

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 399 144**

51 Int. Cl.:

C07C 231/14 (2006.01)

C07C 51/06 (2006.01)

C07C 67/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.08.2007 E 07803098 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.11.2012 EP 2125706**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de una cianhidrina de acetona y sus productos subsiguientes mediante una refrigeración deliberada**

30 Prioridad:

14.12.2006 DE 102006059511

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

26.03.2013

73 Titular/es:

**EVONIK RÖHM GMBH (100.0%)
KIRSCHENALLEE
64293 DARMSTADT, DE**

72 Inventor/es:

**GROPP, UDO;
WEBER, ROBERT;
SCHÄFER, THOMAS;
PERL, ANDREAS;
SING, RUDOLF y
MERTZ, THOMAS**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 399 144 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

Procedimiento para la preparación de una cianhidrina de acetona y sus productos subsiguientes mediante una refrigeración deliberada

5 El presente invento se refiere en términos generales a un procedimiento para la preparación de una cianhidrina de acetona, a un procedimiento para la preparación de un éster alquílico del ácido metacrílico, a un procedimiento para preparación del ácido metacrílico, a un dispositivo para la preparación de ésteres alquílicos del ácido metacrílico, a un procedimiento para la preparación de unos polímeros que se basan por lo menos parcialmente en ésteres alquílicos del ácido metacrílico, a la utilización de los ésteres alquílicos del ácido metacrílico, obtenibles a partir del
10 procedimiento de acuerdo con el invento, en productos químicos, así como a los productos químicos que se basan en los ésteres alquílicos del ácido metacrílico, obtenibles según el procedimiento de acuerdo con el invento.

Una cianhidrina de acetona es uno de los importantes componentes de partida en el caso de la preparación del ácido metacrílico y de los ésteres alquílicos del ácido metacrílico. Estos dos tipos de compuestos son unos monómeros, que tienen una gran importancia para una serie de materiales sintéticos producidos en grandes cantidades y cuyo consumo está aumentando constantemente mediante el aumento creciente de la utilización de
15 estos materiales sintéticos producidos en grandes cantidades, de manera tal que también el producto de partida, la cianhidrina de acetona, se hace necesario en cantidades cada vez mayores. Una cianhidrina de acetona se obtiene por ejemplo a partir del ácido cianhídrico y de la acetona o también a partir de la acetona y de ciertas sales del ácido cianhídrico. En comparación con la acetona, el ácido cianhídrico o respectivamente las sales de ácido cianhídrico son unos compuestos manifiestamente más tóxicos, que deben ser manipulados con el mayor cuidado y por
20 consiguiente con un gran gasto técnico en seguridad. Con el fin de poder mantener este gasto en seguridad dentro de unos límites comercialmente tolerables, a la realización de la reacción en el caso de la preparación de la cianhidrina de acetona le corresponde una importancia especial. Junto al interés general en obtener unos altos rendimientos con unas concentraciones lo más pequeñas que sean posibles de los eductos (productos de partida) se añade aquí el interés en la seguridad, de que con la cianhidrina de acetona como producto de esta reacción esté
25 contenida la menor cantidad que sea posible del ácido cianhídrico como educto de esta reacción del tratamiento de la cianhidrina de acetona para la elaboración ulterior.

En el estado de la técnica, por ejemplo mediante el documento de solicitud de patente europea EP 1 371 632 A1 se profundiza en este aspecto de seguridad mediante un procedimiento para la preparación de una cianhidrina de acetona, en el que se emplea una composición de un cianuro metálico. Este modo de proceder es desventajoso en
30 particular mediante la etapa intermedia del cianuro metálico, en el caso de que una instalación para la preparación del ácido cianhídrico y una instalación para la preparación de una cianhidrina de acetona se encuentren en la misma región, y por consiguiente el ácido cianhídrico preparado puede ser alimentado directamente a la instalación para la preparación de una cianhidrina de acetona.

En el caso presente se trataba por lo tanto en general de eliminar por lo menos parcialmente o incluso de manera total las desventajas que se establecen a partir del estado de la técnica.

