de 1 a 5% en peso, más preferiblemente en una cantidad que va de 2 a 5% en peso, con base en el peso total de BL2, puede ser una realización preferida de la presente invención pasar BL2 a una etapa de separación de propilen glicol adecuada en donde el al menos un propilen glicol es separado de manera adecuada del agua y/o en donde dos o más propilen glicoles diferentes son separados uno de otro. Este proceso para la separación de el al menos un propilen glicol de BL2 puede llevarse a cabo, por ejemplo, evaporando la mezcla en al menos dos, preferiblemente tres etapas de evaporación y/o destilación, preferiblemente tres etapas de evaporación, y disminuyendo las presiones de operación, preferiblemente en los rangos de 1.5 a 5.5 bar a una temperatura de 111 a 155°C, seguida por 1.3 a 5.0 bar a una temperatura de 107 a 152°C, seguida a su vez por 0.7 a 4.0 bar y a una temperatura de 90 a 144°C, obteniendo así la mezcla BL2' y la mezcla BL2''; y separando la mezcla BL2' en al menos una etapa de destilación adicional, obteniéndose una mezcla BL2-I que comprende al menos 70% en peso de agua y una mezcla de BL2-II que comprende menos de 30% de agua. Se prefiere especialmente separar adicionalmente la mezcla BL2'' en una mezcla BL2-Ia que comprende al menos 90% en peso de agua y una mezcla BL2-Ib que comprende menos de 95% en peso de agua por medio de ósmosis reversa. De acuerdo con una realización preferida, el al menos un propilen glicol es separado de la mezcla BL2-II, preferiblemente mezclado con la mezcla BL2-Ib, en al menos una etapa de destilación adicional. De acuerdo con una realización todavía adicionalmente preferida, las mezclas BL2'' y BL2-I son combinadas y separadas adicionalmente en la mezcla BL2-Ia que comprende al menos 90% en peso de agua y la mezcla BL2-Ib que comprende al menos de 95% en peso de agua por medio de ósmosis reversa.

Por lo tanto, la presente invención también se relaciona con un método como se describió anteriormente en donde

45 (aa) L2 es introducido en la primera torre de destilación a partir de la cual se obtiene una corriente de vapor superior VTL2 que contiene desde 50 a 70% en peso de acetonitrilo, con base en el peso total de la corriente superior VTL2, siendo llevada la destilación preferiblemente a una presión superior que va de 10 a 20 bar, y

(bb) condensar al menos parcialmente VTL2 obtenido (aa) e introducir la corriente condensada en la segunda torre de destilación de la cual se obtiene TL2 como corriente superior, siendo llevada a cabo la destilación preferiblemente a una presión superior que va de 1 a 5 bar,

50 en donde el condensador utilizado para condensar VTL2 es usado simultáneamente como vaporizador de la segunda torre de destilación.

Se encontró sorprendentemente este concepto en donde la mayor parte del agua es separada bajo presión en una primera torre y en donde una corriente de vapor comparativamente pequeña es destilada a presiones inferiores. En total, este concepto lleva a una demanda menor de energía del problema de separación.

55 De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, la corriente S1 sometida al proceso de la presente invención es provista por un proceso de oxidación o una etapa de manipulación corriente abajo de la

5 misma. Más preferiblemente, la corriente S1 es obtenida a partir de un proceso de epoxidación o una etapa de manipulación corriente abajo de la misma. Más preferiblemente, la corriente S1 es obtenida a partir de la epoxidación de propeno o de una etapa de manipulación de la misma. Más preferiblemente, la corriente S1 es obtenida de la epoxidación de propeno en donde se usa peróxido de hidrógeno como agente oxidante, o una etapa de manipulación de la misma. Incluso más preferiblemente, la corriente S1 es obtenida de la epoxidación de propeno en la presencia de acetonitrilo como solvente en donde se usa peróxido de hidrógeno como agente oxidante, o una etapa de manipulación corriente abajo de la misma. Lo más preferiblemente, la corriente S1 es obtenida a partir de una etapa de manipulación de la epoxidación de propeno en la presencia de acetonitrilo como solvente en donde se utiliza peróxido de hidrógeno como agente oxidante. Por lo tanto, de acuerdo con estas realizaciones preferidas, el método para separar acetonitrilo y agua, como se describió anteriormente, puede ser visto como una etapa de manipulación específica de dicho proceso de oxidación, en particular de dicho proceso de oxidación. Por lo tanto, la presente invención también se relaciona con un proceso de oxidación, preferiblemente un proceso de epoxidación, más preferiblemente un proceso para la producción de óxido de propileno, más preferiblemente un proceso para la producción de óxido de propileno en la presencia de acetonitrilo como solvente, más preferiblemente un proceso para la producción de óxido de propileno en donde el propeno se hace reaccionar con peróxido de hidrógeno en la presencia de acetonitrilo como solvente, todavía más preferiblemente un proceso altamente integrado para la producción de óxido de propileno en donde se hace reaccionar propeno con peróxido de hidrógeno en la presencia de acetonitrilo como solvente, comprendiendo dicho proceso el método antes descrito para separar acetonitrilo de agua o cualquier realización preferida de este método para separar acetonitrilo de agua.

20 De acuerdo con una realización preferida, en dicho proceso de epoxidación, el propeno se hace reaccionar con peróxido de hidrógeno en un aparato de reacción en la presencia de acetonitrilo como solvente, de donde se obtiene una corriente S0 que sale del aparato de reacción, conteniendo la S0 acetonitrilo, agua, óxido de propileno y opcionalmente propeno sin reaccionar, oxígeno, y adicionalmente de manera opcional propano. En particular, la corriente S0 contiene propano si se usa propeno como material de partida para la reacción de epoxidación contenida en una mezcla la cual, la relación en peso de propeno:propano será al menos 7:3. Por ejemplo, el propeno comercialmente disponible puede ser empleado de forma que puede ser un polímero de grado polimérico o un propeno de grado químico. Típicamente, el propeno de grado polimérico tendrá un contenido de propeno de 99 a 99.8% en peso y un contenido de propano de 0.2 a 1% en peso. El propeno de grado químico tendrá típicamente un contenido de propeno de 92 a 98% en peso y un contenido de propano de 2 a 8% en peso. De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, una mezcla de propeno y propano es sometida a epoxidación la cual tiene un contenido de propeno en el rango de 92 a 98% en peso, preferiblemente en el rango de 94 a 97% en peso, y un contenido de propano en el rango de 2 a 8% en peso, preferiblemente en el rango de 3 a 6% en peso.

Por lo tanto, la presente invención también se relaciona con el método como se describió anteriormente, en donde de acuerdo con (i), S1 es provisto por un proceso que comprende

35 (a) hacer reaccionar propeno, opcionalmente mezclado con propano, con peróxido de hidrógeno en un aparato de reacción en la presencia de acetonitrilo como solvente, obteniéndose una corriente S0 que sale del aparato de reacción, conteniendo S0 acetonitrilo, agua, óxido de propileno y opcionalmente propeno sin reaccionar, oxígeno y opcionalmente de forma adicional propano.

40 De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, la reacción (a) se lleva a cabo en la presencia de al menos un catalizador adecuado, preferiblemente en la presencia de al menos un catalizador heterogéneo adecuado. Aún más preferiblemente, el al menos un catalizador adecuado comprende al menos una zeolita. Puede hacerse mención específica de zeolitas que contienen titanio, germanio, telurio, vanadio, cromo, niobio, zirconio que tienen una estructura de pentasil zeolita, en particular los tipos que pueden ser asignados por cristalografía de rayos X a las estructuras ABW, ACO, AEI, AEL, AEN, AET, AFG, AFI, AFN, AFO, AFR, AFS, AFT, AFX, AFY, AHT, ANA, APC, APD, AST, ASV, ATN, ATO, ATS, ATT, ATV, AWO, AWW, BCT, BEA, BEC, BIK, BOG, BPH, BRE, CAN, CAS, CDO, CFI, CGF, CGS, CHA, CHI, CLO, CON, CZP, DAC, DDR, DFO, DFT, DOH, DON, EAB, EDI, EMT, EPI, ERI, ESV, ETR, EUO, FAU, FER, FRA, GIS, GIU, GME, GON, GOO, HEU, IFR, ISV, ITE, ITH, ITW, IWR, IWW, JBW, KFI, LAU, LEV, LIO, LOS, LOV, LTA, LTL, LTN, MAR, MAZ, MEI, MEL, MEP, MER, MMFI, MFS, MON, MOR, MSO, MTF, MTN, MTT, MTW, MWW, NAB, NAT, NEES, NON, NPO, OBW, OFF, OSI, OSO, PAR, PAU, PHI, PON, RHO, RON, RRO, RSN, RTE, RTH, RUT, RWR, RWY, SAO, SAS, SAT, SAV, SBE, SBS, SBT, SFE, SFF, SFG, SFH, SFN, SFO, SGT, SOD, SSY, STF, STI, STT, TER, THO, TON, TSC, UEI, UFI, UOZ, USI, UTL, VET, VFI, VNI, VSV, WEI, WEN, YUG y ZON, y estructuras mixtas de dos o más de las estructuras antes mencionadas. Para los propósitos de la presente invención, se da preferencia al uso de zeolitas de Ti que tienen una estructura MFI, una estructura MEL, y una estructura mixta MFI/MEL o una estructura MWW. Se da preferencia particular al uso de catalizadores de zeolita de la estructura Ti-MWW. El catalizador, especialmente de manera preferible los catalizadores de zeolita de titanio y todavía más preferiblemente los catalizadores que tienen estructura Ti-MWW, pueden ser empleados como polvos, como gránulos, como microsferas, como cuerpos conformados que tienen, por ejemplo, la forma de pellas, cilindros, ruedas, estrellas, esferas y así sucesivamente, o como extrudidos tales como extrudidos que tienen, por ejemplo, una longitud de 1 a 10, más preferiblemente de 1 a 7 y todavía más preferiblemente de 1 a 5 mm, y un diámetro de 0.1 a 5, más preferiblemente de 0.2 a 4 y especialmente de manera preferible de 0.5 a 2 mm. La

