



31  
201

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

CONTROL DE CALIDAD EN EL PROCESO DE  
SINTESIS DE ACRILONITRILLO EN LA PLANTA DE  
PEMEX EN SN. MARTIN TEXMELUCAN, PUEBLA

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

**Q U I M I C O**

P R E S E N T A :

**NORA RITA MAGAÑA ESPARZA**



1 9 9 1

FALLA DE CRIGEN



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## CONTENIDO:

### CAPITULO I.

#### ANTECEDENTES.

### CAPITULO II.

#### DIVERSOS PROCESOS INDUSTRIALES DE OBTENCION DE ACRILONITRILO.

- I. Deshidratación Catalítica de Etilencianohidrina.
- II. Reacción Catalítica de Acetileno y Acido Cianhídrico.
- III. Reacción Catalítica de Propileno con Oxido Nítrico  
(Proceso Du Pont).
- IV. Oxidación Catalítica de Propileno, Aire y Amoniaco.

### CAPITULO III.

#### PROCESO INDUSTRIAL SOHIO.

### CAPITULO IV.

#### MÉTODOS QUÍMICOS UTILIZADOS PARA EL CONTROL DE CALIDAD DE ACRILONITRILO EN SU PROCESO DE SÍNTESIS Y PRODUCTO FINAL.

- I. Método TUL-AN 1.  
DETERMINACION DE ACIDO CIANHIDRICO.
- II. Método TUL-AN 2.  
DETERMINACION DE ACRILEINA.
- III. Método TUL-AN 3.  
DETERMINACION DE AGUA.
- IV. Método TUL-AN 4.  
DETERMINACION CROMATOGRÁFICA DE :  
ACETONITRILO  
ACETONA  
PROPIONITRILO

V. Método TUL-AN 5.

ACIDEZ COMO ACIDO ACETICO.

VI. Método TUL-AN 6.

DETERMINACION DE INHIBIDOR MeHQ.

VII. Método TUL-AN 7.

DETERMINACION DE pH AL 5%.

VIII. Método TUL-AN 8.

APARIENCIA EN PRODUCTO FINAL.

IX. Método TUL-AN 9.

DETERMINACION DE COLOR.

X. Método TUL-AN 10.

ANALISIS ULTRAVIOLETA DE CIANOBUTADIENO Y  
DIVINILACETILENO.

XII. Método TUL-AN 12.

DETERMINACION DE COBRE.

XII. Método TUL-AN 13.

DETERMINACION DE FIERRO.

XIII. Método TUL-AN 14.

DETERMINACION DE PEROXIDOS.

XIV. Método TUL-AN 15.

INDICE DE REFRACCION.

XV. Método TUL-AN 16.

DETERMINACION DE OXAZOL.

XVI. Método TUL-AN 18.

VALOR DE TITULACION.

XVII. Método TUL-AN 19.

RANGO DE DESTILACION.

XVIII. Método TUL-AN 20.

MATERIA NO VOLATIL.

CAPITULO V.

CONCLUSIONES.

CAPITULO VI.

BIBLIOGRAFIA.

## **CAP. I**

### **ANTECEDENTES**

**HISTORIA .-** El acrilonitrilo (nitrilo de 2-propeno, cianuro de vinilo),  $C_3H_3N$ , fue preparado por primera vez en 1893 por el químico Frances Ch. Moureu, por deshidratación de acrilamina o cianohidrina de etileno usando pentóxido de fósforo.

Adquirió una mayor importancia, a partir de la segunda Guerra Mundial donde fué descubierto que incrementaba grandemente la resistencia de hules sintéticos para contener aceites y disolventes. Durante este periodo los plásticos nitrogenados fueron producidos en una modesta escala comercial en Alemania y los Estados Unidos, desde entonces una gran variedad de aplicaciones se han desarrollado en el área de fibras sintéticas, elastómeros y como intermediario de síntesis orgánicas. Actualmente el acrilonitrilo(AN) es uno de los grandes bloques de la industria química.

**PROPIEDADES.-** El peso molecular del AN es 53.06, es un líquido incoloro con un olor característico semejante a la semilla de durazno. El AN es miscible con solventes orgánicos, como la acetona, el benceno,  $CCl_4$ , éter etílico, acetato de etilo, tolueno y algunos kerosenos, dióxido de carbono líquido y alcohol metílico.

**PROPIEDADES FISICAS.**

Punto de ebullición, °C y 101.3 Kpa.	77.3
Punto de congelación, °C	-83.55 ± 0.5
Presión crítica, Kpa.	$3.536 \times 10^3$
Temperatura crítica, °C	246.0
Densidad 20 °C, g/l	0.8060

Viscosidad 25 °C, exp.		0.34
Indice de refracción, $\eta D^{25}$		1.3888
Constante dieléctrica a 33.5 MHz		38.0
Tensión superficial 24 °C, N/m		27.3
Presión de vapor	Kpa	°C
	6.7	8.7
	13.3	23.6
	33.3	45.5
	66.7	64.7
	101.3	77.3

#### DATOS TERMODINAMICOS.

Punto flash a 1 atm. °C		-5.0
Temperatura de ignición, °C		481.0
Límite de explosivos en aire 25°C		3.05 -17.0 0.5% vol.
Entropía de vapor, 25°C y 101 Kpa KJ/mol		274.06
G <sub>r</sub> , vapor a 25°C KJ/mol		195.40
H <sub>r</sub> vapor a 25°C KJ/mol		185.02
Calor de combustión a 25°C KJ/mol°C		1,761.47
Calor de vaporización a 25°C KJ/mol°C		37.65
Capacidad calorífica molar KJ/Kg K líquido		2.09
Vapor a 50°C y 101.3 Kpa		1.204
Calor molar fusión KJ/mol		66,635.00

**CAP. II**

**DIVERSOS PROCESOS INDUSTRIALES**

**PARA LA OBTENCION DE**

**ACRILONITRILLO**

Aunque se obtienen muy buenos rendimientos de AN este proceso tiene dos desventajas :

- a) El alto costo de la materia prima.
- b) El catalizador se tiene que regenerar continuamente pues pierde rápidamente su actividad.

Los rendimientos en este proceso son 75-80%, basados en acetileno.

### III. REACCION CATALITICA DE PROPILENO (PROCESO DU PONT. 1956).(6)

Este proceso llamado nitrozación, se realiza a partir de propileno y monóxido de nitrógeno. Está basado en la siguiente reacción :



El catalizador utilizado puede ser óxido de plata sobre un soporte de sílica y de óxidos de metales alcalinos como el talio y compuestos de plomo (7).

Este proceso no es considerado como una variante simple de la amoxidación, aunque el monóxido de nitrógeno se fabrica por oxidación de amoniaco y posteriormente se hace reaccionar con propileno no es una amoxidación de dos etapas porque :

- a) Poco o nada de nitrógeno se produce en la reacción de amoxidación cuando ésta se lleva a cabo eficientemente.

- b) No se detecta nada de monóxido de nitrógeno como subproducto de la amoxidación del propileno.

- c) Los catalizadores para la reacción de NO con  $\text{C}_3\text{H}_6$  no promueven eficientemente la amoxidación pero los catalizadores de

la amoxidación si sirven para la oxidación de  $\text{NH}_3$  a  $\text{NO}$ .

Aunque se obtienen buenos rendimientos (8) comparables con los del proceso SOHIO, este proceso no es usado actualmente a nivel comercial debido a su principal desventaja se tiene que usar exceso de propileno para obtener un rendimiento alto y el propileno que no reaccionó no puede ser recirculado directamente, ya que se haya diluido con el nitrógeno obtenido por reducción en la reacción.

#### IV. OXIDACION CATALITICA DE PROPILENO, AIRE Y AMONIACO.



Hay variantes sobre esta ruta de obtención de AN, la base de los procesos son comunes, pero difieren escencialmente en el catalizador y el tipo de reactor ya sea de lecho fijo o de lecho fluidizado. (9)

En seguida se enlistan los diversos procesos, los cuales se basan en el proceso de amoxidación :

##### A. PROCESO BP-DISTILLERS-UGINE.(10)

Distillers ha usado un proceso que emplea propileno (85-90%) puro, amoniaco, aire u oxígeno y agua como materias primas.

Este proceso está basado en la amoxidación para la obtención de AN, utiliza dos etapas :

En la primera se oxida el propileno para obtener acroleína utilizando un catalizador de  $\text{Se-CuO}$ , para posteriormente hacer reaccionar la acroleína con amoniaco en presencia de aire y un

catalizador de  $\text{MoO}_3$ . Este fué el precursor de estudios desarrollados por las firmas Distillers, Uguine-Kuhlmann para obtener el AN en una sola etapa, usando catalizador de antimonio-óxido de estaño y adición de óxido férrico.

La temperatura de la reacción está entre  $372-482^\circ\text{C}$  y en ella se produce AN monómero de grado fibra.

Otro catalizador descubierto es una reja o gasa metálica de platino o de una aleación platino-rhodio. La temperatura empleada en este caso es de  $800-900^\circ\text{C}$ . La presión está en un amplio rango de 50 mm. de Hg y a veces se encuentra por arriba de 5 atm.

El reactor que se utiliza para llevar a cabo esta reacción es un reactor de tipo lecho fijo.