Además, una misión del presente invento consistió en mantener tan pequeño como sea posible mediante una reacción lo más completa que sea posible el gasto en seguridad, que ha de ser tomado en consideración en particular en el caso de la purificación de la cianhidrina de acetona.

Por lo demás, una misión de acuerdo con el invento consistió en poner a disposición un procedimiento para la preparación de una cianhidrina de acetona, en el que resulte la menor cantidad que sea posible de productos secundarios.

Por añadidura una misión de acuerdo con el invento consistió en mejorar en conjunto la preparación del ácido metacrílico o respectivamente de los ésteres del ácido metacrílico, para obtener de esta manera un acceso más barato a unos polímeros que se basan en ellos.

45 Una contribución a la resolución de por lo menos uno de los problemas planteados por las precedentes misiones la prestan los objetos de las reivindicaciones que forman una categoría, constituyendo las reivindicaciones secundarias dependientes de ellas unas formas de realización preferidas del presente invento.

Así, el presente invento se refiere a un procedimiento para la preparación de una cianhidrina de acetona, que contiene como etapas las de:

- 50 A. poner en contacto la acetona y el ácido cianhídrico en un reactor para formar una mezcla de reacción, circulando la mezcla de reacción y obteniéndose una cianhidrina de acetona;
- B. refrigerar por lo menos una parte, de manera preferida por lo menos un 10 % en peso, de manera más preferida por lo menos un 50 % en peso y de manera especialmente preferida por lo menos un 70 % en peso, en cada caso referido a la mezcla de reacción, de la mezcla de reacción, por atravesamiento

de una zona de refrigeración de un refrigerador con un período de tiempo de permanencia en el refrigerador de 0,1 a 2 h, conteniendo el refrigerador un elemento de refrigeración o por lo menos dos elementos de refrigeración;

- 5 C. sacar desde el reactor por lo menos una parte de la cianhidrina de acetona producida, realizándose que, referido al volumen interno total del refrigerador, el volumen de la zona de refrigeración del refrigerador es mayor que el volumen del elemento de refrigeración o de los por lo menos dos elementos de refrigeración del refrigerador.

10 La circulación de la mezcla de reacción puede efectuarse preferiblemente en un denominado reactor de bucle, en el que la mezcla de reacción es bombeada en un circuito, de manera preferida a través de un sistema de tubos. La circulación de la mezcla de reacción a través de la zona de refrigeración puede efectuarse, por un lado, mediante el hecho de que la zona de refrigeración forma directamente una parte del reactor de bucle. En otra forma de realización, sin embargo, es posible que junto al circuito del reactor de bucle esté prevista una zona de refrigeración, en la que una parte de la mezcla de reacción, que circula en el reactor de bucle, es conducida paralelamente al reactor de bucle. Por lo general, la mezcla de reacción circula con un caudal volumétrico situado en un intervalo de aproximadamente 30 a aproximadamente 700 m³/h, de manera preferida en un intervalo de aproximadamente 100 a 500 m³/h y de manera especialmente preferida en un intervalo de aproximadamente 150 a aproximadamente 400 m³/h. La circulación de la zona de refrigeración a través de la mezcla de reacción puede efectuarse, por un lado, en los mismos intervalos de velocidades que precedentemente se han mencionado. Además, puede ser preferido que la zona de refrigeración sea atravesada en un intervalo de aproximadamente 10 a 50 veces, de manera preferida en un intervalo de aproximadamente 20 a 40 veces y de manera especialmente preferida en un intervalo de aproximadamente 25 a 35 veces por una determinada cantidad de la mezcla de reacción. La mezcla de reacción es llevada en la zona de refrigeración a una temperatura situada en un intervalo de aproximadamente 0 a aproximadamente 50 °C, de manera preferida en un intervalo de aproximadamente 20 a 45 °C y de manera especialmente preferida en un intervalo de aproximadamente 30 a 40 °C. Se pretende mantener a la mezcla de reacción lo más isotérmica que sea posible. Además se prefiere que por lo menos en la zona de refrigeración se presente una presión situada en un intervalo de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 10 bares, de manera preferida en un intervalo de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 5 bares y de manera especialmente preferida en un intervalo de aproximadamente 0,9 a 1,5 bares. Por lo demás, se prefiere que por lo menos en la zona de refrigeración se presente un valor del pH situado en un intervalo de aproximadamente 5 a aproximadamente 9, de manera preferida en un intervalo de 6 a aproximadamente 8 y de manera especialmente preferida en un intervalo de aproximadamente 6,5 a aproximadamente 7,5.