preparación de tales catalizadores preferidos está descrita, por ejemplo, en US 2007043226 A1, en particular en los ejemplos 3 y 5 de US 2007043226 A1.

5 En general, la reacción (a) puede ser llevada a cabo de cualquier manera apropiada. Así, por ejemplo, puede llevarse a cabo en un reactor por lotes o en al menos un reactor operado de manera semicontinua o en al menos un reactor operado de manera continua. En particular, el modo continuo de operación es preferido. En esta realización particularmente preferida, la reacción se lleva a cabo preferiblemente a -10 hasta 120°C, más preferiblemente de 30 a 90°C y particularmente de manera preferida de 30 a 65°C. Típicamente, la temperatura a la cual se lleva a cabo la reacción no se mantiene constante sino que continuamente o por etapas es ajustada para permitir una conversión constante de peróxido de hidrógeno según se determina en la corriente S0 que sale del reactor en el cual se lleva a cabo la epoxidación. Si la epoxidación se lleva a cabo en al menos un reactor operado de manera continua tal como un reactor de tubo o un reactor de haz de tubos el cual contiene al menos una camisa de enfriamiento que rodea el al menos un tubo, el término "temperatura de reacción" tal como se utiliza aquí se refiere a la temperatura del medio de enfriamiento cuando entra a la camisa de enfriamiento. En general, debido a la desactivación del catalizador, la temperatura de reacción se incrementa de manera continua o por etapas. Típicamente, la temperatura de reacción se incrementa de manera continua o por etapas de 1°C/día como máximo. La conversión preferida de peróxido de hidrógeno es al menos 80%, más preferiblemente al menos 85%. Al principio de una determinación de la conversión de peróxido de hidrógeno preferida esta descrito en US 7,351,587 B2, en particular en los Ejemplo 1, 2 y 3 de US 7, 351,587 B2. Las presiones en el al menos un reactor están generalmente en el rango de 3 a 100 bar, preferiblemente de 15 a 45 bar. En realizaciones particularmente preferidas del proceso de la presente invención, la reacción se lleva a cabo a temperaturas y presiones a las cuales la mezcla de reacción es líquida y no hay presente fase gaseosa en el al menos un reactor. La relación molar de propeno:peróxido de hidrógeno con respecto a los materiales de partida pasados hacia el al menos un reactor en el cual se lleva a cabo la epoxidación está típicamente en el rango que va de 0.9:1 a 3.0:1, con un rango que va de 0.98:1 a 1.6:1 como preferido y un rango que va de 1.0 a 1.5 como especialmente preferido. La cantidad de acetonitrilo pasada hacia el al menos un reactor se ajusta de tal manera que la concentración de peróxido de hidrógeno de la corriente global pasada a al menos un reactor en el cual se lleva a cabo la epoxidación está típicamente en el rango de 2 a 20% en peso, preferiblemente de 5 a 12% en peso, con base en el peso total de la corriente global.

De acuerdo con realizaciones especialmente preferidas de acuerdo con la presente invención, la corriente global pasada a al menos un reactor de epoxidación, esto es la alimentación del reactor, contiene desde 50 a 80, preferiblemente de 60 a 70% en peso de acetonitrilo, de 7 a 14, preferiblemente de 8 a 11% en peso de propeno, de 5 a 12, preferiblemente de 6 a 10% en peso de peróxido de hidrógeno, y de 10 a 25, preferiblemente de 12 a 20% en peso de agua.

En una realización de la misma forma preferida del proceso de la presente invención, la reacción del propeno puede ser llevada a cabo en dos o más etapas. Una reacción en dos etapas tiene lugar, por ejemplo, como sigue:

35 (A) se hace reaccionar propeno, opcionalmente mezclado con propano, con peróxido de hidrógeno en la presencia de acetonitrilo como solvente para dar una mezcla que comprende óxido de propileno, oxígeno y peróxido de hidrógeno sin reaccionar, y opcionalmente propano;

(B) el peróxido de hidrógeno sin reaccionar se separa de la mezcla resultante de (A);

40 (C) el peróxido de hidrógeno que ha sido separado de acuerdo con (B) se hace reaccionar con propeno, opcionalmente mezclado con propano.

En cuanto tiene que ver con las condiciones de reacción de epoxidación preferidas de la etapa (A), se hace referencia a la reacción de epoxidación preferida como se discutió anteriormente. El peróxido de hidrógeno puede ser separado de acuerdo con (B) con cualquier método adecuado. El peróxido de hidrógeno es separado preferiblemente por destilación utilizando una o más torres de destilación, preferiblemente una torre de destilación. Esta torre de destilación se opera preferiblemente en condiciones que permiten obtener una corriente superior la cual contiene peróxido de hidrógeno en una cantidad de 100 ppm en peso como máximo, con base en el peso total de la corriente superior, que no contiene preferiblemente de manera esencial peróxido de hidrógeno. Adicionalmente esta torre de destilación es operada preferiblemente en condiciones que permiten obtener una corriente superior que contiene al menos 80%, preferiblemente al menos 90% y los más preferiblemente al menos 95% del óxido de propileno contenido en la alimentación. Típicamente, esta torre de destilación tiene de 15 a 45, preferiblemente de 20 a 40 platos teóricos y se opera a una presión en la parte superior de la torre en un rango que va de 0.5 a 1.2 bar, preferiblemente de 0.7 a 1.1 bar. La relación de reflujo de esta torre de destilación esta típicamente en el rango que va de 0.05 a 0.5, preferiblemente de 0.1 a 0.2. La corriente de fondos obtenida de la torre de destilación (B), que contiene esencialmente todo el peróxido de hidrógeno sin reaccionar de (A) y contiene adicionalmente acetonitrilo, agua y opcionalmente al menos un propileno glicol, pasa a la etapa (C). En cuanto tiene que ver con la etapa (C), se prefiere utilizar un reactor adiabático, preferiblemente un reactor adiabático de eje. Se prefieren condiciones de epoxidación (C) que permitan una conversión de peróxido de hidrógeno a la salida de (C) de al menos 99%, preferiblemente al menos 99.5% con base en el peróxido de hidrógeno alimentado a (A). En (C), se prefiere utilizar

el mismo catalizador que en (A). En lo que se relaciona con el propeno el cual es introducido en el reactor utilizado en (C) se hace referencia al propeno ya discutido aquí anteriormente en el contexto de (a). Así, por ejemplo, puede utilizarse propeno grado químico o propeno grado polimérico, siendo preferido el propeno grado químico. Si las etapas (A) y (C) se utilizan en la presente invención, los reactores preferiblemente se operan de tal manera que la conversión de propeno total, teniendo en cuenta la conversión (A) y la conversión (C), es de al menos 80%, más preferiblemente al menos 85%.