Este proceso tiene pocas pérdidas de calor y además genera vapor para los requerimientos de la planta; el catalizador fué desarrollado por Distillers para la reacción de amoxidación de propileno, su manufactura se realiza con materiales baratos y muy abundantes.

La desventaja principal es que este proceso consume gran cantidad de propileno y el sobrante no es posible recircularlo por lo que tiene una baja eficiencia.

El proceso produce acetonitrilo del 99% de pureza.

También se produce HCN que ya recuperado es utilizado para usos químicos sin necesidad de otra purificación.

El rendimiento de producción de AN es aproximadamente de 55-58%.

## B. PROCESO SNAM PROGETTI. (10)

La síntesis de AN de SNAM se basa en la amoxidación de propileno con amoníaco y aire.

El catalizador utilizado es molibdato de vanadio y bismuto.

Este proceso está basado en un sistema catalítico original el cual permite alto rendimiento de AN con muy poca cantidad de acetonitrilo producido.

La reacción toma lugar a 398-538°C y a una presión de 2 Kg/cm<sup>2</sup> abs. Para esta reacción se utiliza un reactor de lecho fijo.

El calor desarrollado por el reactor es reconvertido como presión de alta. Los productos de la reacción son neutralizados en una columna donde luego reacciona el amoníaco con ácido sulfúrico para producir una solución de sulfato de amonio. Los productos orgánicos son mandados a la columna de absorción hasta el tope del cual la salida de los gases es descargada. La solución colectada en el fondo de la columna de absorción es mandada a la columna de destilación para quitar agua, acetonitrilo, ácido cianhídrico y otros productos del AN (12).

La planta piloto que utilizaba este proceso, obtenía un rendimiento de 69% con una eficiencia del 73 %.

## C. PROCESO OSTERREICHISCHE STICKSTOFFWERKE (OSW). (13)

A base de propileno amoníaco y aire se obtiene AN, en reactores de lecho fijo a escala técnica.

Este proceso puede diferenciarse de los demás por su síntesis y funcionamiento; los productos de reacción y todos los

subproductos fueron separados totalmente sin agregar agentes químicos extras obteniendo subproductos de alta pureza.

Se utiliza un catalizador que contiene BiMo.

#### D. PROCESO MONTEDISON SPA.

Este es un proceso para la producción de alta pureza de AN por amoxidación de propileno, a partir de propileno, amoníaco y aire. Los subproductos son : Acido cianhídrico, acetónitrilo y sulfato de amonio. (14)

Este proceso utiliza un catalizador nuevo, muy activo, con gran eficiencia, que tiene capacidad de dar conversión de más del 95% y tiene una selectividad hacia AN de más de 80%, el catalizador se compone de óxido de telurio-cerio y molibdeno sobre sílica a temperaturas de 240-260°C y 2 kg/cm<sup>2</sup> (15).

El propileno, amoníaco y aire son alimentados a un reactor catalítico de cama fluidizada operado a 420-460°C. El control térmico del reactor se basa en el calor intercambiado inmerso en la cama catalítica. Los gases de reacción son lavados con amoníaco en una torre por circulación de una solución de sulfato de amonio manteniendo un pH ácido por la adición continua de ácido sulfúrico.

Los requerimientos de amoníaco disminuyen grandemente lo cual minimiza la neutralización del exceso de amonio que no reaccionó.

Todos los productos de la reacción son absorbidos en agua y el propileno que no reaccionó, reacciona posteriormente con oxígeno produciendo CO y CO<sub>2</sub>, junto con nitrógeno son descargados.

produciendo AN con un 96.1% de conversión. (21)

-Estudios hechos por Jpn. Kokai Tokkyo. Koho JP. (1979), utilizaron un catalizador a base de  $Sb_2O_3$ , reportando un rendimiento del 80.5%. (22).

-Otro catalizador se basa en complejos de óxidos de Fe, Mo y Bi con elementos de los grupos IA, IB, IIB, IIIA o IIIB, se reporta un rendimiento del 80.0% (23)

El proceso SOHIO utilizado en la planta de acrilonitrilo de San Martín Texmelucan, Pue. Será descrito en detalle en un capítulo posterior.

### **CAP. III.**

### **PROCESO INDUSTRIAL SOHIO.(24)**

Este proceso es el que utiliza la planta de acrilonitrilo de San Martín Texmelucan y está dividido en tres secciones :

- A. Sección de reacción.
- B. Sección de recuperación.
- C. Sección de purificación.

#### A. SECCION DE REACCION.

La sección de reacción está constituida por un reactor catalítico de lecho fluidizado (I).\*

El catalizador que se utiliza dentro del reactor se acondiciona de la siguiente manera :

Se calienta el catalizador con aire durante el arranque del reactor a 400°C antes de introducir la carga de amoniaco-propileno.

Una compresora centrífuga (II) manda el aire de proceso al reactor.

El amoniaco proviene de esferas de almacenamiento (III), éste se envía a unos vaporizadores (IV) y posteriormente a un separador de arrastre (V) en donde se elimina el líquido que se haya arrastrado, los vapores se calientan a 66°C en un sobrecalentador de amoniaco (VI).

El propileno proviene de esferas de almacenamiento (VII), este se envía a unos vaporizadores (VIII) y posteriormente a un separador de arrastre (IX), los vapores separados se calientan a 66°C en un sobrecalentador de propileno (X).

\*El número romano se refiere a los equipos del diagrama de flujo del proceso.

Tanto los vapores de amoníaco como los de propileno se mezclan y se inyectan al reactor (I) a una temperatura de 66°C a 3.2 Kg/cm<sup>2</sup>

Los flujos de diseño :

Amoniaco : 3,975 m<sup>3</sup> N/H.

Propileno (95% puro) : 3,985 m<sup>3</sup> N/H.

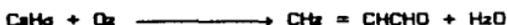
Aire : 39,000 m<sup>3</sup> N/H.

Las relaciones recomendadas son las siguientes :

Amoniaco / Propileno : 1.05 - 1.15

Aire / Propileno : 9.8 - 10.0

Al pasar los vapores a través del reactor éstos reaccionan exotérmicamente produciéndose las siguientes reacciones :



El calor liberado se utiliza para mantener la reacción.

El control de la temperatura del reactor se obtiene, agregando o quitando de uso serpentines de vapor saturado y también con el ajuste de las relaciones de flujo de la carga al reactor. La temperatura del reactor debe de ser de 430°C y 1.063 Kg/cm<sup>2</sup>.

Los productos de la reacción son llamados efluentes del reactor, contienen amoníaco sin reaccionar, propileno, oxígeno,

nitrógeno, acrilonitrilo, acetonitrilo, ácido cianhídrico, bióxido de carbono, monóxido de carbono, agua y pequeñas cantidades de otros materiales.

Durante la operación los polvos demasiado finos de catalizador no son retenidos por los ciclones del reactor y pasan fuera con el gas efluente.

Ocasionalmente, reacciones de oxidación indeseables llamadas de post-combustión tienen lugar en la cámara colectora de gases de horno y en la línea del efluente del reactor. La post-combustión se detecta por la elevación rápida de la temperatura. Las alarmas de temperatura darán una indicación de posible post-combustión a la cual se detiene por la adición de vapor de apagado.

Los gases del efluente del reactor que salen a  $430^{\circ}\text{C}$  y  $1 \text{ Kg/cm}^2$ , se enfrían parcialmente al pasar por un enfriador (XI) (el cual se enfría a  $232^{\circ}\text{C}$ ) posteriormente los gases fluyen a la torre de apagado (XII) en la sección de recuperación.

## VARIABLES DE OPERACION

Algunas de las consideraciones importantes que se deben de tener en cuenta son :

Cuando hay mayor presión en el reactor disminuye la velocidad de los gases de salida del reactor el cual causa que no fluidice bien el catalizador, hay mayor producción de  $\text{CO}_2$ , mayor consumo de  $\text{O}_2$  y menor producción de AN.

La disminución de presión provoca mayor cantidad de AN, hay pérdida de catalizador ya que aumenta la velocidad de los gases y, los ciclones, son menos eficientes.

Cuando la cantidad de Oz es alta se puede formar una mezcla explosiva.

Una cuestión importante es que los gases no se deben de enfriar a temperaturas menores de 232°C, ya que esto causará condensación y entonces hay polimerización de los productos del reactor causando taponamiento.

#### B. SECCION DE RECUPERACION.

Esta sección la compone : Una torre de apagado, torre absorbidora, torre de recuperación y torre fraccionadora de acetoneitrilo.

Los gases provenientes del reactor a 232°C llegan a la parte inferior de la torre de apagado (XII).

Los gases ascienden hacia la parte superior de la torre enfriándose a contracorriente con agua.

La función de la torre de apagado es :

- Enfriar los gases del efluente del reactor de 232°C a 85°C.
- Eliminar el amoníaco que no reaccionó neutralizándolo con ácido sulfúrico ya que el amoníaco reacciona con el AN, HCN y acroleína (ACO), formando polímeros que causan taponamientos en los equipos.

La adición de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, se regula por medio de un controlador registrador de pH automáticamente.