35 Por lo general, la zona de refrigeración puede poseer cualquier estructura que sea conocida para un experto en la especialidad y que aparezca como apropiada. Así, la zona de refrigeración de un refrigerador tiene con frecuencia uno o por lo menos dos elementos de refrigeración, que garantizan el paso de calor entre el medio que se ha de refrigerar, aquí la mezcla de reacción, y el medio de refrigeración que se encuentra dentro del o de los elementos de refrigeración. Como volumen interno total del refrigerador se designa por lo general al volumen indicado por el fabricante del refrigerador. Con frecuencia, en el caso de este volumen se trata del volumen de la zona, en la que tiene lugar el paso de calor. Así, la mayor parte de los tubos que conducen hacia el refrigerador y de los que conducen hacia fuera del refrigerador no son una parte del volumen interno total del refrigerador, puesto que a ellos no les corresponde ninguna función de refrigeración. El volumen de la zona de refrigeración se establece en la mayor parte de los casos por el hecho de que el volumen del elemento de refrigeración previsto en la zona de refrigeración, o respectivamente de los elementos de refrigeración allí previstos, debe de ser restado del volumen interno total del refrigerador. El volumen de un elemento de refrigeración es por regla general mayor que el volumen del medio de refrigeración abarcado por este elemento de refrigeración, puesto que también las piezas constructivas del elemento de refrigeración deben ser tomadas en consideración conjuntamente al realizar la determinación de su volumen. Puede ser preferido, de acuerdo con el invento, que el volumen de la zona de refrigeración sea por lo menos aproximadamente 1,01 veces, de manera preferida por lo menos aproximadamente 1,1 veces y de manera especialmente preferida por lo menos aproximadamente 1,5 veces tan grande como el volumen del elemento de refrigeración o respectivamente de los elementos de refrigeración del refrigerador.

50 Además, en el procedimiento de acuerdo con el invento se prefiere que por lo menos una parte de la mezcla de reacción, al menos durante la refrigeración circule en una dirección de la corriente refrigeradora que es diferente de la dirección de la corriente principal. La dirección de la corriente principal se establece como el eje entre el lugar de entrada de la mezcla de reacción en el refrigerador y el lugar de salida de la mezcla de reacción desde el refrigerador. De acuerdo con el invento, se puede preferir que por lo menos aproximadamente un 5 %, preferiblemente por lo menos un aproximadamente un 20 % y de manera preferida por lo menos aproximadamente un 40 % de la mezcla de reacción, en una dirección de la corriente refrigeradora que es diferente de la dirección de la corriente principal, circule en el refrigerador durante la refrigeración. Por lo demás, es posible de acuerdo con el invento que por lo menos una corriente parcial, preferiblemente por lo menos un 10 % en volumen, de manera preferida por lo menos un 20 % en volumen y de manera especialmente preferida por lo menos un 50 % en volumen de la mezcla de reacción alimentada a la zona de refrigeración se conduzca frente a una pared externa que delimita la zona de refrigeración. Esta conducción por frente se efectúa preferiblemente mediante unas corrientes en circuito, que se extienden preferiblemente en forma de espiral desde la entrada de la mezcla de reacción en la zona de

refrigeración hasta la salida de la mezcla de reacción desde la zona de refrigeración. Estas condiciones de circulación pueden ser visualizadas por un lado de una manera real, por ejemplo por adición de un colorante tal como fuxina en hilos, o pueden ser simuladas mediante apropiados programas de ordenador y modelos matemáticos.