Como se describió aquí anteriormente, una realización preferida de la presente invención incluye la separación de acetonitrilo de C3 en al menos una etapa de separación adicional sometiendo a la fase líquida L1 a una etapa de destilación de la cual se obtiene una corriente TL1 la cual contiene al menos 90% en peso, preferiblemente al menos 95% en peso de C3, con base en el peso total de TL1 y de donde se obtiene una corriente BL1 del 95% en peso, preferiblemente al menos 98% en peso de la cual consiste de C3, acetonitrilo y agua, en donde el contenido de C3 de BL1 está en el rango de 7 a 18% en peso, preferiblemente de 10 a 15% en peso, en cada caso con base en el peso total de BL1. De manera sorprendente, se ha encontrado que la BL1 así obtenida puede ser reciclada en el proceso de epoxidación, lo más preferiblemente sin ninguna manipulación intermedia de BL1, debido a la composición preferida de la corriente global pasada hacia el al menos un reactor de epoxidación y la composición preferida de BL1. Por lo tanto, de acuerdo con una realización preferida, al menos una porción de BL1 tal como se describió aquí anteriormente es reciclada en (a). Por lo tanto, el método de la invención preferido para separar acetonitrilo y agua permita un proceso de epoxidación integrado que incluye las ventajas económicas de reutilizar el solvente acetonitrilo de epoxidación separado del agua en las etapas de manipulación y, adicionalmente, hacer uso adecuado del propeno empleado para dicha separación del solvente acetonitrilo del agua.

En general, es concebible que, aparte de la BL1, se necesita acetonitrilo fresco adicional. Esto puede deberse a las pérdidas de acetonitrilo a través del proceso global. Como acetonitrilo adicional, puede agregarse acetonitrilo esencialmente puro, por ejemplo la corriente BL1 y/o en otro punto o puntos adecuados corriente arriba de la entrada del reactor. También es concebible agregar acetonitrilo crudo tal como un azeótropo de acetonitrilo y agua, que probablemente también contiene impurezas, en donde tal acetonitrilo crudo es obtenible típicamente, por ejemplo, por el proceso de acetonitrilo. En este último caso, sería preferible agregar el acetonitrilo, a saber el acetonitrilo crudo, corriente arriba de la separación de fases.

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, la corriente S0 obtenida de (a), en particular S0 que consiste de la corriente superior obtenida de la torre de destilación utilizada en (B) combinada con el efluente del reactor obtenido de (C) se pasa a una etapa de manipulación corriente abajo adecuada. Preferiblemente, en esta etapa de manipulación corriente abajo, el propeno, el oxígeno y el propano son separados de S0 para obtener una corriente que esencialmente consiste de acetonitrilo, agua y óxido de propileno. Esta etapa de manipulación se denomina como etapa (b) en el contexto de la presente invención.

La separación de acuerdo con la etapa (b) puede ser llevada a cabo por cualquier método adecuado. Lo más preferiblemente, la separación se lleva a cabo por destilación. La separación de acuerdo con la etapa (b) se lleva a cabo preferiblemente en al menos una torre de destilación, más preferiblemente en una torre de destilación. Preferiblemente, esta columna tiene de 10 a 30, más preferiblemente de 15 a 25 platos teóricos. La torre de destilación se opera preferiblemente a una presión superior que va de 0.5 a 1.2 bar, más preferiblemente de 0.7 a 1.1 bar.

Con el fin de facilitar dicha tarea de separación, se encontró que es ventajoso agregar bien sea acetonitrilo o una mezcla de acetonitrilo con agua en la parte superior de la columna. Se cree que este reflujo externo sirve como agente de limpieza el cual, entre otras cosas, evita que el óxido de polietileno se separe a través de la parte superior de la torre de destilación. De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, una porción de la corriente inferior de la torre de destilación empleada en la etapa (C) se usa. También es concebible que la corriente TL2 o una porción de la misma se usa como agente de limpieza. Típicamente, la cantidad de TL2 no será suficiente, y se agregará otra corriente. Típicamente, la relación en peso de la cantidad de acetonitrilo alimentado como reflujo externo a la parte superior de la torre de destilación: peso de la corriente S0 alimentada dentro de y para ser separada de la torre de destilación está en el rango de 1:1 a 4:1, preferiblemente de 1.5:1 a 3:1. La temperatura del reflujo externo está generalmente en el rango de 2 a 20°C, preferiblemente en el rango de 5 a 15°C.

De acuerdo con la presente invención, al menos 95% en volumen, preferiblemente al menos 90% en volumen y todavía más preferiblemente al menos 70% en volumen de la corriente superior de la columna de destilación de acuerdo con (b) consiste de propeno, oxígeno y opcionalmente propano. Dependiendo de su contenido de oxígeno, esta corriente superior puede ser pasada a una etapa de manipulación posterior adecuada en donde el contenido de oxígeno disminuye adecuadamente con el fin de permitir, por ejemplo, reciclar la corriente privada de oxígeno para ser reciclada en una o más etapas de la presente invención, tal como material de partida para la etapa (a) del proceso de la invención como etapa (A) o etapa (C) o como porción de la corriente P. Si el contenido de oxígeno de dicha corriente superior es reducido, se prefiere reducir el oxígeno por reacción con hidrógeno en presencia de un catalizador adecuado. Tales catalizadores son, por ejemplo, catalizadores que comprenden estaño y al menos un metal noble como se describe en WO 2007/000396 A1, en particular, en el Ejemplo 1 de WO 2007/000396 A1.

También es concebible utilizar catalizadores que comprenden cobre en forma elemental y/o oxidada sobre un soporte, en donde el cobre está presente sobre el soporte en una cantidad de 30 a 80% en peso con base en el catalizador total y calculado como CuO. Tales catalizadores pueden ser preparados, por ejemplo, de acuerdo con el ejemplo de la EP 0 427 062 A2, catalizador 2, página 4, líneas 41 a 50 (correspondiente a la US 5, 194,675). Sin embargo, con el fin de reducir el contenido de oxígeno, también son concebibles otros métodos adecuados. Opcionalmente, dicha corriente superior, antes de ser sometida a hidrogenación, puede ser comprimida y condensada parcialmente en donde se obtiene una corriente líquida la cual consiste esencialmente de C3 y acetonitrilo y la cual contiene cantidades menores de agua. La porción no condensada consiste esencialmente de C3 y oxígeno y contiene una cantidad menor de agua en donde, en comparación con la corriente básica, el contenido de oxígeno se incrementa mientras está todavía en un rango de forma que la mezcla no es inflamable. Este enriquecido en oxígeno es sometido entonces a hidrogenación.

Adicionalmente de acuerdo con la presente invención, al menos 98% en peso, preferiblemente al menos 98,5% en peso y todavía más preferiblemente al menos 99% en peso de la corriente de fondos de la columna de destilación de acuerdo con (b) consiste de óxido de propileno, acetonitrilo, agua y opcionalmente al menos un propilen glicol. Antes de alimentar esta corriente de fondos como corriente S1 al método de acuerdo con la presente invención, se prefiere especialmente separar el óxido de propileno de dicha corriente de fondos de acuerdo con la etapa (c) del proceso de la invención con el fin de obtener una corriente que este esencialmente libre de óxido de propileno, corriente que puede ser utilizada parcialmente como agente de limpieza para la etapa (b).

La separación de acuerdo con la etapa (c) puede ser llevada a cabo por cualquier método adecuado. Lo más preferiblemente, la separación se lleva a cabo por destilación. La separación de acuerdo con la etapa (c) se lleva a cabo preferiblemente en al menos una torre de destilación, más preferiblemente en una torre de destilación. Preferiblemente, esta torre tiene de 50 a 80, más preferiblemente de 60 a 70 platos teóricos. La torre de destilación se opera preferiblemente a una presión superior que va de 0.2 a 2 bar, más preferiblemente de 0.4 a 1 bar. Preferiblemente, se agrega al menos un solvente polar adecuado tal como preferiblemente agua en la parte superior de la columna como agente extractor. De acuerdo con una realización preferida, la separación de acuerdo con la etapa (c) puede ser llevada a cabo mediante

- introducción de dicha corriente de fondos en una columna de destilación de extracción;
- introducción adicional de un solvente de extracción polar en dicha columna de destilación extractora;
- destilación de la cabeza de óxido de propileno de dicha columna de destilación extractora como corriente superior, comprendiendo la corriente superior solamente cantidades menores de acetonitrilo tales como 500 ppm o menos;
- compresión de la corriente superior obtenida en la cabeza en la etapa previa por medio de al menos un compresor para dar un vapor comprimido,
- condensación del vapor comprimido obtenido en la etapa previa y retorno de al menos parte del calor de condensación a al menos un recalentador empleado en la columna de destilación extractora.

A partir de esta torre de destilación de acuerdo con (c), se obtiene una corriente superior la cual contiene al menos 90% en peso, preferiblemente al menos 95% en peso de óxido de propileno. Dependiendo de los requerimientos sobre la calidad del óxido de propileno, es concebible utilizar esta fracción de óxido de propileno sin ninguna purificación adicional. Sin embargo, también es concebible purificar adicionalmente dicha fracción de óxido de propileno, por ejemplo en al menos una etapa de destilación adicional. A partir de tal etapa de destilación adicional, puede obtenerse una corriente de óxido de propileno en donde al menos 99.5% en peso, más preferiblemente al menos 99.9% en peso de dicha corriente consiste de óxido de propileno.