Igualmente se agrega antiespumante al agua circulante de apagado. La corriente del fondo de la torre de recuperación (XVI) y el agua de circulación del decantador de la torre de despunte (XXVII), se introduce a la torre de apagado para suministrar el agua de repuesto al sistema de circulación. Una porción de ésta

corriente se evapora, la porción restante se manda al incinerador de desechos. Por el fondo de la torre de apagado se elimina : La corriente de agua de cianuros inorgánicos, polímeros y cantidades mínimas de catalizador arrastrados del reactor al igual que el sulfato de amonio.

Los efluentes de la torre de apagado se enfrían más en el post-enfriador de apagado (XIII).

Los gases entran a la parte superior del enfriador donde se enfrían a 35°C.

En el agua de recirculación de este enfriador se agrega una solución al 10% de carbonato de sodio para controlar el pH de esta corriente que debe ser de  $\text{pH} = 6.0 - 6.5$ , para evitar la corrosión del equipo; también se agrega a esta corriente hidroquinona para evitar la polimerización de AN.

A la salida de los gases del enfriador se tiene un analizador registrador de oxígeno que sirve para detectar el contenido de oxígeno en el efluente del reactor, el cual debe de ser de 1 a 3 % y no mayor de 7% porque forman mezclas explosivas.

Los gases fríos del efluente del reactor que salen del post-enfriador se enfrían a contracorriente de agua de la torre absorbidora.

Torre absorbidora (XIV). Esta torre está formada por dos partes :

La parte inferior constituida por 60 platos utilizados para absorber el AN y otros compuestos orgánicos en agua fría y la parte superior de los 6 platos que sirven como cambiador de calor.

de "agua rica contra agua pobre" (XV), donde se calienta a 66°C antes de entrar a la torre.

Torre recuperadora (XVI), consta de 95 platos, su función es la de separar del AN el ACN y parte del agua.

Recibe el "agua rica" que proviene del fondo de la torre de absorción (XIV) que está constituida por : agua, AN, HCN, ACO, cianuros y polímeros.

La separación se hace por medio de una destilación extractiva para lo cual se agrega "agua solvente", que llega al domo superior de la torre y con la cual se absorbe el ACN teniendo una temperatura de 49°C. Esta corriente se destila en los platos inferiores de la torre.

La corriente más ligera sale por el domo superior de la torre, contiene AN, agua y HCN con rastros de ACN.

Un factor de importancia es que el agua solvente no debe de contener más de 50 p.p.m. de ACN de lo contrario, contaminaría al AN que está saliendo por el domo de la torre.

En la parte inferior de la torre en el plato número 37 se va formando una muestra de agua con ACN, libre de AN.

Se hace una extracción de vapores a 107°C, que contiene agua y ACN donde se separa el ACN del agua.

La operación de la torre se basa en tener en el domo superior una corriente que no contenga más de 300 p.p.m. de ACN y en el plato número 1 una corriente de agua que no contendrá más de 60 p.p.m de ACN, no más de 300 p.p.m de HCN y no tener más de 50 p.p.m de AN. La corriente de agua que regresa al plato no. 17 del

número 4.

El carbonato de sodio se agrega para evitar la corrosión de los equipos y evitar la formación de acroleína-cianhidrina, ajustando el pH del agua de circulación en 6.0 - 6.5.

Los vapores que salen del domo superior de la torre tienen una temperatura de 80 - 95°C, constando éstos vapores de : Agua, AN y HCN (no deberá contener más de 300 p.p.m. de ACN), se condensan y enfrían a 40°C en un condensador (XVII). Luego pasan al decantador de la torre de recuperación (XVIII), en donde hay separación de dos fases. La inferior rica en agua y la superior rica en AN y en HCN, esta corriente se manda a la torre de despunte.

Torre fraccionadora de acetonitrilo (XIX). Esta torre consta de 15 platos perforados.

Recibe como carga una corriente de vapores a 107°C, la cual es regulada desde el plato número 37 de la torre de recuperación (XVIII).

Esta corriente contiene : agua, ACN, y trazas de HCN. Se recibe por el fondo de la torre en el plato número 1.

Los vapores ascienden poniéndose en contacto con una corriente de reflujo procedente del domo superior; así se hacen los vapores más puros en ACN.

Por el domo superior de la torre se obtiene una corriente de vapores que van al condensador (XX) donde se condensan y enfrían a 38°C de aquí pasan al acumulador de reflujo (XXI). Una parte de esta corriente se regresa como reflujo al domo superior de la

fondo es mayor de 450 p.p.m. se debe a que no está extrayendo lo suficiente por el domo, o que el plato número 44 de la torre de recuperación requiere de mayor temperatura.

Se adiciona antiespumante en la línea de reflujo para evitar la formación de espuma en la torre.

### C. SECCION DE PURIFICACION.

Esta sección la componen: La torre de despunte y torre de producto.

Torre de despunte (XXII). Esta torre de 62 platos perforados recibe como carga una corriente procedente del decantador de la torre de recuperación (XVIII) (fase orgánica). Esta corriente se compone principalmente de agua, ACN y HCN.

La función principal de ésta torre es separar del AN el HCN y el agua, obteniendo por el fondo una corriente de AN con trazas de impurezas.

La carga antes de entrar a la torre se calienta con vapor de agua de baja presión en un precalentador (XXIII) a 60°C.

En el domo superior de la torre se obtienen una corriente de vapores de HCN, los cuales no deberán de tener más de 100 p.p.m. de AN, estos vapores van a la parte superior del condensador (XXIV) vertical, donde se condensan y enfrían a 29°C, el condensado de HCN se acumula en la parte inferior del condensador y regresa por gravedad al domo superior de la torre para mantener una temperatura (aquí debe ser de 32°C), los vapores de no condensado y líquido arrastrado van al acumulador de HCN (XXV). Del acumulador, los vapores del HCN se mandan por medio de un

control de presión al incinerador ó al flare. La presión de este acumulador se controla a  $0.3 \text{ Kg/cm}^2$ . La acumulación de HCN líquido en el acumulador se elimina vaporizándolo con vapor de agua de baja presión.

Del plato número 26 de la torre se extrae una corriente lateral líquida a  $80^\circ\text{C}$  y que contiene : agua, AN y más de 2% de HCN, ésta se enfría a  $40^\circ\text{C}$  en un enfriador (XXVI), donde la mayor parte se condensa y se recibe en el acumulador-decantador de la torre de despunte (XXVII).

En este decantador se forman dos capas : La superior rica en AN se regresa a la torre, una parte va al control de flujo al plato 28 y otra va al plato número 25 que mantiene estable el nivel de la capa orgánica en el decantador, estas corrientes no deberán contener más de 2% de HCN la capa acuosa del decantador, la cual contiene la mayor parte de agua, lleva algo de AN y HCN, se manda normalmente a la torre de apagado (XII) aunque también puede mandarse a la torre de recuperación (XVI).

El calentamiento del fondo de la torre se lleva a cabo por medio de rehervidores (XXVIII) manteniendo el fondo a  $90^\circ\text{C}$ .

Los principales puntos en la operación en ésta torre son los siguientes :

- La corriente del domo superior no deberá contener más de 100 p.p.m. de AN, lográndose esto por medio de mantenimiento en la temperatura en el domo superior de  $32^\circ\text{C}$  y vigilando la temperatura del plato número 32, la cual debe permanecer estable, si esta temperatura sube, aumentará la cantidad de AN (y también de agua)

que se pierde por el domo superior, si baja aumentará la cantidad de HCN en el fondo de la torre.

- El control del contenido de HCN en la fase orgánica del decantador (XXVII) rica en AN deberá de tener de 0.5 - 2.0%; una cantidad de HCN puede contaminar el fondo de la torre esta regulación se consigue (teniendo controlada la temperatura del domo), elevando la temperatura del plato número 52 con vapor a los rehervidores y ajustando el flujo al plato número 28.

- El fondo de la torre de despunte no deberá contener más de 500 p.p.m. de HCN, si se presenta esta anomalía es debido a que la parte superior de la torre no está trabajando adecuadamente y el contenido de este producto es alto en la fase orgánica del decantador.

Si el contenido de agua es mayor de 0.25% deberá aumentarse la cantidad de vapor a los rehervidores o ajustar el flujo de agua de sellos a las bombas de fondos ya que puede haber exceso de agua.

Se agrega hidroquinona en el plato número 60 para evitar la polimerización de AN, en una cantidad que no exceda de 150 p.p.m.

En él también se agrega ácido acético a la línea del domo antes del condensador para evitar la polimerización del HCN, también se agrega SO<sub>2</sub> a los vapores de HCN que van al acumulador.

Torre de producto (XXIX). Esta es una torre de 50 platos y su función principal es la obtención de producto dentro de especificaciones, usando como guía el análisis de las corrientes provenientes del domo superior y del fondo.

La carga de esta torre procede del fondo de la torre de despunte, se recibe en el plato número 12 a la temperatura de 90°C.

Esta corriente se compone de AN con impurezas de HCN, agua, cianuros, polímeros y puede contener ACN, acetona, ACO, ácido acético, PRN, etc.

El HCN y agua son los que se eliminan por el domo superior de la torre; los pesados, cianuros y polímeros son los que se eliminan por el fondo, las demás impurezas compuestas por : ACN, acetona, ACO, ácido acético son compuestos que vienen arrastrándose en el proceso, por lo que deben eliminarse ajustando la operación de los equipos anteriores a la torre de producto, por lo que algunas no se separan del AN en esta torre.