5 Además, se prefiere de acuerdo con el invento que la dirección de la corriente refrigeradora sea generada mediante una desviación de la mezcla de reacción. En este caso, se prefiere de nuevo que la desviación de la mezcla de reacción se efectúe mediante uno o por lo menos dos medios de desviación previstos en el refrigerador o unidos con el refrigerador. Por lo general, estos medios de desviación pueden estar previstos en todas las zonas del refrigerador o respectivamente pueden estar unidos con el refrigerador. Además, puede ser preferido que los medios de desviación estén dispuestos predominantemente en la zona del refrigerador, en la que la mezcla de reacción entra en el refrigerador con una velocidad de circulación relativamente alta. Después de esto, la densidad de los medios de desviación, saliendo desde la zona de entrada de la mezcla de reacción disminuye hasta la zona de salida de la mezcla de reacción desde el refrigerador.

15 Fundamentalmente, como medios de desviación entran en consideración todos los dispositivos conocidos para un experto en la especialidad y que aparecen como apropiados. Unos medios de desviación especialmente preferidos de acuerdo con el invento son unos elementos de introducción por chorros, un elemento agitador o elementos de rebote o una combinación de por lo menos dos de éstos.

20 Como elementos de introducción por chorros entran en consideración todos los dispositivos apropiados para un experto en la especialidad, que atomizan la mezcla de reacción. Éstos pueden distribuir a la mezcla de reacción en la zona de refrigeración, por un lado, como toberas pasivas mediante la presión de la mezcla de reacción y por otro lado como toberas activas mediante chorros o disposiciones similares. Como medios de agitación entran en consideración asimismo todos los agitadores conocidos para un experto en la especialidad y que aparecen como apropiados, tales como agitadores de paletas o de tornillos sinfín. También entran en consideración como elementos de rebote fundamentalmente todas las disposiciones conocidas y apropiadas para un experto en la especialidad. En este caso se trata especialmente de construcciones internas planas tales como unas placas que son conocidas por ejemplo a partir de los mezcladores estáticos para la mezclado y la distribución. Se prefiere que el medio de desviación esté previsto dentro de la zona de refrigeración. Así, en particular los elementos de rebote pueden estar colocados tanto junto a las paredes de la zona de refrigeración como también junto a las paredes de los elementos de refrigeración o junto a ambas.

30 Como elementos de refrigeración entran en consideración todos los que son conocidos por lo general para un experto en la especialidad y que aparecen como apropiados. En este caso, se prefiere que los elementos de refrigeración sean cada uno un cuerpo hueco alargado, atravesado por un medio de refrigeración. Los elementos de refrigeración pueden tener una estructura en forma de barras o en forma de placas. Así, entran en consideración los refrigeradores de haces de tubos o de placas o una combinación de ambos, siendo especialmente preferidos los refrigeradores de haces de tubos. En el caso de los refrigeradores de haces de tubos es preferido además que los medios de desviación, estructurados preferiblemente como elementos de rebote, se encuentren junto a la pared externa del refrigerador o apuntando hacia la zona de refrigeración.

40 Además, se prefiere en el procedimiento de acuerdo con el invento que el período de tiempo de permanencia de la mezcla de reacción en el refrigerador se escoja de una manera tal que con unos grados de conversión lo más altos que sean posibles para formar una cianhidrina de acetona resulte la menor cantidad que sea posible de productos secundarios. Así, el período de tiempo de permanencia de la mezcla de reacción en el refrigerador está situado en un intervalo de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 2 h, de manera preferida en un intervalo de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 1,5 h y de manera especialmente preferida en un intervalo de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 1 h.

45 Además, el presente invento se refiere a un procedimiento para la preparación de un éster alquílico del ácido metacrílico, que contiene como etapas las de:

- a. preparar una cianhidrina de acetona según el procedimiento de acuerdo con el invento;
- b. poner en contacto la cianhidrina de acetona con un ácido inorgánico mediando obtención de una metacrilamida;
- 50 c. poner en contacto la metacrilamida con un alcohol mediando obtención de un éster alquílico del ácido metacrílico;
- d. eventualmente purificar el éster alquílico del ácido metacrílico.

Por lo demás, el presente invento se refiere a un procedimiento para la preparación del ácido metacrílico, que contiene como etapas las de:

- 55 α) preparar una cianhidrina de acetona según un procedimiento de acuerdo con el invento;
- β) poner en contacto la cianhidrina de acetona con un ácido inorgánico mediando obtención de una metacrilamida;
- γ) hacer reaccionar la amida del ácido metacrílico con agua para dar el ácido metacrílico.