Aparte de esta torre de destilación de acuerdo con (c), se obtiene una corriente de fondos la cual contiene típicamente 500 ppm en peso como máximo, preferiblemente 100 ppm en peso como máximo, y más preferiblemente 60 ppm en peso como máximo de óxido de propileno, con base en el peso de la corriente de fondos. En particular, al menos 98% en peso, más preferiblemente al menos 98.5% en peso y más preferiblemente al menos 99% en peso de la corriente de fondos consiste de acetonitrilo, agua y opcionalmente al menos un propilen glicol.

Dependiendo de las condiciones específicas durante las etapas corriente arriba de la presente invención, esto es, etapas (a), opcionalmente (b) y/o (c), esta corriente de fondos obtenida de la torre de destilación de acuerdo con (c) también puede contener ciertas cantidades de hidroperóxido tales como ciertas cantidades de peróxido de hidrógeno y/o ciertas cantidades de hidroperóxidos orgánicos, por ejemplo, 1-hidroperoxipropanol-2 y/o 2-hidroperoxipropanol-1. Típicamente, la corriente de fondos obtenida de la torre de destilación de acuerdo con (c) puede contener hasta 2% en peso, preferiblemente hasta 1% en peso de estos hidroperóxidos en total, con base en el peso de la corriente de fondos. Con el fin de reducir el contenido de hidroperóxido y, así, evitar la formación de los hidroperóxidos que se cree tienen una influencia nociva en cuanto a la formación de subproductos indeseables y aspectos de seguridad con base en la descomposición de hidroperóxidos, se prefiere someter la corriente de fondos obtenida de la torre de destilación de acuerdo con (c) a al menos una etapa de proceso adicional. Dicha formación ocurre especialmente si

se realiza el proceso altamente integrado de la invención. Mientras que cada método adecuado para remover al menos parcialmente estos hidroperóxidos es concebible, se prefiere especialmente reducir catalíticamente, preferiblemente hidrogenar catalíticamente los hidroperóxidos. Como catalizador adecuado, puede mencionarse un catalizador que esta descrito en US 20040068128 A1, en particular en los párrafos [0053] a [0076]. Los catalizadores preferidos son seleccionados del grupo consistente de catalizadores heterogéneos que comprenden Ru, Ni, Pd, Pt, bien sea individualmente o como una mezcla de dos o más de los mismos, como metal activo sobre un material de soporte adecuado. Un catalizador especialmente adecuado, a saber un catalizador soportado que comprende 5% en peso de Pd sobre carbono activado, está descrito en el ejemplo E2 de la US 20040068128 A1. La presión durante la hidrogenación está típicamente en el rango que va de 1 a 100 bar (abs), preferiblemente de 1 a 10 bar (abs), y la temperatura durante la hidrogenación esta típicamente en el rango que va de 0 a 180°C, preferiblemente de 25 a 120°C, más preferiblemente de 65 a 85°C. La presión parcial de hidrógeno durante la hidrogenación esta preferiblemente en el rango que va de más de 1 a 20 bar, más preferiblemente de 2 a 15 bar y todavía más preferiblemente de 3 a 13 bar. Si la hidrogenación se lleva a cabo en un lecho fijo, lo cual es preferido, el tiempo de residencia del líquido que pasa a través del reactor de hidrogenación está generalmente en el rango de 1 segundo (s) a 1 hora (h), preferiblemente de 10 s a 20 minutos (min), en particular de 30 s a 5 min.

Dependiendo de las condiciones de reacción empleadas para reducir, preferiblemente hidrogenar la corriente de fondos obtenida de la torre de destilación de acuerdo con (c), puede ser necesario separar la corriente resultante del catalizador, preferiblemente del catalizador de hidrogenación y/o de agente reductor sin reaccionar, preferiblemente hidrógeno y/o subproductos de la hidrogenación, preferiblemente CO y/o metano.

En particular, la corriente resultante de la reducción, preferiblemente de la hidrogenación, contiene al menos 95% en peso de acetonitrilo y agua, con base en el peso total de la corriente de fondos, en donde la correlación de peso de acetonitrilo:agua es mayor que 1. En general, es concebible utilizar la corriente de fondos obtenida de la torre de destilación de acuerdo con (c) como corriente S1 de la presente invención.

Dependiendo de las condiciones específicas durante las etapas corriente arriba de la presente invención, esto es, etapas (a), opcionalmente (b) y/o (c) y/o la reducción, preferiblemente la etapa de hidrogenación, la corriente obtenida a partir de la reducción, preferiblemente hidrogenación puede contener ciertas cantidades de acetaldehído y opcionalmente sustancias de punto de ebullición bajo, tales como, por ejemplo, propionaldehído y acetona. Típicamente esta corriente puede contener hasta 2000 ppm en peso, preferiblemente hasta 1000 ppm en peso, más preferiblemente hasta 300 ppm en peso de acetaldehído y otras sustancias de bajo punto de ebullición en total, con base en el peso total de esta corriente. Con el fin de reducir el contenido de acetaldehído y opcionalmente el contenido con respecto a otras sustancias con bajo punto de ebullición y así, evitar la formación de estos compuestos la cual ocurre especialmente si se realiza el proceso altamente integrado de la invención, se prefiere someter esta corriente a al menos una etapa de proceso adicional. Mientras que cada método adecuado para al menos remover parcialmente acetaldehído es concebible, se prefiere especialmente separar el acetaldehído de la corriente por destilación. La separación de acuerdo con esta etapa se lleva a cabo preferiblemente en al menos una torre de destilación, más preferiblemente en una torre de destilación. Preferiblemente, esta torre tiene de 15 a 40, más preferiblemente de 15 a 30 platos teóricos. La torre de destilación se opera preferiblemente a una presión superior que va de 0.7 a 2 bar, más preferiblemente de 1.1 a 1.5 bar.

A partir de esta torre de destilación, se obtiene una corriente de fondos la cual contiene típicamente 200 ppm en peso como máximo, preferiblemente 100 ppm en peso como máximo, y más preferiblemente 50 ppm en peso como máximo de acetaldehído, otras sustancias con bajo punto de ebullición como se describió anteriormente, en total, con base en el peso total de la corriente de fondos. En particular, al menos 99% en peso, más preferiblemente al menos 99.5% en peso y más preferiblemente al menos 99.7% en peso de la corriente de fondos consiste de acetonitrilo, agua y opcionalmente al menos un propilen glicol. En particular, la corriente de fondos contiene al menos 95% en peso de acetonitrilo y agua, con base en el peso total de la corriente de fondos, en donde la relación en peso de acetonitrilo:agua es mayor que 1. Preferiblemente, esta corriente de fondos se utiliza como corriente S1 en el proceso de la presente invención. De acuerdo con una realización concebible de la presente invención, no se necesita etapa de destilación.

Por lo tanto, la presente invención también se relaciona con el método como se describió anteriormente, que comprende adicionalmente

(y) someter la corriente obtenida de (c) a una etapa de hidrogenación, preferiblemente a una etapa de hidrogenación catalítica, siendo el catalizador preferiblemente un catalizador heterogéneo que comprende Ru, Ni, Pd, Pt bien sea individualmente o como una mezcla de dos o más de los mismos, como metal activo sobre un material de soporte adecuado, en particular Pd o carbono activado; siendo llevada a cabo dicha hidrogenación preferiblemente a una presión durante la hidrogenación en el rango que va de 1 a 100 bar (abs), preferiblemente de 1 a 10 bar (abs) y a una temperatura durante la hidrogenación en el rango de 0 a 180°C, preferiblemente de 25 a 120°C, más preferiblemente de 65 a 85°C;

(z) someter la corriente obtenida de (y) a una etapa de destilación, llevada preferiblemente a cabo en una columna de destilación operada a una presión superior que va de 0.7 a 2 bar, más preferiblemente de 1.1 a 1.5 bar, a la corriente S1 obtenida y someter S1 a la etapa (d) como se discute aquí a continuación.

5 En general, la presente invención se relaciona con el método tal como se describió anteriormente, en donde de acuerdo con (i), S1 se provee mediante un proceso que comprende

(a) hacer reaccionar propeno con peróxido de hidrógeno en un aparato de reacción en la presencia de acetonitrilo como solvente, obteniendo una corriente S0 que sale del aparato de reacción, conteniendo S0 acetonitrilo, agua, óxido de propileno y opcionalmente propeno sin reaccionar, oxígeno y opcionalmente propano;

10 (b) separar opcionalmente propeno, oxígeno y propano de S0 para obtener una corriente que consiste esencialmente de acetonitrilo, agua y óxido de propileno;

(c) separar el óxido de propileno de S0 o la corriente obtenida de (b), obteniéndose así la corriente S1.

