



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 358 194**

51 Int. Cl.:
C07C 67/58 (2006.01)
C07C 69/54 (2006.01)
C02F 1/58 (2006.01)
B01D 9/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04792201 .8**
96 Fecha de presentación : **08.10.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1721886**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **15.11.2006**

54 Título: **Método de procesado de una disolución que contiene éster (met)acrílico.**

30 Prioridad: **01.03.2004 JP 2004-56333**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
06.05.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
06.05.2011

73 Titular/es: **MITSUBISHI CHEMICAL CORPORATION**
14-1, Shiba 4-chome
Minato-ku, Tokyo 108-0014, JP

72 Inventor/es: **Yada, Shuhei;**
Takasaki, Kenji;
Suzuki, Yoshiro y
Ogawa, Yasushi

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 358 194 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 de procesado de una disolución que contiene éster (met)acrílico

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para manipular una disolución que contiene éster (met)acrílico y, más en particular, a un procedimiento mejorado para manipular una disolución que contiene éster (met)acrílico que se trata por al menos un proceso seleccionado de lavado, neutralización y extracción.

Técnica anterior

10 Los ésteres (met)acrílicos se producen sometiendo ácido (met)acrílico y alcohol a una reacción de esterificación en presencia de un catalizador ácido homogéneo o un catalizador ácido sólido heterogéneo. En el caso de usar el catalizador ácido homogéneo, la disolución de reacción de esterificación resultante se lava y/o se neutraliza con una disolución alcalina acuosa después de completarse la reacción con el fin de separar y eliminar el catalizador ácido así como en ácido met(acrílico) que no ha reaccionado del producto de reacción. Además, en el caso de usar el catalizador ácido sólido heterogéneo, la disolución de reacción de esterificación resultante se extrae con agua o una disolución salina inorgánica acuosa después de completarse la reacción con el fin de separar y eliminar el alcohol que no ha reaccionado y el ácido met(acrílico) que no ha reaccionado del producto de reacción. Por otro lado, las mezclas de reacción obtenidas de los respectivos tratamientos se someten en general a un procedimiento de extracción líquido-líquido para separar estas mezclas en una fase orgánica que contiene los ésteres (met)acrílicos y una fase acuosa que contiene sales de ácidos orgánicos, sales de ácidos inorgánicos y/o alcohol.

20 De forma convencional, la fase acuosa anterior se ha destilado adicionalmente para recuperar ingredientes eficaces de la misma. El agua residual o la disolución acuosa residual obtenida después de recuperar los ingredientes eficaces de la fase acuosa se ha reciclado directamente como agua, disolución alcalina acuosa o disolución salina inorgánica acuosa a los respectivos tratamientos y se ha reutilizado en los mismos.

25 Sin embargo, cuando el agua residual o la disolución acuosa residual descargada desde la columna de destilación se reciclan y se reutilizan directamente se forman lodos tras el procedimiento de extracción líquido-líquido llevado a cabo después de los respectivos tratamientos. Los lodos así formados tienden a causar problemas tales como deterioro en el rendimiento de separación líquido-líquido y una insuficiente separación de fases.

30 Además, debido a la formación de dichos lodos, las bandejas o materiales de relleno usados en las columnas de destilación tales como columnas para eliminar componentes de bajo punto de ebullición o columnas de recuperación de alcohol, tienden a sufrir deposición y obstrucción de sólidos, dando lugar a problemas tales como un menor rendimiento de la destilación, aumento en la pérdida de carga, daños en los dispositivos de rotación tales como bombas, y aumento en la carga aplicada a los sistemas de destilación. Estos problemas conducen además al deterioro en la calidad de los productos resultantes y a una baja productividad, de modo que la operación de las columnas debe interrumpirse para revisar y limpiar las columnas o reemplazar los dispositivos respectivos por unos nuevos. Como resultado, el procedimiento convencional anterior es incapaz de conseguir una operación estable continua del sistema durante un período prolongado de tiempo y, por tanto, tiende a deteriorarse en cuanto a la calidad de los productos y requerimientos unitarios.