Por el domo superior de la torre salen a 45°C los vapores de AN llevando las impurezas de HCN y agua que se condensan en el condensador (XXX), el líquido es luego mandado al acumulador de reflujo (XXXI), de aquí se descarga una parte al domo superior de la torre como reflujo para mantener en éste una temperatura de 45°C, la otra parte se regresa como parte de la carga a la torre de recuperación (XVI).

Una pequeña parte se recircula a la torre de recuperación esto se hace para evitar la acumulación en el domo superior de la torre.

En el condensador del eyector (XXXV), el condensado formado se manda al drenaje químico, los gases incondensables al quemador de campo; del plato número 40 de la torre se extrae el AN producto

a 50°C a través del acumulador de extracción (XXXII), de aquí se manda hacia el enfriador (XXXIII) donde se enfría a 38°C. luego pasa a otro enfriador (XXXIV), donde llega a 18°C y, a esta temperatura se manda a los tanques de almacenamiento de producto "diario" cuando el AN está dentro especificaciones, si no es así (por contaminación de ACN), se bombea al tanque de AN "crudo", si es por cualquier otra razón se bombea al tanque de AN fuera de especificaciones.

Del fondo de la torre se extrae una corriente a 64°C de AN que contiene impurezas de productos pesados como son : Cianuros y polimeros. Se extrae esta corriente de la torre pasando por los filtros de polimeros y posteriormente se manda como recirculación a la torre de apagado (XII).

Dentro de los puntos importantes que serán considerados en la operación de ésta torre son :

- El domo de la torre de producto no deberá de tener más de 100 p.p.m. de HCN.
- El fondo de la torre de producto tendrá de 1000 a 4000 p.p.m. de cianuros.

El domo superior de la torre se mantiene a una temperatura de 45°C por medio del reflujo, pero lo importante para la operación de la torre es mantener en el domo superior una concentración de HCN que no exceda de 1000 p.p.m. de lo contrario indica que hay acumulación de ligeros en la torre que pueden contaminar al producto, en este caso se deberá fomentar el flujo de recirculación hacia la torre de recuperación hasta que el AN

producto esté dentro de las especificaciones del HCN.

La temperatura en el fondo de la torre se mantiene a 64°C, lo mismo que en el domo lo importante es mantener en el fondo una concentración de cianuros (reportando como HCN) de 1000 - 4000 p.p.m., concentraciones mayores a éste rango indican que hay acumulación de pesados en la torre, que pueden contaminar al AN producto, para lograr ésta concentración se deberá aumentar el flujo de recirculación del fondo de la torre hacia la torre de apagado (XII), hasta obtener el AN producto de especificaciones por cianuros.

Las especificaciones de operación para el producto AN son las siguientes :

- 1.- El contenido de HCN no debe de ser más de 10 p.p.m.
  - 2.- El contenido de agua debe de ser de 0.2 - 0.6% en peso.
  - 3.- El contenido de inhibidor metil-éter hidroquinona de 35 - 45 p.p.m.
  - 4.- El contenido de ACN no debe de ser más de 500 p.p.m.
  - 5.- El contenido de acetona no debe de ser más de 300 p.p.m.
  - 6.- El contenido de PRN no debe de ser más de 100 p.p.m.
  - 7.- El contenido de ACO no debe de ser más de 10 p.p.m.
  - 8.- La acidez no debe de ser más de 35 p.p.m.
  - 9.- La apariencia debe de ser clara y libre de materia en suspensión.
  - 10.- El color APHA no debe de ser mayor de 10.
- Acrilonitrilo fuera de especificaciones.
- Si el AN está fuera de especificaciones por alto contenido de

HCN (más de 20 p.p.m.) se deberá en primer lugar, checar el flujo de la recirculación del domo superior hacia la torre de recuperación (XVI), probablemente el contenido de HCN sea alto por bajo flujo de recirculación, también se deberá aumentar la extracción del fondo hacia la torre de apagado.

Otra causa probable es que la carga a la torre contenga exceso de HCN por lo que deberá verificarse y ajustarse el fondo de la torre de despunte para tener menos de 500 p.p.m. de este compuesto.

Cuando el AN está fuera de especificaciones por exceso de agua, las causas más probables pueden ser : que está llegando exceso de agua en la carga a la torre por lo que deberá verificarse el contenido de agua en el fondo de la torre de despunte (XXII), el cual no deberá ser mayor de 0.25%, hacer entonces los ajustes necesarios para bajar esta concentración.

Otra causa ligada a la anterior es que si el contenido de HCN es alto en el decantador de la torre de despunte (XXVII), el agua en presencia de HCN se hace más soluble en el AN y el agua acompaña al AN a la salida de la torre del producto (XIX), por lo que es necesario verificar y ajustar el contenido de HCN.

Otra causa aunque menos probable es que haya acumulación de agua en el acumulador de reflujo de la torre del producto (XXXI), por lo que hay que verificar y purgarlo.

Si el AN está fuera de especificaciones por alto contenido de ACN (más de 200 p.p.m.), la causa es que no se eliminó este compuesto en la torre de recuperación (XVI), por lo que hay que

verificar el contenido de ACN en el domo de esta torre el cual no deberá ser mayor de 300 p.p.m.

Si el inhibidor metilhidroquinona está fuera de rango en el AN, lo único que hay que hacer es ajustar la adición de este inhibidor en el domo superior de la torre de producto hasta que su concentración en el producto sea de 20 - 40 p.p.m.

La acetona se forma en el reactor (I), junto con los demás productos de reacción, hay un aumento de la producción de acetona cuando la relación amoniaco-propileno es baja y esta puede ser la razón de que el AN esté fuera de especificaciones por alto contenido de acetona (más de 300 p.p.m.).

La acetona que entra junto con la carga a la torre de producto se debe eliminar por el domo de ésta y recircularse a la torre de recuperación, pero se elimina cuando se manda el agua del decantador de la torre de despunte al sistema de agua de deshechos.

Por lo anterior se tratará de eliminar la acetona del producto aumentando la recirculación del domo hacia la torre de recuperación y metiendo más vapor a los rehervidores para aumentar el reflujo, pero como se mencionó anteriormente la acetona se elimina del proceso purgando el agua del decantador al sistema de agua de deshechos.

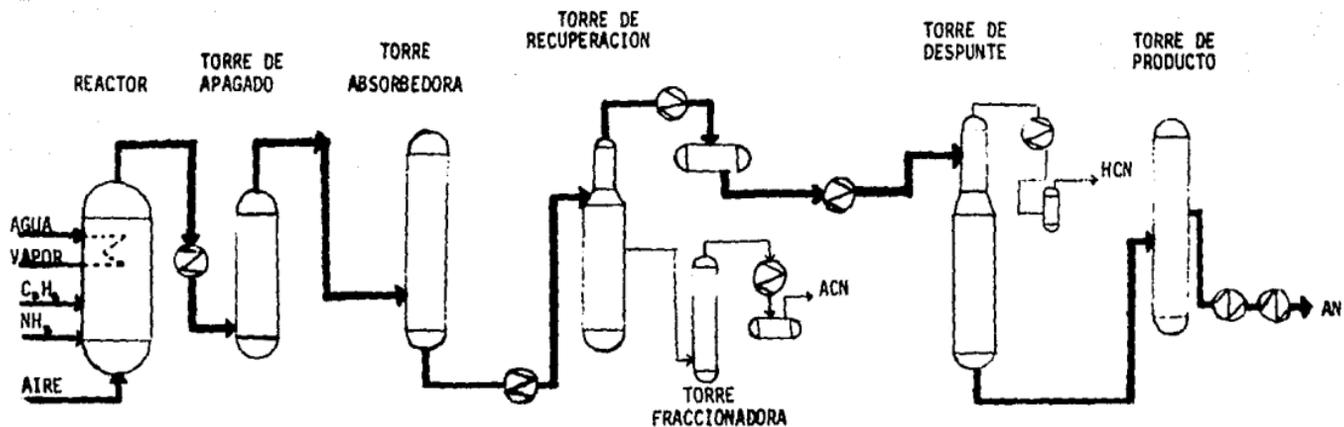
Si es alta la acidez del AN producto (más de 35 p.p.m.) deberá de reducirse la cantidad de ácido acético que se está adicionando en el domo de la torre de despunte.