15 Como se describió aquí anteriormente, el método de la invención para separar acetonitrilo de agua es integrado preferiblemente como una etapa de manipulación en un proceso para la preparación de óxido de propileno. Especialmente como parte de este proceso de epoxidación, el método de la invención permite un proceso altamente integrado. Por lo tanto, la presente invención también se relaciona con un proceso altamente integrado para la preparación de óxido de propileno, comprendiendo el proceso

20 (a) hacer reaccionar propeno, opcionalmente mezclado con propano, con peróxido de hidrógeno en un aparato de reacción en la presencia de acetonitrilo como solvente, obteniéndose una corriente S0 que sale de dicho aparato de reacción, conteniendo S0 acetonitrilo, agua, óxido de propileno y opcionalmente propeno sin reaccionar, oxígeno y opcionalmente propano;

(b) separar opcionalmente propeno, opcionalmente junto con propano, y oxígeno de S0 para obtener una corriente, consistente al menos el 99% en peso de la misma de acetonitrilo, agua y óxido de propileno;

25 (c) separar óxido de propileno de S0 o la corriente obtenida de (b), obteniéndose así una corriente S1 que contiene al menos 95% en peso de acetonitrilo y agua, con base en el peso total de S1, en donde la relación en peso de acetonitrilo:agua es superior a 1;

(d) agregar una corriente P, que comprende al menos 95% en peso de C3 con base en el peso total de la corriente P, a S1 para obtener una corriente mixta S2, siendo C3 propeno mezclado opcionalmente con propano con una relación en peso mínima de propeno:propano de 7:3;

30 (e) someter S2 a una temperatura de 92°C como máximo y a una presión de al menos 10 bar, obteniéndose una primera fase líquida L1 que consiste esencialmente de C3, acetonitrilo y agua, y una segunda fase líquida L2 que consiste esencialmente de agua y acetonitrilo en donde la relación en peso de acetonitrilo:agua en L2 es menor de 1;

(f) separar L1 de L2;

35 (g) someter L1 a una etapa de destilación en donde se obtiene una corriente TL1 la cual contiene al menos 90% en peso de C3, con base en el peso total de TL1; y de donde se obtiene una corriente adicional BL1, consistiendo al menos el 95% en peso de BL1 de C3, acetonitrilo y agua, en donde el contenido de C3 de BL1 está en el rango de 7 a 18% en peso con base en el peso total de BL1;

(h) someter L2 a una etapa de destilación de donde se obtiene una corriente TL2 la cual contiene de 75 a 95% en peso, preferiblemente de 80 a 85% en peso de acetonitrilo con base en el peso total de TL2;

40 en donde al menos una porción de la corriente BL1 es reciclada hacia (a); y/o

en donde al menos una porción de TL1 es reciclada hacia (d); y/o

en donde al menos una porción de TL2 es reciclada hacia (d).

Se prefiere especialmente reciclar BL1 hacia (a) y TL1 hacia (d) y TL2 hacia (d).

45 Las etapas de proceso antes descritas, incluyendo las etapas (y) y (z) puede llevarse a cabo bien sea en modo continuo, en modo semicontinuo o en modo por lotes. Preferiblemente todas las etapas se llevan a cabo en modo continuo.

En cuanto se refiere a composiciones preferidas de dichas corrientes, las condiciones de reacción preferidas, condiciones de separación preferidas, condiciones de destilación preferidas o similares, y realizaciones posteriores preferidas en tanto se relaciona, por ejemplo, con intermedios preferidos y/o opcionales adicionales, se hace referencia a la respectiva divulgación anterior en la presente.

5 La presente invención es ilustrada adicionalmente en los siguientes ejemplos.

Ejemplo

Ejemplo 1: Epoxidación de propeno

10 La epoxidación fue llevada a cabo en un reactor tubular continuo que tiene una camisa de enfriamiento y un lecho catalítico. El reactor tenía una longitud de 1440 mm y un diámetro interno de 7 mm y estaba construido en acero inoxidable (especificación 1.4571). El tubo de reacción fue rodeado por una camisa de enfriamiento a través de la cual se hizo circular un medio de enfriamiento (mezcla agua/glicol). El reactor fue operado en modo de flujo ascendente. Se localizaron termoelementos adecuados justo por encima y por debajo del lecho catalítico centrados axialmente en el tubo con el fin de medir las temperaturas de entrada y salida del lecho catalítico. El reactor fue operado a una presión constante de 20 bar usando una banda reguladora de presión a la salida del reactor. La temperatura fue controlada haciendo circular en medio de enfriamiento (fluido) en la manta del reactor en modo concurrente con respecto al producto. La temperatura de entrada del medio de enfriamiento se mide mediante un termoelemento y se utiliza para regular el termostato. Esta temperatura se denomina como la "temperatura de reacción" y se mantuvo constante a 63°C a lo largo del experimento. La rata de flujo del medio de enfriamiento se ajusta de tal manera que la temperatura de salida del medio de enfriamiento no es más de un 1°C por encima de la temperatura de entrada del medio de enfriamiento.

20 El reactor fue llenado desde abajo con una capa de perlas de vidrio (80 mm), luego con el catalizador y cualquier espacio restante fue llenado con perlas de vidrio. Como catalizador, se usaron 15 g de catalizador los cuales fueron producidos mezclando 100 partes de un polvo de Ti-MWW que contenía 1.5% en peso de Ti con 40 partes de sílica pirogénica y con agua, amasando y extruyendo para formar extrudidos cilíndricos con un diámetro de 1.5 mm y una longitud entre 3 y 5 mm, y calcinando los extrudidos a 450°C antes del uso. Los extrudidos tienen una concentración de Ti de 1.1% en peso. La longitud de la capa del lecho de catalizador fue de aproximadamente 950 mm.

25 Los reactivos fueron colocados en tanques adecuados y suministrados continuamente al reactor utilizando bombas de suministro estándar. El tanque 1 contenía acetonitrilo grado químico con una pureza de 99.98% (con un contenido de 0.01% de agua, 150 ppm en peso de propionitrilo y 1 ppm en peso de acrilonitrilo como impurezas. El tanque 2 contenía una solución de peróxido de hidrógeno lavado, grado crudo estándar con una concentración de 40% en peso a la cual se agregaron 175 ppm en peso de $(\text{NH}_4)_2\text{H}_2\text{PO}_4$. El tanque 3 contenía propileno grado polimérico licuado presurizado. La bomba de medición de acetonitrilo fue iniciada primero a una velocidad de alimentación de 60.9 g/h y la temperatura de reacción fue fijada en 63°C, y el regulador de presión fue fijado en 20 bar. Cuando el reactor había sido llenado con líquido y el sistema había sido equilibrado, la bomba de medición para el propileno fue iniciada a una velocidad de alimentación de 8.5 g/h. Unos pocos minutos después la bomba de peróxido de hidrógeno fue iniciada a una rata de alimentación de 11.5 g/h (este punto en el tiempo fue definido como $t = 0$). Las tres corrientes fueron mezcladas a temperatura ambiente antes de ser pasadas al reactor. Las temperaturas medidas dentro del reactor justo antes y justo después del lecho catalítico diferían en menos de un grado centígrado de la temperatura de reacción, demostrando así que la capa de perlas de vidrio era suficiente para calentar los reactivos hasta la temperatura de reacción antes de entrar en contacto con el catalizador.

30 La corriente de producto que sale del reactor fue descomprimida a presión ambiente en un recipiente donde se separaron las fases gaseosa y líquida. La cantidad de gas fue determinada volumétricamente y su composición analizada por cromatografía de gases. La fase líquida fue recolectada para la ejecución completa (aproximadamente 300 h) y analizada. La concentración total de peróxidos fue determinada yodométricamente. La concentración de H_2O_2 fue determinada colorimétricamente usando el método de sulfato de titanilo. La diferencia entre los dos valores es en general una buena medida de la concentración de hidroperoxiopropanoles (1-hidroperoxi-2-propanol y 2-hidroperoxi-1-propanol); esto fue confirmado determinando la cantidad de propileno glicol por GC antes y después de reducir la mezcla con exceso de trifenilfosfina). Todos los demás componentes orgánicos fueron determinados por GC utilizando un detector FID. Con excepción de acetonitrilo, para el cual solo se da el porcentaje de área, todos los otros componentes fueron determinados cuantitativamente utilizando 1,4-dioxano como estándar interno. La composición de la salida al reactor líquido se da en la Tabla 1 a continuación.