40 Como procedimiento para prevenir la formación de lodos, se ha propuesto el procedimiento de separar y eliminar los componentes insolubles de un líquido orgánico mediante la aplicación de ondas ultrasónicas al mismo (por ejemplo, véase la solicitud de patente japonesa abierta a consulta (KOKAI) N° 8-10508). Sin embargo, este procedimiento no sólo requiere la instalación de dispositivos adicionales, sino que también falla en mostrar efectos suficientes.

45 Por otro lado, se ha propuesto el procedimiento de instalar un filtro en un conducto o tubería a través del cual se hace fluir un líquido orgánico, con el fin de separar y eliminar los componentes insolubles del líquido (por ejemplo véase la solicitud de patente japonesa abierta a consulta (KOKAI) N° 2003-231665). Este procedimiento muestra ciertos efectos, pero tiene tendencia a sufrir formación de lodos y, por tanto, todavía es insatisfactorio para garantizar una operación estable continua del sistema.

Divulgación de la invención

Problema a solucionar por la invención

50 La presente invención se ha preparado en vista de los problemas comerciales anteriores. Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para manipular una disolución que contiene éster (met)acrílico, en el que la disolución que contiene éster (met)acrílico se trata por al menos un procedimiento seleccionado de lavado, neutralización y extracción, en el que dicho procedimiento puede garantizar una operación continua estable del sistema de tratamiento durante un largo período de tiempo sin deterioro en el rendimiento de separación líquido-líquido y en el rendimiento de destilación en las posteriores etapas, inhibiendo al mismo tiempo la formación de lodos, cuando el agua residual o una disolución de agua residual obtenida recuperando ingredientes eficaces de la disolución que contiene éster (met)acrílico tratada por dicho al menos un proceso se recicla al proceso anterior y se

reutiliza en el mismo.

Medios para solucionar el problema

5 Como resultado del concienzudo estudio de los autores de la presente invención para solucionar los problemas anteriores, se ha encontrado que la formación de lodos tras el procedimiento de separación líquido-líquido está causada por componentes solubles contenidos en el agua residual o en la disolución acuosa residual que se van a reciclar al proceso anterior.

10 La presente invención se ha alcanzado en base al descubrimiento anterior además de otros estudios adicionales. Para lograr el objeto, en un aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento para manipular una disolución que contiene un éster (met)acrílico sometiendo dicha disolución que contiene éster (met)acrílico a al menos un proceso seleccionado de lavado, neutralización y extracción, en el que el agua residual o una disolución acuosa residual obtenida por recuperación de ingredientes eficaces de la disolución que contiene éster (met)acrílico tratada por el citado al menos un proceso se enfría previamente hasta una temperatura de 10 a 50°C y a continuación se separan los sólidos de la misma antes de reciclar el agua residual o la disolución acuosa residual al proceso anterior y reutilizar las mismas en el citado proceso.

15 Efecto de la invención

20 Así, de acuerdo con la presente invención, en un procedimiento para manipular una disolución que contiene éster (met)acrílico en el que la disolución que contiene éster (met)acrílico se trata por al menos un proceso seleccionado de lavado, neutralización y extracción, cuando el agua residual o una disolución acuosa residual obtenida por recuperación de ingredientes eficaces de la disolución que contiene éster (met)acrílico tratada por el citado al menos un proceso se reciclan al proceso anterior y se reutilizan en el mismo, se puede garantizar una operación continua estable del sistema de tratamiento durante un período prolongado de tiempo sin el deterioro del rendimiento de separación líquido-líquido y del rendimiento de destilación en las posteriores etapas, al mismo tiempo que se inhibe la formación de lodos.

Breve descripción del dibujo

25 La Fig. 1 es un diagrama de flujos que muestra una realización de un tratamiento de extracción de acuerdo con la presente invención.