El color no debe de ser mayor de 10, hay que observar si el

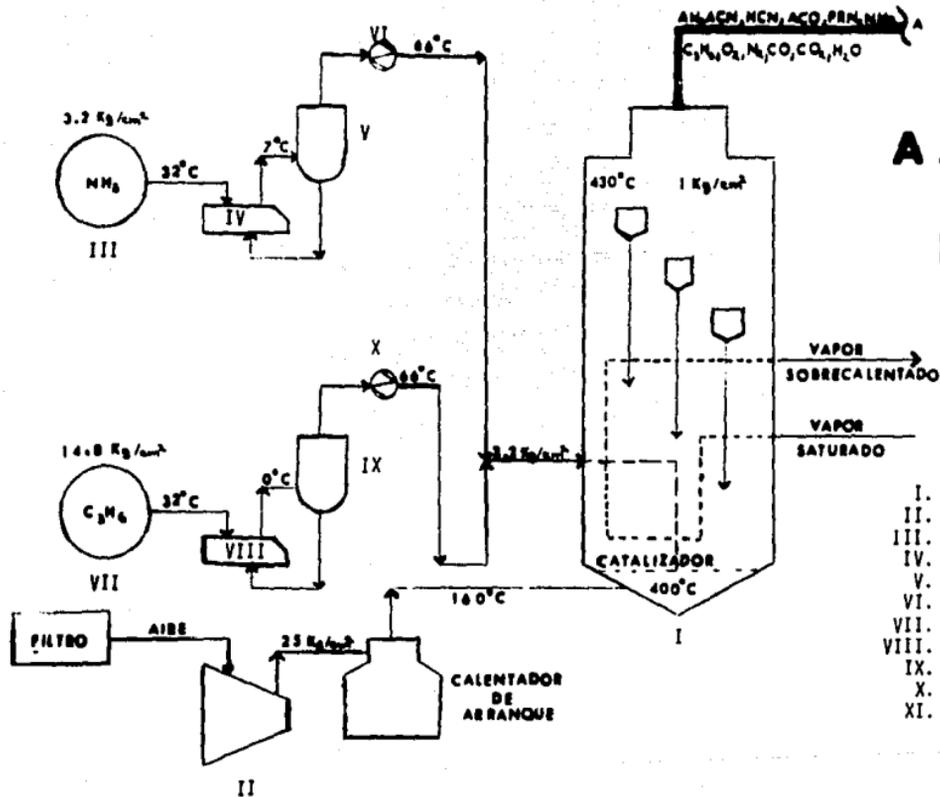
producto está saliendo claro y transparente, si no es así deberá verificarse que la cantidad de metilhidroquinona que se está adicionando en el domo de la torre de producto está dentro del rango de 35 - 45 p.p.m. ya que ocasiona el aumento de color.

También puede estar turbio por estar demasiado seco (baja concentración de agua) y se debe a que hay poca agua en la carga a la torre de producto, para aumentarla deberá subirse el flujo de agua de sellos a las bombas de fondos de la torre de despunte, sin pasar la de diseño, o meter condensado al fondo de la torre de producto.

# DIAGRAMA DE FLUJO

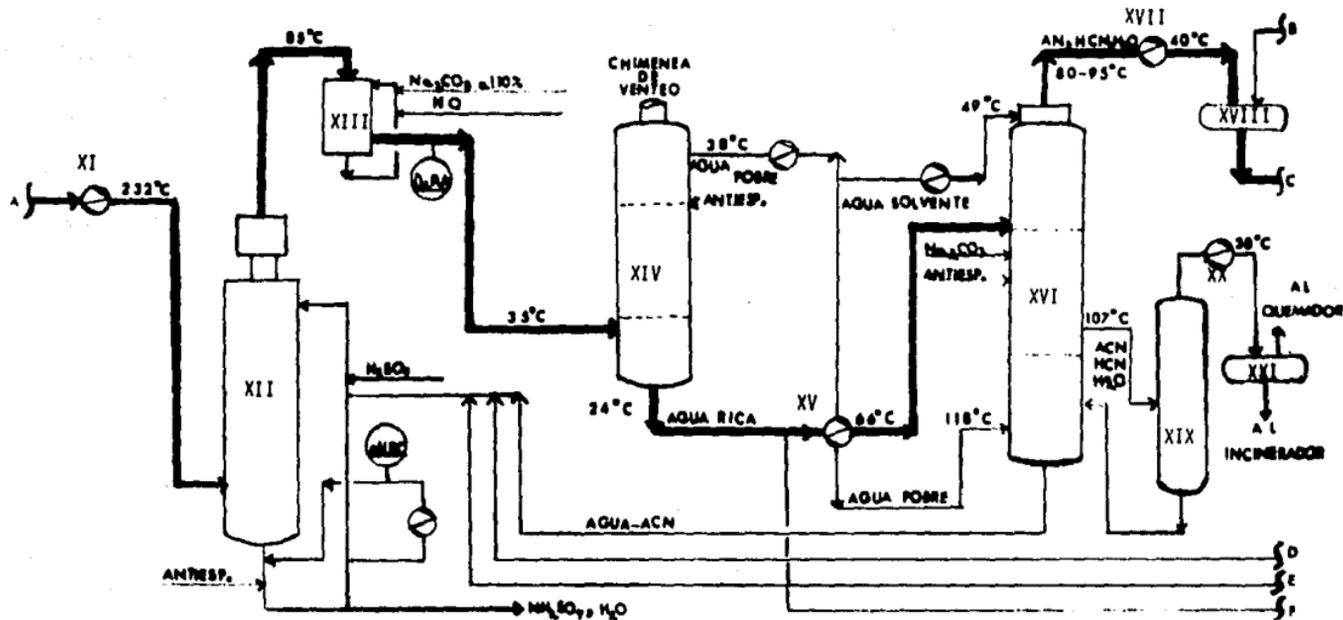


# PLANTA DE ACRILONITRILO



## A. SECCION DE REACCION

- I. REACTOR
- II. COMPRESORA CENTRIFUGA
- III. ESFERAS DE ALMACENAMIENTO DE NH<sub>3</sub>
- IV. VAPORIZADORES DE NH<sub>3</sub>
- V. SEPARADOR DE ARRASTRE
- VI. SOBRECALENTADOR
- VII. ESFERAS DE ALMACENAMIENTO DE C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>
- VIII. VAPORIZADORES DE C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>
- IX. SEPARADOR DE ARRASTRE
- X. SOBRECALENTADOR
- XI. ENFRIADOR

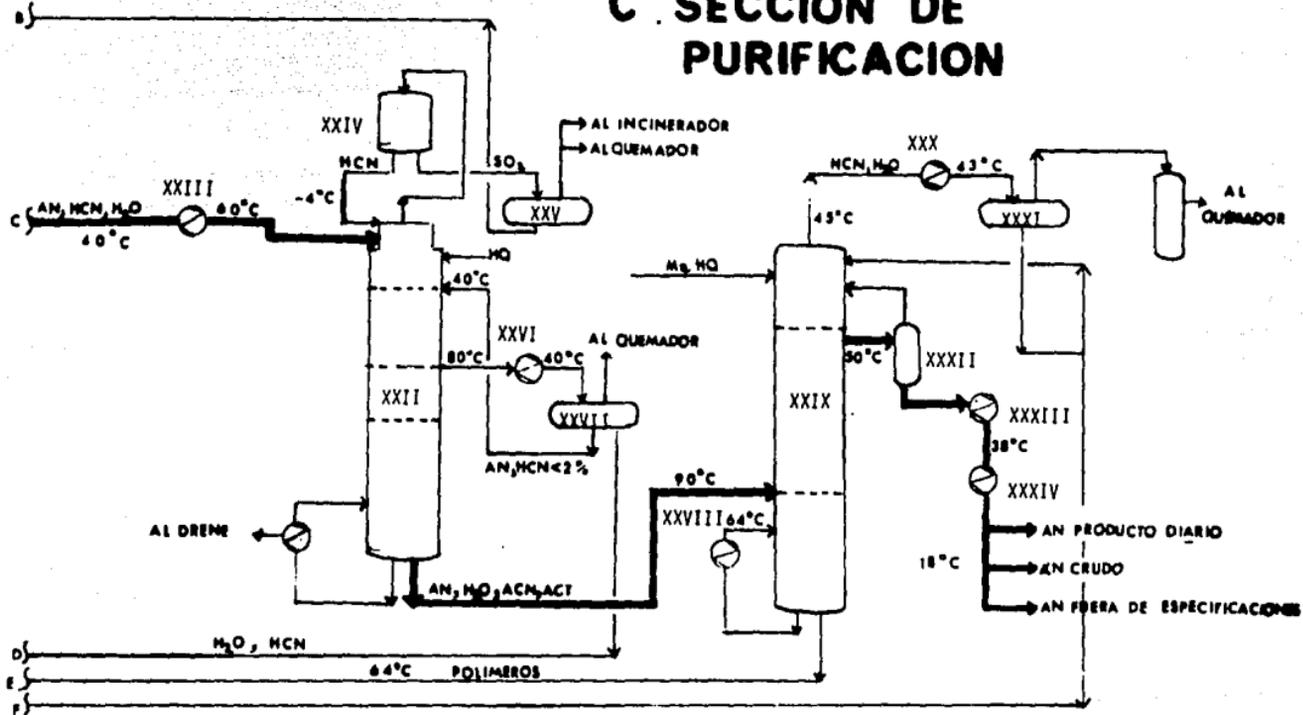


## B. SECCION DE RECUPERACION

- XI. ENFRIADOR
- XII. TORRE DE APAGADO
- XIII. POST-ENFRIADOR DE APAGADO
- XIV. TORRE ABSORBEDORA
- XV. CAMBIADORES "AGUA RICA VS. AGUA POBRE"
- XVI. TORRE RECUPERADORA

- XVII. CONDENSADOR
- XVIII. DECANTADOR DE LA TORRE RECUPERADORA
- XIX. TORRE FRACCIONADORA DE ACETONITRILLO
- XX. CONDENSADOR TORRE RECUPERADORA
- XXI. ACUMULADOR DE REFLUJO

## C. SECCION DE PURIFICACION



XXII. TORRE DE DESPUNTE  
 XXIII. PRECALENTADOR  
 XXIV. CONDENSADOR  
 XXV. ACUMULADOR DE HCN  
 XXVI. ENFRIADOR  
 XXVII. ACUMULADOR-DECANTADOR  
 XXVIII. REHIVIDORES

XXIX. TORRE DE PRODUCTO  
 XXX. CONDENSADOR  
 XXXI. ACUMULADOR DE REFLUJO  
 XXXII. ACUMULADOR DE EXTRACCION  
 XXXIII. ENFRIADOR  
 XXXIV. ENFRIADOR

**CAP. IV.**

**METODOS QUIMICOS UTILIZADOS PARA EL CONTROL DE CALIDAD**

**DEL ACRILONITRILO**

**EN SU PROCESO DE SINTESIS Y PRODUCTO FINAL (25).**

## I. DETERMINACION DE ACIDO CIANHIDRICO.

Resumen del método :

El HCN se extrae de la muestra por medio de una sal de sodio soluble, contenida en una solución a base de hidróxido de sodio, hidróxido de amonio e ioduro de potasio.