Tabla 1

Componente	Concentración
Acetonitrilo	87.5 (% de área)
Agua	No medido
Aldehído acético	Cantidades traza detectadas en GC
Óxido de propileno	8.49% en peso
Propionitrilo	0.023% en peso
Hidroxiacetona	b)
1,2-propilen glicol	0.052% en peso
Dipropilen glicoles	Cantidades traza detectadas en GC como una mezcla de 3 isómeros
Hidroperoxipropanoles	0.27% en peso
H ₂ O ₂	0.08% en peso

5 La corriente del líquido obtenida en la etapa previa fue sometida a destilación en un evaporador rotatorio con una temperatura de baño y una presión de 200 mbar hasta que la concentración de óxido de propileno en el residuo estuvo por debajo de 1% en peso.

El residuo obtenido fue analizado como se describió anteriormente, con la diferencia de que no todos los componentes orgánicos no peroxídicos fueron determinados por GC cuantitativa con 1,4-dioxano como estándar interno. Se determinó el agua utilizando el método de Carl Fischer. La composición de la corriente de residuos se da en la Tabla 2 a continuación.

10

Tabla 2

Componente	Concentración / % en peso
Acetonitrilo	83.8
Agua	14.7
Aldehído acético	0.02
Óxido de propileno	0.7
Propionitrilo	0.024
Hidroxiacetona	0.012
1,2-propilen glicol	0.12
Dipropilen glicoles ^{d)} (mezcla de 3 isómeros)	0.02
Hidroperoxipropanoles	0.4
H ₂ O ₂	0.2

Esta corriente fue utilizada como corriente de alimentación S1 para el proceso de acuerdo con el Ejemplo 2 a continuación.

Ejemplo 2: Manipulación de la corriente obtenida de acuerdo con el Ejemplo 1

5 Se introdujeron 50 g de la mezcla como se describió en la Tabla 2 en un autoclave evacuado, con temperatura controlada (volumen:315 ml) equipado con dos ventanas de zafiro opuestas. Después del equilibrio, se introdujeron 40 g de propeno (grado polimérico, que contenía 0.1% en peso de propano) en el autoclave. La temperatura fue mantenida constante a 40°C. La presión medida fue de 14.3 bar.

10 El contenido del autoclave fue mezclado exhaustivamente mediante un agitador magnético. Después de detener el agitador, la mezcla se separó inmediatamente en dos fases líquidas. La fase acuosa inferior fue retirada a través de una salida en el fondo del autoclave y pesada. La fase acuosa peso 6.12 g, correspondientes a 6.8% de contenido total del autoclave (90 g). Tanto la fase acuosa como la orgánica fueron analizadas como se describió anteriormente, y la composición de ambas fases se da en la Tabla 3 a continuación. Como puede verse de los resultados en la Tabla 3, la relación de acetonitrilo a agua (12.1:1) es mucho menor que la relación en peso en el azeótropo acetonitrilo/agua (5.7:1) obtenible por destilación simple.

Tabla 3

Componente (% en peso)	Fase acuosa	Fase orgánica
C3 (propano + propeno)	1.3	42.8
Acetonitrilo	24.8	52.1
Agua	71.2	4.3
Aldehído acético	0.04	0.009
Óxido de propileno	0.1	0.46
Propionitrilo	0.03	0.014
Hidroacetona	0.04	0.005
1,2-propilen glicol	0.48	0.042
Dipropilen glicol	0.02	0.013
hidroperoxipropanoles	1.4	0.14
H ₂ O ₂	0.63	0.06

15 **Ejemplo 3:** Separación de acetonitrilo del agua

En un segundo experimento, de nuevo, se introdujo una cantidad de 50 g de la corriente obtenida de acuerdo con el Ejemplo 1 en un autoclave evacuado y con temperatura controlada, como se describió en el Ejemplo 2. A continuación, se introdujeron 50 g de propeno (grado químico, con un contenido de 0.1% en peso de propano) en el autoclave. La temperatura fue mantenida constante a 40°C, la presión medida fue de 14.8 bar.

20 El contenido del autoclave fue mezclado exhaustivamente mediante un agitador magnético. Después de detener el agitador, la mezcla se separó inmediatamente en dos fases líquidas. La fase acuosa inferior fue retirada a través de una salida en el fondo del autoclave y pesada. La fase acuosa peso 6.8 g, correspondientes a 6.8% del contenido total del autoclave (100 g). Tanto la fase acuosa como la orgánica fueron analizadas como se describió anteriormente, y la composición de ambas fases se da en la Tabla 4 a continuación. Como puede verse a partir de los resultados de la Tabla 4, la relación de acetonitrilo a agua (13.9:1) es de nuevo muy inferior a la relación en peso en el azeótropo de acetonitrilo/agua (5.7:1) obtenible por destilación simple.

25

Tabla 4

Componente (% en peso)	Fase acuosa	Fase orgánica
C3 (propano + propeno)	1.0	53.2
Acetonitrilo	23.1	43.1
Agua	73.1	3.1
Aldehído acético	0.05	0.006
Óxido de propileno	0.07	0.4
Propionitrilo	0.03	0.01
Hidroacetona	0.04	0.004
1,2-propilen glicol	0.5	0.03
Dipropilen glicol	0.04	0.009
hidroperoxipropanoles	1.4	0.1
H ₂ O ₂	0.5	0.05

5 Los resultados en los Ejemplos 2 y 3 muestran que agregando una mezcla de propeno, en particular de propeno/propano, a una mezcla de agua y acetonitrilo, la relación en peso de acetonitrilo:agua puede ser considerablemente reducida. El efecto de incrementar la relación acetonitrilo:agua se incrementa cuando se usa más propeno.

Ejemplo 4: Separación de acetonitrilo del agua

4.1 Suministro de la corriente S2

10 Puesto que en lo que sigue, se describe un proceso operado completamente de manera continua de acuerdo con la presente invención, la composición divulgada en detalle debe entenderse como valores medios determinados a lo largo del proceso continuo completo el cual fue llevado a cabo durante 507 horas.

15 A partir de un proceso operado de manera continua para la preparación de óxido de propileno, esencialmente llevada a cabo de acuerdo con el Ejemplo 1, utilizando los mismos materiales de partida, catalizador y también comprendiendo la etapa de manipulación corriente abajo de destilar el óxido de propileno, sin embargo, siendo llevada a cabo dicha destilación en una torre de destilación, se obtuvo una corriente con una rata de flujo de 102 kg/h y que tiene, con respecto a los componentes principales una composición como la que se da en la Tabla 5 a continuación.

Tabla 5

Componente	Concentración / % en peso
Acetonitrilo	78.0
Agua	21.5

20 Está corriente fue utilizada como corriente de alimentación S1 para el proceso de separación de acuerdo con la invención.

Antes de que la corriente S1 fuera pasada al dispositivo de separación, se combinó con otras 3 corrientes:

- La primera corriente 1 fue una corriente de propeno grado químico (fresco) (aproximadamente 95% en peso de propeno, aproximadamente 5% en peso de propano) (rata de flujo de la corriente 1:11.4 kg/h).

5 - la segunda corriente 2 fue una corriente que tenía un contenido de propeno de aproximadamente 95% en peso, obtenida de una etapa de manipulación corriente abajo como se describe aquí a continuación. Dicha corriente 2 corresponde a la corriente TL1 como se discutió en el contexto de la presente invención. Junto con la corriente 1, la corriente 2 forma la corriente P tal como se discute en el contexto de la presente invención (rata de flujo de la corriente 2:50 kg/h).

10 - la tercera corriente 3 fue una corriente que consistía esencialmente de acetonitrilo y agua (70.5% en peso de acetonitrilo, 29.3% en peso de agua, obtenida a partir de una etapa de manipulación corriente abajo, como se describe aquí a continuación. Dicha corriente 3 corresponde a la corriente TL2 que se discute en el contexto de la presente invención (rata de flujo de la corriente 3:6.4 kg/h).

Junto con las dichas corrientes 1, 2 y 3, la corriente S1 formó la corriente S2 que tiene una rata de flujo de 169.6 kg/h y que tiene, con respecto a los componentes principales, una composición como la que se da en la Tabla 6 a continuación.

Tabla 6

Componente	Concentración / % en peso
Acetonitrilo	49.5
Agua	13.9
Propeno	34.5

15 Esta corriente fue alimentada en el dispositivo de separación, un decantador por gravedad horizontal con una capacidad de 2L.

4.2 Separación de acuerdo con la invención

20 En el decantador por gravedad horizontal, la separación de fases se alcanza a una temperatura en el rango que va desde 30 a 40°C y a una presión de 18 bar. La capa superior obtenida fue alimentada como una corriente con una rata de flujo de 148 kg/h hasta una columna de destilación A, con la fase inferior obtenida en forma de una corriente con una rata de flujo de 21.6 kg/h a una columna de destilación B1. La capa superior tenía una composición, con respecto a los componentes principales, como se da en la Tabla 7 a continuación:

Tabla 7

Componente	Concentración / % en peso
Acetonitrilo	53.8
Agua	4.5
Propeno	39.5

25 La capa inferior tenía una composición, con respecto a los componentes principales, como se da en la Tabla 8 a continuación:

Tabla 8

Componente	Concentración / % en peso
Acetonitrilo	20.4
Agua	78.3

4.3 Manipulación de la capa superior

La corriente obtenida como capa superior a partir del dispositivo de separación de fases fue pasada, como se mencionó, a una columna de destilación A.