Explicación de los números de referencia

1: Columna de extracción; 2: Columna de recuperación de alcohol; 3: Intercambiador de calor; 4: Intercambiador de calor; 5: Recipiente amortiguador; 6: Filtro

30 Realización preferente para llevar a cabo la invención

35 La presente invención se describe con detalle continuación. La disolución que contiene éster (met)acrílico que se va a manipular de acuerdo con la presente invención es una disolución de reacción obtenida sometiendo ácido (met)acrílico y alcohol a una relación de esterificación en presencia de un catalizador ácido. El éster (met)acrílico como producto de la reacción de esterificación no está limitado de forma particular, y ejemplos del éster (met)acrílico pueden incluir (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de propilo, (met)acrilato de butilo, (met)acrilato de ciclohexilo, (met)acrilato de 2-etilhexilo y (met)acrilato de metoxietilo. Como alcohol, se pueden usar alcoholes adecuados como materias primas de los ésteres (met)acrílicos anteriores. Desde el punto de vista de que los ésteres producidos a partir de alcoholes que tienen menores números de átomos de carbono se extraen de forma más eficaz con alcohol, el procedimiento de manipulación de la presente invención puede aplicarse de forma más ventajosa a tratamientos de metacrilato de metilo, acrilato de etilo y metacrilato de metilo.

40 Ejemplos de catalizador ácido pueden incluir catalizadores ácidos homogéneos y catalizadores ácidos sólidos heterogéneos. Ejemplos específicos de los catalizadores ácidos homogéneos pueden incluir ácido sulfúrico, ácido p-toluenosulfónico y ácido metanosulfónico. Los catalizadores ácidos homogéneos están contenidos en general en una fase acuosa obtenida después de someter la disolución de reacción de esterificación a al menos un tratamiento seleccionado de lavado, neutralización y extracción con agua y/o una disolución alcalina acuosa. Ejemplos específicos de los catalizadores ácidos sólidos heterogéneos pueden incluir resinas de intercambio catiónico ácidas fuertes, arcillas activadas y zeolitas ácidas. El ácido (met)acrílico sin reaccionar o el alcohol sin reaccionar contenidos en el producto de reacción de esterificación están contenidos generalmente en la fase acuosa obtenida después de someter la disolución de reacción de esterificación a al menos un tratamiento seleccionado de lavado, neutralización extracción con agua y/o una disolución alcalina acuosa.

55 La reacción de esterificación no está limitada de forma particular, y se puede llevar a cabo por procedimientos convencionales conocidos. El proceso industrial para la producción de ésteres (met)acrílicos se puede llevar a cabo bien por un procedimiento discontinuo o por un procedimiento continuo. En la reacción de esterificación, la relación molar entre las materias primas, el tipo y cantidad de catalizador usado en la reacción, los procedimientos de reacción y las condiciones de reacción se pueden seleccionar de forma apropiada de acuerdo con el tipo de alcohol

usado en la misma. Además, con el fin de evitar que el ácido (met)acrílico y el éster (met)acrílico como productos de reacción se polimericen tras la reacción y destilación, se añaden preferentemente en el reactor, la columna de destilación o equipo similar un gas que contiene oxígeno como inhibidor de polimerización o un finalizador de polimerización.

5 La disolución que contiene éster (met)acrílico obtenida por la reacción de esterificación se somete a diversos procesos tales como separación de los catalizadores, concentración y purificación. Los respectivos procesos incluyen tratamientos tales como operaciones unitarias como lavado, neutralización, extracción, evaporación y destilación. Ejemplos de agua o una disolución acuosa usados para tratamientos de lavado, neutralización y extracción pueden incluir, además del agua y/o la disolución acuosa alcalina anteriores, soluciones acuosas de sales inorgánicas tales como sulfato amónico y sulfato sódico, y soluciones que contienen catalizadores usados en la reacción de esterificación o sales (sales de ácidos inorgánicos y sales de ácidos orgánicos) de ácido(met)acrílico con el propósito de extraer de forma más eficaz alcoholes en la fase acuosa o facilitar la separación en la fase orgánica y la fase acuosa debido a la diferencia de gravedad específica entre las mismas.