La muestra extraída se titula como solución valorada de nitrato de plata.

Cuando todo el ión cianuro de la solución se ha titulado, el primer exceso de nitrato de plata reaccionará con ioduro de potasio para formar un precipitado insoluble.

El contenido de ácido cianhídrico se calcula con la cantidad de nitrato de plata requerido para titular la muestra hasta la primera opalescencia de la solución, que nos indica la aparición de ioduro de plata.

Soluciones :

- 1.- Nitrato de plata 0.01 N
- 2.- Solución básica de ioduro de potasio.

Cálculos :

Debido a que las concentraciones de HCN durante el proceso de síntesis varían ya sea en p.p.m. o en porcentaje en peso se ha dividido en 3 tipos de rango su cuantificación :

- Rango bajo 0 - 50 p.p.m.
- Rango medio 50 - 3000 p.p.m.
- Rango alto 0.3 - 20.0%

Rango bajo :

$$\begin{aligned} \text{HCN p.p.m.} &= \frac{(V_1 - V_2) * \text{NaNO}_3 * \text{Meq} * 10^5}{\text{Vol. muestra} * \text{Densidad}} \\ &= \frac{(V_1 - V_2) * 0.01 * 0.054 * 10^5}{100 * 0.80} = 6.75 \text{ factor} \\ &= (V_1 - V_2) * 6.75 \end{aligned}$$

Donde :

$V_1$  = ml de  $\text{AgNO}_3$  gastados en la muestra.

$V_2$  = ml de  $\text{AgNO}_3$  gastados en el blanco.

Rango Medio :

$$\begin{aligned} \text{HCN p.p.m.} &= \frac{V_{\text{AgNO}_3} * \text{NaNO}_3 * \text{Meq} * 10^5}{\text{Vol. muestra} * \text{Densidad}} \\ &= \frac{V_{\text{AgNO}_3} * 0.01 * 0.054 * 10^5}{100 * 0.80} = 6.75 \text{ factor} \\ &= V_{\text{AgNO}_3} * 6.75 \end{aligned}$$

Rango alto :

$$\begin{aligned} \text{HCN \%} &= \frac{V_{\text{AgNO}_3} * \text{NaNO}_3 * \text{Meq} * 100}{\text{Vol. Muestra} * \text{Densidad}} \\ &= \frac{V_{\text{AgNO}_3} * 0.1 * 0.054 * 100}{1 * 0.80} \\ &= V_{\text{AgNO}_3} * 0.675 \end{aligned}$$

## II. DETERMINACION DE ACROLEINA.

Resumen del método :

La acroleína contenida en la muestra reacciona con 4-N-hexilresorcinol en presencia de cloruro mercúrico y ácido tricloroacético desarrollándose una coloración azul.

Se lee en el espectrofotómetro en celdas de 1 cm y mediante una curva de calibración las partes por millón contenidas en la muestra.

Reactivos :

- 1.- 4-N-hexilresorcinol.
- 2.- Cloruro mercúrico.
- 3.- Acido tricloroacético.

## III. DETERMINACION DE AGUA.

Resumen del método :

La muestra se agrega en metanol anhidro y luego se titula con reactivo Karl-Fisher, usando un potenciómetro.

Con los ml gastados de solución Karl-Fisher se calcula el porcentaje en peso de agua contenida en el acrilonitrilo.

Soluciones :

- 1.- Solución de Karl-Fisher.
- 2.- Metanol grado reactivo analítico.

Cálculos :

$$\% \text{ en peso de agua} = \frac{\text{ml K.F.} \cdot \text{factor} \cdot 100}{1000 \cdot \text{ml muestra} \cdot \text{densidad AN}}$$

$$= \frac{\text{ml K.F.} \cdot \text{factor} \cdot 100}{1000 \cdot 3 \cdot 0.8}$$

$$= \frac{\text{ml K.F.} \cdot \text{factor}}{24}$$

#### IV. DETERMINACION DE ACETONA, ACETONITRILLO Y PROPIONITRILLO EN ACRILONITRILLO POR METODO CROMATOGRAFICO.

Resumen del método :

La acetona, acetonitrilo y propionitrilo son detectados y analizados por un equipo cromatográfico, con una columna adecuada.

Reactivos :

Acetona grado espectro.

Acetonitrilo grado espectro.

Propionitrilo grado espectro.

Porapak ps malla 80/100.

Turbing s.s. de 22 ft \* 1/8 ".

Cálculos :

Teniendo los factores de respuesta de cada uno de los componentes se puede cuantificar la cantidad de p.p.m. de las muestras de la siguiente manera :

p.p.m. ACT = Area \* Atenuación \* Factor.

p.p.m. ACN = Area \* Atenuación \* Factor.

p.p.m. PRN = Area \* Atenuación \* Factor.

## V. DETERMINACION DE ACIDEZ COMO ACIDO ACETICO.

Resumen del método :

La muestra se titula directamente con una solución de hidróxido de sodio alcohólica, en un sistema cerrado usando como indicador azul de timol.

La acidez se calcula con el volúmen de hidróxido de sodio gastado y se reporta como ácido acético.

Reactivos :

- 1.- Hidróxido de sodio 0.01 N.
- 2.- Azul de timol.
- 3.- Cálculos :

$$\text{p.p.m. acidez como ácido acético} = \frac{V_{\text{NaOH}} * N_{\text{NaOH}} * \text{Meq} * 10^6}{\text{Peso muestra}}$$

$$= \frac{V_{\text{NaOH}} * 0.01 * 0.06 * 10^6}{60}$$

$$= V_{\text{NaOH}} * 10$$

## VI. DETERMINACION DE MeHQ.

Resumen del método :

La concentración del inhibidor MeHQ se determina colorimétricamente ya que en presencia de ácido acético glacial y nitrito de sodio, desarrolla un color amarillo.

Reactivos :

- 1.- Acido acético glacial.
- 2.- Solución saturada de nitrito de sodio.

**Resultados :**

Leer en la gráfica las p.p.m. correspondientes absorbancia obtenida en la muestra.

#### VII. DETERMINACION DE pH AL 5 %.

**Resumen del método :**

Este método sirve para determinar el pH del AN al 5% en solución acuosa y se mide en un potenciómetro.

**Solución :**

Agua destilada neutra con un pH = 6.8 - 7.2.

**Resultados :**

Reportar como pH al 5%.

#### VIII. DETERMINACION DE APARIENCIA Y MATERIA SUSPENDIDA EN PRODUCTO FINAL.

**Resumen del método :**

Por método visual se determina la apariencia y materia suspendida en AN.

**Resultados :**

Reportar la apariencia : "clara" o "nebulosa".

Reportar la materia suspendida como : "materia en suspensión" o "libre de materia en suspensión".

#### IX. DETERMINACION DE COLOR.

**Resumen del método :**

La determinación de color en AN se lleva a cabo de una manera

visual comparativamente con estándares de concentración conocida de solución platino-cobalto.

Reactivos :

1.- Cloroplatinato de potasio.

2.- Cloruro de cobalto.

Resultados :

Reporte como color el número de estándar próximo superior al de la muestra.

#### X. DETERMINACION DE CIANOBUTADIENO (CBD) Y DIVINILACETILENO (DVA) POR ABSORBANCIA.

Resumen del método :

El cianobutadieno (CBD) y el divinilacetileno (DVA) son compuestos cuya característica es la absorción de luz ultravioleta a determinada longitud de onda por cada uno de ellos.

Esta característica es aprovechada para su cuantificación como contaminantes en el AN.

Reactivo :

1.- Metanol grado espectro.

Cálculos :

Valor de absorbancia a 266.5 nm-B.

Valor de absorbancia a 254.0 nm-A.

p.p.m. DVA = B (9.6) \* 2

p.p.m. CBD = (A-B) \* 7.5 \* 2

Absorbancia a 241 nm. este valor se reporta directamente.

## XI. DETERMINACION DE COBRE EN ACRILONITRILO.

Resumen del método :

El cobre es determinado coloriméticamente haciendo reaccionar la sal dibencil-tiocarbamato de zinc a una muestra acidificada. La absorbancia de la solución es medida con un espectrofotómetro.

Reactivos :

- 1.- HCL al 50 %.
- 2.- Etanol (95% de pureza).
- 3.- Dibencil-tiocarbamato de zinc al 0.10% p/v en tetracloruro de carbono.
- 4.- Soluciones estándar de cobre al 0.10% p/v.