5 La columna de destilación A fue configurada como una columna de platos de burbuja (diámetro interno:200 mm; longitud:10000 mm) hecha de acero inoxidable de calidad 1.4541, 40 platos y un dispositivo para reebullición de fondo integrado. La columna A fue operada a una presión de 18 bar y una temperatura de fondo de 105-107°C. La rata de reflujo de la columna fue de 0.2.

La corriente superior obtenida de la columna A a una temperatura en la parte superior de la columna en el rango que va de 44-45°C y con un contenido de propeno de 95% en peso, fue reciclado con una rata de flujo de 50 kg/h como material de partida hacia la reacción de epoxidación operada continuamente.

10 La corriente de fondos obtenida de la columna A, con una composición, con respecto a los componentes principales, de acuerdo con la Tabla 9

Tabla 9

Componente	Concentración / % en peso
Acetonitrilo	81.2
Agua	6.8
Propeno	11.2

15 fue reciclada en el dispositivo de separación como corriente 2 para ser mezclada con la corriente S1 y las corrientes 1 y 3 para obtener la corriente S2.

4.4 Configuración de la capa interior

La corriente obtenida como capa inferior a partir del dispositivo de separación de fases fue pasada, como se mencionó, a una columna de destilación B1.

20 La columna de destilación B1 fue configurada como una columna de platos en burbuja (diámetro interno:100 mm; longitud: 9500 mm) hecha de acero inoxidable de calidad 1.4541, 50 platos y dispositivo de reebullición de fondo integrado. La columna A fue operada a una presión superior de 14 bar y a una temperatura de fondo de 190-196°C. La relación de reflujo de la columna B1 fue 1.0.

25 La corriente de fondos obtenida de la columna de destilación B1 con una rata de flujo de 11.6 kg/h tenía un contenido de agua de 97.1% en peso y contenía adicionalmente elementos de alta punto de ebullición no especificados. El contenido de acetonitrilo de la corriente de fondos fue menor de 0.1% en peso.

La corriente superior obtenida a partir de la columna B1 a una temperatura en el tope de la columna de rango de 176-185°C tenía una composición, con respecto a los componentes principales, de acuerdo con la Tabla 10.

Tabla 10

Componente	Concentración / % en peso
Acetonitrilo	45.0
Agua	55.0

30 esto es, esencialmente la composición del azeótropo acetonitrilo/agua. Esta corriente superior de la columna B1 fue alimentada con una rata de flujo de 10.0 kg/h a una columna de destilación corriente abajo B2.

35 La columna de destilación B2 fue configurada como una columna empacada (DN80*9500) (DN 80 = diámetro nominal 80 de acuerdo con el estándar EN 10255; longitud = 9500 mm) hecha de acero inoxidable de calidad 1.4541 con un dispositivo de reebullición de fondo integrado. La columna B2 fue operada a una presión superior de 1.5 bar y a una temperatura de fondos de 111 – 112°C. Como material de empaque, se utilizó Kühni Rombopak® 9 m (altura del empaque:6500 mm). La rata de reflujo de la columna B2 fue de 0.7.

La corriente de fondos que tiene una rata de flujo de 3.6 kg/h tenía un contenido de agua de 99.9% en peso.

La corriente superior obtenida de la columna B2 a una temperatura en la parte superior de la columna en el rango de 74 – 85°C tenía una composición, con respecto a los componentes principales, de acuerdo con la Tabla 11

Tabla 11

Componente	Concentración / % en peso
Acetonitrilo	70.5
Agua	29.3

5

Esta corriente superior de la columna B2 fue reciclada con una rata de flujo de 6.4 kg/h hacia el dispositivo de separación como corriente 3 para ser mezclada con la corriente S1 y las corrientes 1 y 2 para obtener la corriente S2.

Resumen

10 La ventaja principal del proceso de la invención de separar acetonitrilo de agua es particularmente evidente en el caso en que el acetonitrilo separado es reciclado como material de partida de un proceso altamente integrado para la epoxidación de propeno, en particular con peróxido de hidrógeno acuoso. En tal proceso integrado, el proceso de la invención permite grandes ahorros en energía mientras que al mismo tiempo puede alcanzarse una relación de acetonitrilo:agua que es mayor que la relación de acetonitrilo:agua alcanzable por destilación simple a temperatura ambiente. Actualmente, sin querer limitarse por cualquier teoría, se considera que con el fin de separar y reciclar el acetonitrilo de la mezcla de reacción obtenida de tal reacción de epoxidación o una mezcla adecuada obtenida de una o más etapas de manipulación por destilación a presión ambiente, todo el acetonitrilo más la cantidad de agua contenida en el azeótropo tendría que ser evaporada. Sin embargo, si se desea una cantidad inferior de agua en el acetonitrilo, se necesitaría entonces una instalación de destilación de dos presiones, pero esto implicaría que la cantidad completa de acetonitrilo tendría que ser evaporada dos veces, llevando necesariamente a un gran consumo de energía. Así, usando el método de la presente invención, solo se requiere una fracción de la energía cuando se compara con el método antes mencionado debido a nuestro hallazgo de que la separación líquido/líquido requería muy poca energía. Adicionalmente, fue posible diseñar el aparato de separación deseado en la forma de una disposición comparativamente simple. La única contribución significativa al consumo de energía es necesaria para recuperar la baja cantidad de acetonitrilo presente en la fase acuosa después de la separación de fases. La presente invención ofrece claramente una gran ventaja, tanto desde el punto de vista de consumo de energía como desde el punto de vista de la inversión requerida.

30 El Ejemplo 4 ilustra adicionalmente de manera clara una realización altamente integrada del proceso de separación de la presente invención en donde corriente abajo del proceso de separación, las capas obtenidas del dispositivo de separación son recicladas en el proceso, bien sea hacia el proceso de separación o hacia el proceso de epoxidación corriente arriba, hasta un grado máximo, proveyendo así una disposición de proceso altamente deseable, tanto desde el punto de vista económico como ecológico.

REIVINDICACIONES

1. Un método para separar acetonitrilo de agua, que comprende
 - (i) proveer una corriente S1 que contiene al menos 95% en peso, con base en el peso total de S1, acetonitrilo y agua, en donde la relación en peso de acetonitrilo:agua es mayor que 1;
 - 5 (ii) agregar a una corriente P, que comprende al menos 95% en peso de C3, con base en el peso total de la corriente P, a S1 para obtener una corriente mixta S2, siendo C3 propeno mezclado opcionalmente con propano con una relación en peso mínima de propeno:propano de 7:3;
 - (iii) someter S2 a una temperatura en el rango de 5 a 90°C y a una presión de al menos 10×10^5 Pa (10 bar), obteniendo una primera fase líquida L1, en donde al menos 90% en peso de L1 consiste de C3, acetonitrilo y agua, y una segunda fase líquida L2 en donde al menos 90% en peso de L2 consiste de acetonitrilo y agua, y en donde la relación en peso de acetonitrilo:agua en L2 es menor de 1;
 - 10 (iv) separar L1 de L2.
2. El método de la reivindicación 1, en donde en (ii), se agrega una corriente líquida P a una corriente líquida S1.
3. El método de la reivindicación 1 o 2, en donde S1 contiene de 60 a 85% en peso, preferiblemente de 65 a 80% en peso de acetonitrilo, y de 10 a 35% en peso, preferiblemente de 15 a 30% en peso de agua, en cada caso con base en el peso total de S1.
4. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde en (ii), se agrega P a S1 en una cantidad tal que la relación en peso de C3:acetonitrilo en S2 está en el rango que va de 0.2:1 a 5:1, preferiblemente de 0.5:1 a 2:1.
5. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde en (iii), S2 es sometida a una temperatura que va de 25 a 45°C, y a una presión en el rango que va de 15×10^5 a 25×10^5 Pa (15 a 50 bar), en particular de 15×10^5 a 25×10^5 Pa (15 a 25 bar).
6. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde se agrega al menos un agente mejorador de la separación de fases líquidas a S1 en (i) y/o a S2 (ii), preferiblemente en una cantidad de 1% en peso como máximo, con base en el peso total de S1 y/o S2.
7. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde en (iv), L1 se separa de L2 en un decantador por gravedad, preferiblemente en un decantador por gravedad horizontal.
8. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde al menos 95% en peso, preferiblemente al menos 98% en peso de L1 consiste de C3, acetonitrilo y agua, siendo el contenido de agua de L1 menor que 10% en peso, preferiblemente en el rango de 1 a 5% en peso, con base en el peso total de L1.
9. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde al menos 95% en peso, preferiblemente al menos 98% en peso de L2 consiste de C3, acetonitrilo y agua, siendo el contenido en C3 de L2 de 5% en peso como máximo, con base en el peso total de L2, y siendo el contenido de acetonitrilo de L2 menor de 45% en peso, preferiblemente en el rango de 10 a 35% en peso, con base en el peso total de L2.
10. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que comprende adicionalmente someter L1 a una etapa de destilación de donde se obtiene una corriente TL1 la cual contiene al menos 90% en peso, preferiblemente al menos 95% en peso de C3, con base en el peso total de TL1.
11. El método de la reivindicación 10, en donde, a partir de dicha etapa de destilación, se obtiene una corriente adicional BL1, consistiendo al menos 95% en peso, preferiblemente al menos 98% en peso de BL1 de C3, acetonitrilo y agua, y donde el contenido de C3 de BL1 está en el rango que va de 7 a 18% en peso, preferiblemente de 10 a 15% en peso, en cada caso con base en el peso total de BL1.
12. El método de la reivindicación 10 u 11, en donde dicha etapa de destilación, se emplea una torre de destilación y en donde dicha destilación se lleva a cabo a un punto de rocío en la parte superior de dicha torre de destilación de al menos 40°C, preferiblemente en el rango que va de 40 a 80°C.
13. El método de cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, en donde al menos una porción de TL1 es reciclada en (ii).
14. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, que comprende adicionalmente someter L2 a una etapa de destilación de donde se obtiene una corriente TL2 la cual contiene de 75 a 95% en peso, preferiblemente de 80 a 85% en peso de acetonitrilo, con base en el peso total de TL2.