10 Ejemplos de aparatos usados para los tratamientos de lavado, neutralización y extracción pueden incluir diversos aparatos tales como los aparatos tipo mezclador/decantador, aparatos tipo columna de extracción y aparatos tipo depósito agitado, aunque sin quedar limitados de forma particular a los mismos. En particular, los tratamientos de lavado y/o extracción se llevan a cabo preferentemente usando una columna de extracción. El tipo de la columna de extracción puede incluir una de tipo torre de relleno, una de tipo torre de platos, una de tipo discos giratorios y similares.

15 Las mezclas obtenidas en los respectivos tratamientos se separan en general por un procedimiento de extracción líquido-líquido en una fase orgánica que contiene el éster (met)acrílico y una fase acuosa que contiene sales orgánicas, sales inorgánicas y/o alcoholes. El procedimiento de extracción líquido-líquido se puede llevar a cabo de forma general a una baja temperatura para conseguir un elevado rendimiento de extracción y un elevado rendimiento de separación. Además, desde el punto de vista de que el éster (met)acrílico es susceptible de reacción de hidrólisis, también es preferible el procedimiento de extracción líquido-líquido a baja temperatura. El procedimiento de extracción líquido-líquido se puede llevar a cabo normalmente a una temperatura de 10 a 50°C.

20 Después de recuperar ingredientes eficaces tales como catalizadores, ácido (met)acrílico, alcoholes y ésteres (met)acrílicos de la fase acuosa mediante un proceso de destilación, se recicla una gran parte del agua residual o disolución acuosa residual resultantes al proceso anterior y se reutilizan en el mismo. La temperatura del agua residual o disolución acuosa residual que se van a reciclar y reutilizar varía normalmente en el intervalo de 80 a 110°C puesto que se han sometido a un procedimiento de destilación.

25 Mientras tanto, la disolución que contiene éster (met)acrílico que se va a someter a los tratamientos anteriores de lavado, neutralización y extracción puede incluir, además del propio producto de reacción de esterificación, líquidos obtenidos eliminando una gran parte de catalizadores y/o ácido (met)acrílico de los mismos por destilación, extracción, etc.

30 En la presente invención, es importante que el agua residual o disolución acuosa residual se enfríen previamente hasta una temperatura de 10 a 50°C, preferentemente de 10 a 40°C para precipitar los sólidos, y a continuación los sólidos así precipitados se separen de ellas en el intervalo de temperaturas anterior, antes de reciclar el agua residual o disolución acuosa residual al proceso anterior y reutilizarlas en el mismo.

35 El intervalo de temperaturas anterior corresponde al que se usa en el procedimiento de extracción líquido-líquido. Cuando el agua residual o disolución acuosa residual se enfría hasta el intervalo de temperaturas anterior, se puede reducir la solubilidad de los componentes solubles contenidos en los mismos, dando lugar a la precipitación de los componentes solubles. Por tanto, la reutilización del agua residual o disolución acuosa residual sometidos a estos tratamientos puede prevenir la precipitación de sólidos tras el procedimiento de extracción líquido-líquido, permitiendo de este modo una operación continua estable a largo plazo del sistema de tratamiento sin deterioro en el rendimiento de separación líquido-líquido así como sin deterioro en el rendimiento de destilación en las posteriores etapas.

40 Cuando la temperatura del agua residual o disolución acuosa residual tras la separación de los sólidos es mayor que 50°C, los componentes solubles pueden no precipitar de forma suficiente, de modo que los sólidos tienden a precipitar tras el procedimiento de extracción líquido-líquido. Por otro lado, cuando el agua residual o disolución acuosa residual se enfrían en exceso hasta una temperatura menor que 10°C, tiende a causarse una pérdida de energía.