Cálculos :

$$\text{Cobre p.p.m.p/v} = \frac{\text{microgramos encontrados}}{75 \text{ ml de muestra}}$$

Interferencias :

Pueden producir efectos de interferencia fierro, cobalto y níquel presentes en cantidades mayores de 10 p.p.m.

## XII. DETERMINACION DE FIERRO COMO PRODUCTO FINAL.

Resumen del método :

El fierro (III) es determinado coloriméticamente por reacción con D-fenantrolina y por reducción con clorhidrato de hidroxilamina y agregándole metanol para conservar la mezcla en una fase.

Reactivos :

- 1.- Clorhidrato de hidroxilamina 10% p/v.
- 2.- O-fenantrolina al 0.1% p/v.
- 3.- Metanol grado reactivo.

Resultados :

Medir la densidad óptica de la muestra y leer el resultado en la gráfica de absorbancia contra p.p.m. de Fe.

#### XIII. DETERMINACION DE PEROXIDOS EN ACRILONITRILO.

Resumen del método :

Los peróxidos presentes reaccionan con ioduro de potasio para formar iones  $I_3^-$  que producen un color amarillo. La absorbancia se mide en un espectrofotómetro a una longitud de onda de 365 nm.

Reactivos :

- 1.- Ioduro de potasio grado reactivo
- 2.- Peróxido de hidrógeno al 30 % grado reactivo.

Cálculos :

Aplice la absorbancia a una curva normal para obtener el valor de las p.p.m. en peróxidos.

#### XIV. DETERMINACION DEL INDICE DE REFRACCION DEL ACRILONITRILO.

Resumen del método :

Este método se utiliza para determinar la pureza del AN, utilizando refractómetro ABBE.

ESTA TESIS NO DEBE  
SALIR DE LA BIBLIOTECA

#### XV. DETERMINACION DE OXAZOL EN ACRILONITRILO.

Resumen del método :

Este método se utiliza para la determinación de oxazol en el AN producto final por medio de cromatografía de gases. El área del pico de oxazol es la medida de la concentración determinada por una curva de calibración empleando directamente área contra concentración.

#### XVI. VALOR DE TITULACION DE PRODUCTO FINAL.

Resumen del método :

El valor de titulación es el volumen requerido de ácido 0.1 N hasta obtener un pH = 5.0 en la solución de muestra.

Reactivos :

1.- HCl 0.1 N.

2.- Solución estándar reguladora de pH = 4.0.

Resultados :

Si el pH es menor de 5 la solución pasa la prueba.

#### XVII. RANGO DE DESTILACION DEL ACRILONITRILO.

Resumen del método :

El rango de destilación es la diferencia entre la temperatura inicial de ebullición, es decir, la temperatura al caer la primera gota de condensado, y la temperatura cuando se tiene un 97 % de condensado o sea la temperatura final de ebullición.

Resultado :

Cuando se tenga el 97 % de recuperado anotar la temperatura

como final de ebullición y suspender el calentamiento.

#### XVIII. DETERMINACION DE MATERIA NO VOLATIL.

Resumen del método :

La determinación de la materia no volátil en el AN se lleva a cabo por evaporación a sequedad de un volumen conocido de la muestra.

Cálculos :

$$\text{Materia no volátil p.p.m.} = \frac{(W_2 - W_1) * 10^d}{40}$$

Donde :

$W_1$  = Peso inicial de la cápsula vacía.

$W_2$  = Peso final de la cápsula con la muestra evaporada.

$10^d$  = Factor para p.p.m.

40 = 50 ml de muestra \* 0.8 (densidad del acrilonitrilo).

**TABLA DE ESPECIFICACIONES PARA ACRILONITRILO PRODUCTO.**  
**(SOHIO-PEMEX)**

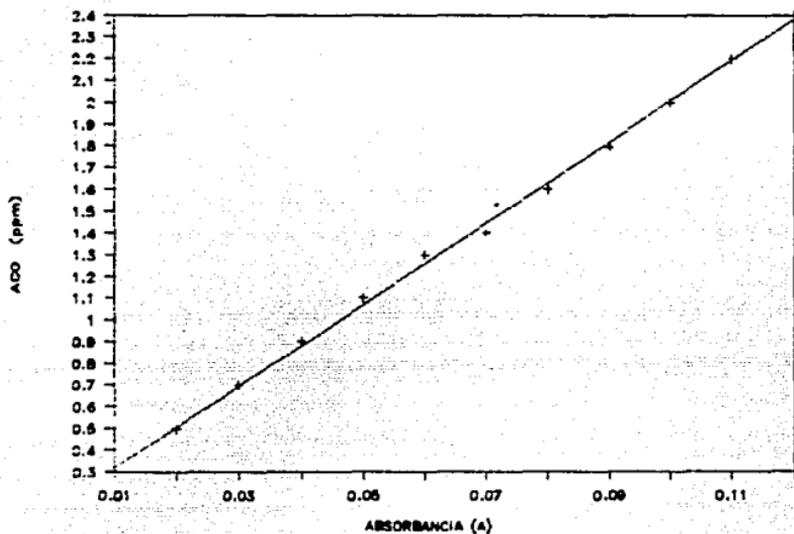
ACIDO CIANHIDRICO	10 P.P.M. MAX.
ACROLEINA	10 P.P.M. MAX.
AGUA	0.6 % MAX.
ACETONITRILLO	500 P.P.M. MAX.
ACETONA	300 P.P.M. MAX.
PROPIONITRILLO	100 P.P.M. MAX.
ACIDEZ COMO ACIDO ACETICO	35 P.P.M. MAX.
INHIBIDOR MeHQ	35 - 45 P.P.M.
pH	6 - 8
APARIENCIA	CLARA Y LIBRE DE MATERIA EN SUSPENSION
COLOR APHA	10 MAX.
COBRE	0.2 P.P.M. MAX.
FIERRO	0.2 P.P.M. MAX.
PEROXIDOS	0.2 P.P.M. MAX.
INDICE DE REFRACCION	1.3882 - 1.3891
VALOR DE TITULACION	2 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0.1 N
RANGO DE DESTILACION	74.5 - 79 °C
MATERIA NO VOLATIL	100 P.P.M. MAX.

A continuación se presentan las gráficas correspondientes a los análisis de determinación de acroleína, MeHQ, cobre, fierro y peróxido en acrilonitrilo.

Las curvas de calibración obtenidas se realizaron en base a 20 pruebas por cada determinación, con muestras del proceso de acrilonitrilo, siguiendo los análisis ya descritos en la sección anterior.

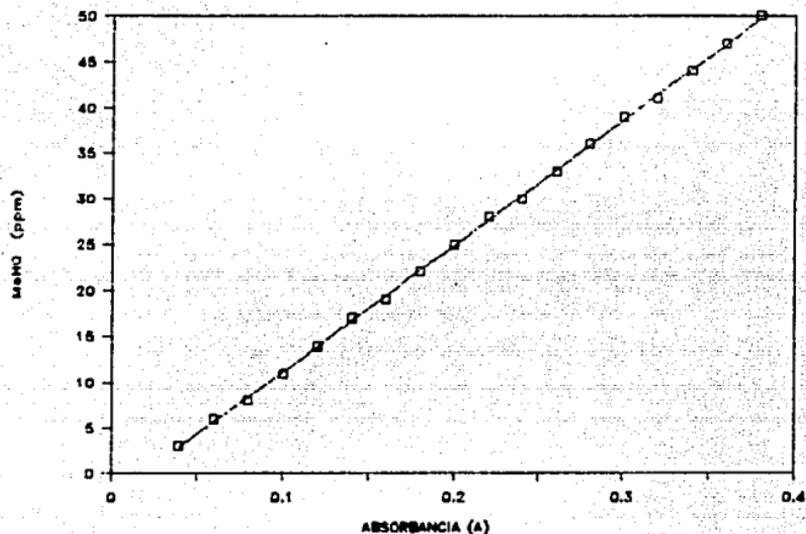
Estas pruebas se realizaron dos veces por día. Por medio de estas determinaciones, se obtuvieron los estándares requeridos para así cumplir con las especificaciones de PEMEX para acrilonitrilo producto final.