15. El método de la reivindicación 14, en donde al menos una porción de TL2 es reciclada en (ii).
16. El método de la reivindicación 14 o 15, en donde dicha etapa de destilación es un proceso de destilación a dos presiones, en donde en una primera torre de destilación, la destilación se lleva a cabo a una presión superior que es mayor que la presión superior de una segunda torre de destilación y en donde el condensador utilizado para condensar la corriente superior de la primera torre de destilación se usa simultáneamente como vaporizador de la segunda torre de destilación.
- 5
17. El método de la reivindicación 16, en donde
- (aa) L2 es introducido en la primera torre de destilación desde la cual se obtiene una corriente VTL2 superior de vapor que contiene de 50 a 70% en peso de acetonitrilo, con base en el peso total de la corriente superior VTL2, siendo llevada a cabo la destilación preferiblemente a una presión superior que va de 10×10^5 a 20×10^5 Pa (10 a 20 bar); y
- 10
- (bb) condensar al menos parcialmente la VTL2 obtenido en (aa) e introducir la corriente condensada en la segunda torre de destilación de donde se obtiene TL2 como corriente superior, siendo llevada a cabo la destilación preferiblemente a una presión superior que va de 1×10^5 a 5×10^5 Pa (1 a 5 bar),
- 15
- en donde el condensador utilizado para condensar VTL2 se usa simultáneamente como vaporizador de la segunda torre de destilación.
18. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, en donde de acuerdo con (i), se provee S1 mediante un proceso que comprende
- (a) hacer reaccionar propeno, mezclado opcionalmente con propano, con peróxido de hidrógeno en un aparato de reacción en la presencia de acetonitrilo como solvente, obteniéndose una corriente S0 que sale del aparato de reacción, conteniendo S0 acetonitrilo, agua, óxido de propileno y opcionalmente propeno sin reaccionar, oxígeno y adicionalmente de manera opcional propano;
- 20
- (b) separar opcionalmente propeno, oxígeno y propano de S0 para obtener una corriente que consiste esencialmente de acetonitrilo, agua y óxido de propileno;
- 25
- (c) separar óxido de propileno de S0 o la corriente obtenida de (b) obteniendo así la corriente S1.
19. El método de la reivindicación 18, en donde en (a), se hace reaccionar propeno con peróxido de hidrógeno en la presencia de un catalizador heterogéneo, comprendiendo dicho catalizador preferiblemente una zeolita, preferiblemente una zeolita de titanio, más preferiblemente una zeolita de titanio de la estructura tipo MWW.
20. El método de la reivindicación 18 o 19, en donde en (b), se usa una torre de destilación y en la parte superior de dicha torre de destilación, se agrega acetonitrilo, opcionalmente mezclado con agua, como agente de limpieza.
- 30
21. El método de cualquiera de las reivindicaciones 18 a 20, en donde al menos una porción de la corriente BL1 de acuerdo con la reivindicación 11 es reciclada en (a).
22. El método de cualquiera de las reivindicaciones 18 a 21, en donde antes de (ii), S1 es sometida a una etapa de hidrogenación, siendo la corriente hidrogenada resultante sometida opcionalmente a una etapa de destilación.
- 35
23. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 22, en donde S1 contiene adicionalmente al menos un glicol, preferiblemente en una cantidad de 1% en peso o menos, con base en el peso total de S1.
24. El método de la reivindicación 23, en donde el al menos un glicol es seleccionado del grupo consistente de propileno glicol, dipropileno glicol, tripropileno glicol y una mezcla de dos o tres de los mismos.
- 40
25. El método de la reivindicación 23 o 24, conteniendo la corriente de fondos obtenida de la primera torre de destilación de acuerdo con la reivindicación 16 o 17 al menos una porción de el al menos un glicol en donde dicha corriente de fondos, opcionalmente después de combinarse con la corriente de fondos obtenida de la segunda torre de destilación de acuerdo con la reivindicación 16 o 17, es sometida a una etapa de separación de glicol.
26. Un proceso altamente integrado para la preparación de óxido de propileno, comprendiendo el proceso
- (a) hacer reaccionar propeno, opcionalmente mezclado con propano, con peróxido de hidrógeno en un aparato de reacción en la presencia de acetonitrilo como solvente, obteniéndose una corriente S0 que sale de dicho aparato de reacción, conteniendo S0 acetonitrilo, agua, óxido de propileno y opcionalmente propeno sin reaccionar, oxígeno y opcionalmente propano;
- 45

- (b) separar opcionalmente propeno, opcionalmente junto con propano, y oxígeno de S0 para obtener una corriente, consistiendo al menos el 99% en peso de la misma de acetonitrilo, agua y óxido de propileno;
- (c) separar óxido de propileno de S0 o la corriente obtenida de (b), obteniendo así una corriente S1 que contiene al menos 95% en peso de acetonitrilo y agua, con base en el peso total de S1, en donde la relación en peso de acetonitrilo:agua es mayor que 1;
- 5 (d) agregar una corriente P, que comprende al menos 95% en peso de C3 con base en el peso total de la corriente P, a S1 para obtener una corriente mixta S2, siendo C3 propeno mezclado opcionalmente con propano con una relación mínima en peso de propeno:propano de 7:3;
- (e) someter S2 a una temperatura que va de 5 a 90°C y a una presión de al menos 10×10^5 Pa (10 bar), obteniendo una primera fase líquida L1, en donde al menos 90% en peso de L1 consiste de C3, acetonitrilo y agua, y una segunda fase líquida L2, donde al menos 90% en peso de L2 consiste de acetonitrilo y agua, y donde la relación en peso de acetonitrilo:agua en L2 es menor de 1;
- 10 (f) separar L1 de L2;
- (g) someter L1 a una etapa de destilación de donde se obtiene una corriente TL1 la cual contiene al menos 90% en peso de C3, con base en el peso total de TL1; y de donde se obtiene una corriente adicional BL1, consistiendo al menos 95% en peso de BL1 de C3, acetonitrilo y agua, en donde el contenido en C3 de BL1 está en el rango de 7 a 18% en peso con base en el peso total de BL1;
- 15 (h) someter L2 a una etapa de destilación de donde se obtiene una corriente TL2 la cual contiene de 75 a 95% en peso, preferiblemente de 80 a 85% en peso de acetonitrilo, con base en el peso total de TL2;
- 20 en donde al menos una porción de BL1 es reciclada en (a); y/o
 en donde al menos una porción de TL1 es reciclada en (d); y/o
 en donde al menos una porción de TL2 es reciclada en (d).
27. El proceso de la reivindicación 26, en donde BL1 es reciclado en (a) y TL1 es reciclado en (d) y TL2 es reciclado en (d).
- 25 28. El proceso de la reivindicación 26 o 27, que comprende adicionalmente
- (y) someter la corriente obtenida de (c) a una etapa de hidrogenación;
- (z) someter la corriente obtenida de (y) a una etapa de destilación a la corriente S1 obtenida y someter S1 a (d).