45 Ejemplos de los sólidos separados del agua residual o de la disolución acuosa residual pueden incluir poli(ácido (met)acrílico), poliésteres (met)acrílicos, compuestos de alto peso molecular tales como polímeros de alto peso molecular tipo aducto de Michael, que se producen durante el proceso de producción de ésteres (met)acrílicos, y diversas sales añadidas con el propósito de facilitar el procedimiento de extracción líquido-líquido. Además, ejemplos de otros sólidos pueden incluir lodos tales como óxido de hierro, posos, sedimentos coloidales, espumas, etc.

Los sólidos así precipitados se separan del agua residual o disolución acuosa residual usando un medio de filtrado o un medio de separación por precipitación. Ejemplos de los medios de filtrado usados en la separación de sólidos pueden incluir coladores, filtros y similares, y ejemplos de los medios de separación por precipitación usados para la separación de sólidos pueden incluir separadores estacionarios, separadores centrífugos y similares, aunque no quedan limitados de forma particular a los mismos. Desde el punto de vista del rendimiento de la separación, coste de instalación y facilidad de operación, los sólidos anteriores se separan preferentemente del agua residual o la disolución acuosa residual usando un filtro por el que pueden penetrar partículas menores que las que tienen un tamaño de partículas de 1 a 10 μm a su través. Entretanto, el procedimiento de separación para separar los sólidos usando un depósito de separación estacionario o filtro también se puede llevar a cabo al mismo intervalo de temperatura de 10 a 50°C que se usa tras el enfriamiento y precipitación de los sólidos.

Una realización preferente de la presente invención se explica haciendo referencia al diagrama de flujos mostrado en la Fig. 1. Entretanto, en esta realización, se ilustra el tratamiento de extracción de acrilato de metilo. Se alimenta continuamente una disolución que contiene acrilato de metilo a una columna de extracción (1) procedente de una porción inferior de la misma a través de la tubería (L1). Una disolución acuosa residual reciclada del procedimiento anterior, que se usa en el tratamiento de extracción, se hace pasar a través de un filtro (6) para separar los sólidos de la misma, y a continuación se alimenta de forma continua a una parte superior de la columna de extracción (1) a través de la tubería (L2). Una fase orgánica en forma de refinado obtenido eliminando fundamentalmente metanol de la disolución por extracción se extrae de la porción superior de la columna de extracción (1) a través de la tubería (L3), y a continuación se alimenta a una etapa de separación de componentes de bajo punto de ebullición (no mostrada) a través de un intercambiador de calor (3). De una porción inferior de la columna de extracción (1), a través de una tubería (L4), se extrae una fase acuosa en forma de extracto que contiene fundamentalmente metanol, y a continuación se alimenta de forma continua a una columna (2) de recuperación de alcohol. En la columna (2) de recuperación de alcohol se recupera metanol de una porción superior de la misma, y luego se recicla a una etapa de reacción (no mostrada) a través de una tubería (L5) y se reutiliza en la misma. La disolución acuosa residual que contiene una pequeña cantidad de sustancias orgánicas (tal como polímeros) y sustancias inorgánicas (tal como óxido de hierro) que se extrae de una parte inferior de la columna la recuperación de alcohol se enfría por los intercambiadores de calor (3) y (4), y se almacena temporalmente en un recipiente amortiguador (5) en el que algunos sólidos precipitan en la disolución acuosa residual mientras que los sólidos ligeros precipitados quedan flotando y ascienden a la superficie de la disolución y se coagulan conjuntamente. Estos sólidos ligeros precipitados son descargados a través de una tubería (L7). La disolución acuosa residual de la cual se separan los sólidos precipitados ligeros se alimenta a través de una tubería (L6) al filtro (6) anterior en el que los precipitados finos tales como espumas en la disolución son eliminados de la misma, y luego reciclados a la porción superior de la columna de extracción (1) para reutilizarlos en dicha columna.