CURVA DE CALIBRACION PARA LA DETERMINACION  
DE ACROLEINA (ACO)



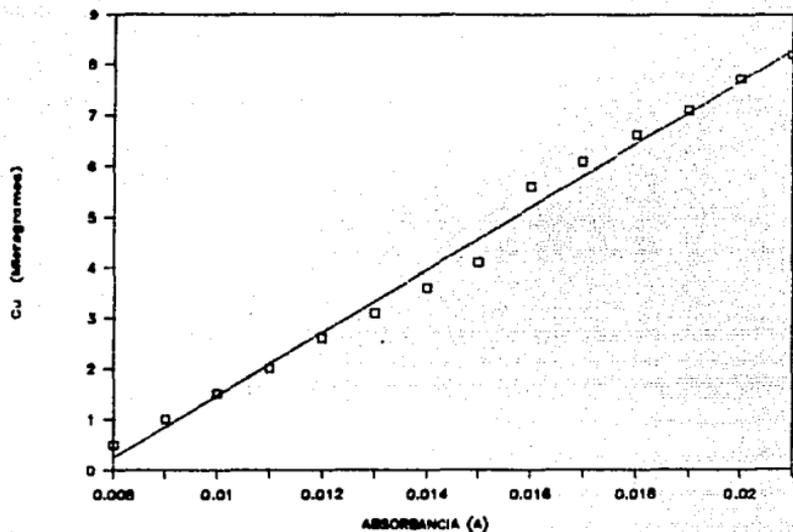
A	ACO (ppm)
0.01	0.3
0.02	0.5
0.03	0.7
0.04	0.9
0.05	1.1
0.06	1.3
0.07	1.4
0.08	1.6
0.09	1.8
0.10	2.0
0.11	2.2
0.12	2.4

CURVA DE CALIBRACION PARA LA DETERMINACION  
DE INHIBIDOR MEHQ



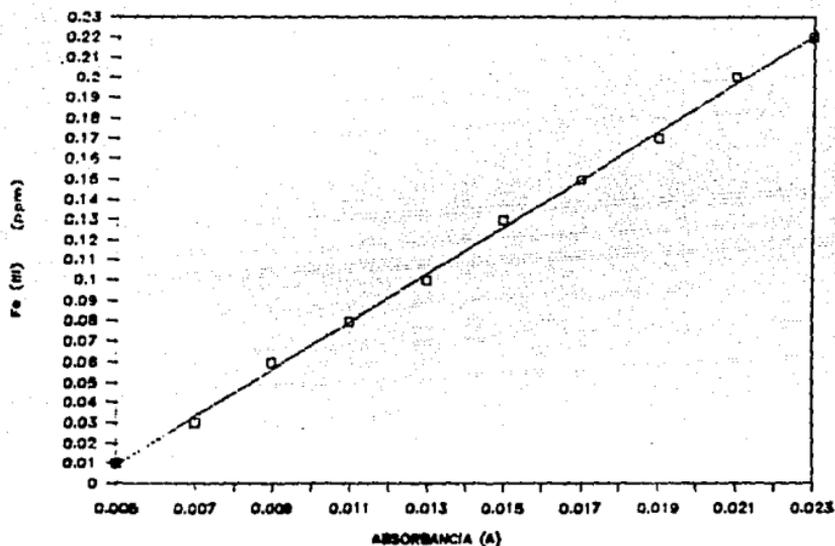
A	MeHQ (ppm)
0.04	3
0.06	6
0.08	8
0.10	11
0.12	14
0.14	17
0.16	19
0.18	22
0.20	25
0.22	28
0.24	30
0.26	33
0.28	36
0.30	39
0.32	41
0.34	44
0.36	47
0.38	50

CURVA DE CALIBRACION PARA LA DETERMINACION  
DE COBRE EN ACRILONITRILLO



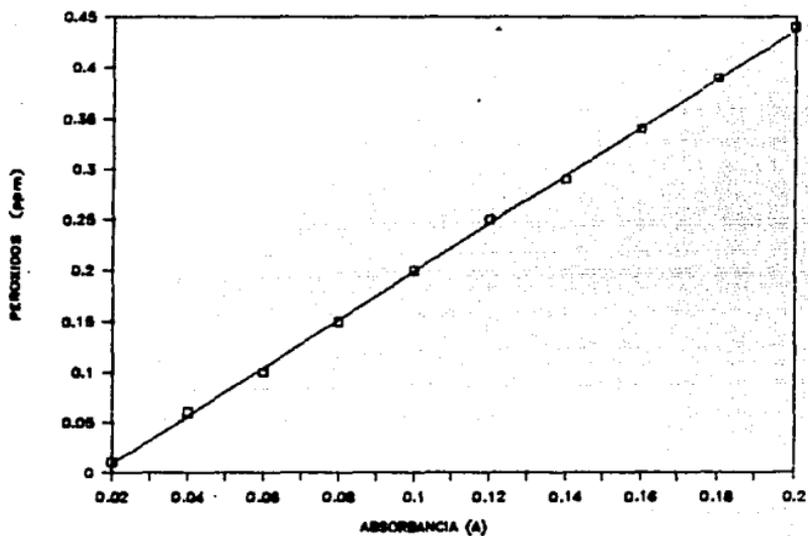
A	Cu (microgramos)
0.008	0.5
0.009	1.0
0.010	1.5
0.011	2.0
0.012	2.6
0.013	3.1
0.014	3.6
0.015	4.1
0.016	5.6
0.017	6.1
0.018	6.6
0.019	7.1
0.020	7.7
0.021	8.2

CURVA DE CALIBRACION PARA LA DETERMINACION  
DE FIERRO (III) EN ACRILONITRILO



A	Fe (III) (ppm)
0.005	0.01
0.007	0.03
0.009	0.06
0.011	0.08
0.013	0.10
0.015	0.13
0.017	0.15
0.019	0.17
0.021	0.20
0.023	0.22

CURVA DE CALIBRACION PARA LA DETERMINACION  
DE PEROXIDOS EN ACRILONITRILO



A	PEROXIDOS (ppm)
0.020	0.01
0.040	0.06
0.060	0.10
0.080	0.15
0.100	0.20
0.120	0.25
0.140	0.29
0.160	0.34
0.180	0.39
0.200	0.44

LISTA DE EQUIPOS Y ANALISIS QUIMICOS QUE SE REALIZAN A LO LARGO DEL PROCESO DE SINTESIS DE ACRILONITRILO.

MUESTRA	HCN	AN	ACN	HQ	APARIENCIA	SOLIDOS
TORRE DE APAGADO (XII)						

MUESTRA	HCN	AN	ACN
ACUMULADOR DE BALANCE FONDOS TORRE RECUPERACION (XVI).			

MUESTRA	HCN 800 ppm	pH 7.0	HQ	AN 30 ppm	ACN 800 ppm
FONDO COLUMNA RECUPERACION (XVI).					

MUESTRA	HCN 2.5 %	ACD 4.5 ppm	ACN 500 ppm	ACT 800 ppm	PRN 800 ppm	INH 800 ppm	pH
DECANTADOR DE TORRE DE RECUPERACION. DOMO RECUPERADORA DE AN FASE ORGANICA (XVIII).							

MUESTRA	ACN	HCN < 2%	AN < 1%	ACT	PRN	H <sub>2</sub> O	pH
TORRE FRACCIONADORA DE ACN (XIX).							

MUESTRA	HCN 150 ppm	ACN ≤ 1%	AN
FRACCIONADOR DE ACN. FONDOS TORRE FRACCIONA - DORA DE ACN (XIX).			

MUESTRA	HCN 0.4-2.0 %
DECANTADOR DE TORRE DE DESPUNTE.	

MUESTRA	HCN 100 ppm	H <sub>2</sub> O 0.1-0.3%	HQ 150 ppm	AC
TORRE DE DESPUNTE (XXII).				

MUESTRA	HCN 150 ppm
ACUMULADOR DE REFLUJO. FONDO TORRE DE DESPUNTE.	

MUESTRA	HCN 150 ppm	pH	HQ
FONDOS TORRE DE PRODUCTO. (XIX).			

AN = ACRILONITRILO  
 ACN = ACETONITRILO  
 HCN = ACIDO CIANHIDRICO  
 HQ = HIDROQUINONA  
 ACO = ACROLEINA  
 ACT = ACETONA  
 PRN = PROPIONITRILO  
 INH = INHIBIDOR METILHIDROQUINONA  
 AC = ACIDO ACETICO.

CAP.V

CONCLUSIONES

Se describen los procesos informados en la literatura para la obtención de Acrilonitrilo. Y en forma detallada el utilizado en la Planta de San Martín Texmelucan, Puebla.

Se analiza la influencia de los parámetros fisicoquímicos para la obtención de un producto adecuado.

Se presentan los análisis físicos y químicos necesarios para determinar el control químico de la planta, los cuales cubren las normas internacionales establecidas.

## **CAP. VI**

## **BIBLIOGRAFIA.**

- 17.- CALLAHAN, J. L. ET AL. (STANDARD OIL CO.). PAT. U.S.3. 186. 955. JUNE 1. 1965.
- 18.- CALLAHAN, J.L. AND GERTISSER, B. (STANDARD OIL CO.). PAT.U.S.3. 200. 081. AUG 10. 1965.
- 19.- GRASSELLI, R.K. AND FRIEDERICH, M.S. (STANDARD OIL CO.). PAT. U.S. 3. 978. 003 AUG 31. 1976.
- 20.- GRASSELLI, R.K. ET. AL.(STANDARD OIL CO.). PAT. GER.2.147. 480.MAY 4.1972.
- 21.- GRASSELLI, R.K. ET AL. (STANDARD OIL CO.). PAT. FR. 2. 216. 017.AUG 30. 1974.
- 22.- STANDARD OIL CO. PAT. JPN. 81. 102. 944. AUG 17, 1981.
- 23.- STANDARD OIL CO. JPN. 58, 143, 842. AUG 26, 1983.
- 24.- PLANTA ACRILONITRILLO. COMPLEJO PETROQUIMICO INDEPENDENCIA. PETROLEOS MEXICANOS. SAN MARTIN TEXMELUCAN. PUEBLA.
- 25.- TECNICAS DE LABORATORIO " PLANTA ACRILONITRILLO ". PETROLEOS MEXICANOS.