Ejemplos

La presente invención se describe con más detalle por los ejemplos, aunque los ejemplos son meramente ilustrativos y no pretenden limitar el alcance de la presente invención.

Ejemplo 1

Se trató de forma continua usando el aparato mostrado en el diagrama de flujos de la Fig. 1 una fracción bruta obtenida por destilación de componentes pesados tales como ácido acrílico del producto de la reacción de esterificación producido en el procedimiento para la producción de acrilato de metilo.

Se alimentó de forma continua una disolución que contenía acrilato de metilo a una columna de extracción (1) de tipo torre de relleno desde una de sus porciones inferiores a través de una tubería (L1). El material bruto alimentado a la columna de extracción (1) tenía una composición promedio que contenía 13% en peso de agua, 10% en peso de metanol, 75% en peso de acrilato de metilo y 2% en peso de otros componentes, y se alimentó a un caudal promedio de 2,8 toneladas/hora. Además, el procedimiento de extracción se llevó a cabo a una temperatura de 25°C.

Se retiró una fase acuosa en forma de extracto que contenía fundamentalmente metanol extraído de la porción inferior de la columna de extracción (1) a través de una tubería (L4) y luego se alimentó de forma continua a una columna de recuperación (2) de alcohol que operaba a presión ordinaria. En la columna de recuperación (2) de alcohol, se recuperó metanol de su parte superior y luego se recicló a una etapa de reacción (no mostrada) a través de una tubería (L5) y se reutilizó en la misma etapa. Una disolución acuosa residual que contenía una pequeña cantidad de sustancias orgánicas (tales como polímeros) y sustancias inorgánicas (tales como óxido de hierro), que se había retirado de la parte inferior de la columna de recuperación de alcohol se enfrió desde 98°C hasta 25°C por intercambiadores de calor (3) y (4) y luego se almacenó temporalmente en un recipiente amortiguador (5). Después de separar los sólidos ligeros de la disolución acuosa residual que contenía sólidos precipitados a través de una tubería (L7), se alimentó la disolución acuosa residual a través de una tubería (L6) hasta un filtro (6) (filtro de cartucho capaz de ser penetrado por partículas que tienen un tamaño de partículas igual o inferior a 3 μm) en el que los sólidos residuales se separaron de la disolución y luego se reciclaron a la parte superior de la columna de extracción (1) y se reutilizaron en la misma.

Entretanto, la fase orgánica en forma de refinado obtenido extrayendo y eliminando fundamentalmente metanol de la disolución se retiró de la porción superior de la columna de extracción (1) a través de una tubería (L3) y luego se alimentó a una etapa de separación de componentes de bajo punto de ebullición (no mostrada) a través del intercambiador de calor (3).

- 5 Como resultado de llevar a cabo una operación continua del sistema de tratamiento anterior durante 300 días, se confirmó que la concentración de metanol en la fase orgánica obtenida de la porción superior de la columna de extracción (1) se mantuvo de forma estable dentro del intervalo de 0,1 a 0,2% en peso, la presión diferencial entre la parte superior e inferior de la columna de recuperación (2) de alcohol permaneció sustancialmente sin cambios, consiguiendo de este modo una operación continua estable del sistema.

10 **Ejemplo 2**

- 15 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que se ha definido en el Ejemplo 1 salvo porque la materia prima alimentada tenía una composición promedio que contenía 13% en peso de agua, 10% en peso de metanol, 75% en peso de acrilato de metilo y 2% en peso de otros componentes, y el caudal promedio y la temperatura de extracción cambiaron a 3,0 toneladas/hora y 20°C, respectivamente, llevando a cabo de este modo una operación continua del sistema. Como resultado de llevar a cabo la operación continua durante 300 días, se confirmó que la concentración de metanol en la fase orgánica obtenida de la porción superior de la columna de extracción (1) se mantuvo de forma estable en el intervalo de 0,2 a 0,3% en peso, consiguiendo de este modo una operación continua estable del sistema.

Ejemplo comparativo 1

- 20 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que se ha definido en el Ejemplo 1 usando los mismos aparatos, materias primas y condiciones de operación que en el Ejemplo 1, salvo porque la disolución acuosa residual descargada desde la parte inferior de la columna de recuperación (2) de alcohol no se sometió a los tratamientos de enfriamiento y filtrado, llevando a cabo de este modo una operación continua del sistema. Como resultado, desde el momento en que pasaron 200 días, la concentración de metanol en la fase orgánica obtenida de la porción superior de la columna de recuperación (2) de alcohol superó el 0,2% en peso. Además, en dicho momento se inició una acumulación de sólidos precipitados en la columna de extracción (1), de modo que la interfase líquido-líquido en la misma se volvió inestable. Además, las cantidades de etanol y agua en el líquido que fluía a través de la tubería (L3) aumentaron, de modo que fue imposible continuar la operación de las posteriores instalaciones a la tubería (L3). Por otro lado, en la columna de recuperación (2) de alcohol, comenzó a aumentar la presión diferencial entre su parte superior e inferior. Además, puesto que la temperatura de la parte inferior de la columna de recuperación (2) de alcohol aumentó, la cantidad de vapor alimentado como medio de calentamiento para la columna de recuperación (2) de alcohol se redujo. Como resultado, se hizo imposible continuar con una operación estable del sistema.

Ejemplo comparativo 2

- 35 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que se ha definido en el Ejemplo 2 usando los mismos aparatos, materias primas y condiciones de operación que en el Ejemplo 2, salvo porque la disolución acuosa residual descargada desde la parte inferior de la columna de recuperación (2) de alcohol no se sometió a los tratamientos de enfriamiento y filtrado, llevando a cabo de este modo una operación continua del sistema. Como resultado, desde el momento en que pasaron 150 días, la concentración de metanol en la fase orgánica obtenida de la porción superior de la columna de recuperación (2) de alcohol superó el 0,3% en peso. Además, en dicho momento se inició una acumulación de sólidos precipitados en la columna de extracción (1), de modo que la interfase líquido-líquido en la misma se volvió inestable. Además, las cantidades de etanol y agua en el líquido que fluía a través de la tubería (L3) aumentaron, de modo que fue imposible continuar la operación de las posteriores instalaciones a la tubería (L3). Por otro lado, en la columna de recuperación (2) de alcohol, comenzó a aumentar la presión diferencial entre su parte superior e inferior. Además, puesto que la temperatura de la parte inferior de la columna de recuperación (2) de alcohol aumentó, la cantidad de vapor alimentado como medio de calentamiento para la columna de recuperación (2) de alcohol se redujo. Como resultado, se hizo imposible continuar con una operación estable del sistema.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Un procedimiento para manipular una disolución que contiene éster (met)acrílico sometiendo dicha disolución que contiene éster (met)acrílico a al menos un proceso seleccionado de lavado, neutralización y extracción, en el que agua residual o una disolución acuosa residual obtenida por recuperación de ingredientes eficaces de la disolución que contiene éster (met)acrílico tratada por dicho al menos un proceso se enfría previamente hasta una temperatura de 10 a 50°C, y a continuación se separan los sólidos de la misma antes de reciclar el agua residual o disolución acuosa residual al proceso anterior y reutilizarlos en el mismo mismo.
- 10 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que los sólidos se separan por un medio de filtración o un medio de separación por precipitación.
- 3.- Un procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que los procesos de lavado y/o extracción se llevan a cabo usando una columna de extracción.
- 4.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el éster (met)acrílico es acrilato de metilo, acrilato de etilo o metacrilato de metilo.
- 15 5.- El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el agua residual o disolución acuosa residual se obtienen recuperando ingredientes eficaces de la disolución que contiene éster (met)acrílico por un procedimiento de destilación, y el agua residual o disolución acuosa residual tienen una temperatura en el intervalo de 80 a 110°C.