Además de esto, el presente invento se refiere a un dispositivo para la preparación de ésteres alquílicos del ácido metacrílico, que contiene unidos entre sí conduciendo un fluido:

- un elemento de instalación para la preparación de una cianhidrina de acetona, seguido por;
- un elemento de instalación para la preparación de una metacrilamida, seguido por;
- un elemento de instalación para la preparación de un éster alquílico del ácido metacrílico, eventualmente seguido por;
- un elemento de instalación para la purificación del éster alquílico del ácido metacrílico, eventualmente seguido por;
- un elemento de instalación para la polimerización, eventualmente seguido por;
- una parte de instalación para la confección (es decir para la transformación ulterior),

conteniendo el elemento de instalación para la preparación de una cianhidrina de acetona un reactor de bucle con un refrigerador, conteniendo el refrigerador una zona de refrigeración atravesable por la corriente y un elemento de refrigeración y, referido al volumen total del refrigerador, el volumen de la zona de refrigeración del refrigerador es mayor que el volumen del elemento de refrigeración o de los elementos de refrigeración del refrigerador. Por el concepto de "unidos conduciendo un fluido" se entiende en el presente caso que se pueden conducir gases, líquidos y mezclas de gases y líquidos u otras sustancias capaces de fluir. En conexión con unas formas de realización preferidas del refrigerador o respectivamente de la zona de refrigeración y también del elemento de refrigeración o de los elementos de refrigeración, se hace referencia a las explicaciones dadas acerca de esto en este texto.

De acuerdo con el invento es preferido además que el procedimiento de acuerdo con el invento para la preparación de un éster alquílico del ácido metacrílico se efectúe en un dispositivo de acuerdo con el invento.

El presente invento se refiere también a un procedimiento para la preparación de unos polímeros que se basan por lo menos parcialmente en ésteres alquílicos del ácido metacrílico, que contiene las etapas de:

- A1) preparar un éster alquílico del ácido metacrílico según un procedimiento de acuerdo con el invento;
- A2) polimerizar el éster alquílico del ácido metacrílico y eventualmente un comonomero;
- A3) tratar el éster alquílico del ácido metacrílico.

Como comonomeros entran en consideración todos los que son conocidos para un experto en la especialidad y que aparecen como apropiados, siendo preferidos especialmente los monómeros polimerizables por radicales. Entre éstos han de mencionarse sobre todo estireno, acrilato de butilo o acrilonitrilo, acrilato de metilo o acrilato de etilo. La polimerización se puede llevar a cabo como una polimerización en solución, en perlas, en emulsión o en suspensión y también como una polimerización en masa. El tratamiento del polímero se efectúa por ejemplo mediante precipitación del polímero que contiene un disolvente en un agente no disolvente para el polímero como agente de precipitación. Así, por ejemplo, un polímero que contiene acetona como disolvente y un poli(metacrilato de metilo) se precipita en un medio de precipitación a base de metanol y agua, se separa con respecto del medio de precipitación y se seca.

Además, el invento se refiere a la utilización de un éster alquílico del ácido metacrílico purísimo, obtenible mediante el procedimiento de acuerdo con el invento, en fibras, películas, barnices, masas de moldeo, cuerpos moldeados, agentes auxiliares para papel, agentes auxiliares para cuero, agente de floculación y aditivos para suelos como productos químicos preferidos.

Además, el invento se refiere a fibras, películas, barnices, masas de moldeo, cuerpos moldeados, agentes auxiliares para papel, agentes auxiliares para cuero, agentes de floculación y aditivos para perforación como productos químicos preferidos que se basan en un éster del ácido metacrílico puro obtenible según el procedimiento de acuerdo con el invento.

Seguidamente se explican diferentes elementos de procedimiento y partes de instalaciones, que fundamentalmente se pueden unir con el presente invento individualmente o como un conjunto a base de dos o más de los elementos de procedimiento mencionados. Eventualmente, puede ser ventajoso que los elementos de procedimiento presentados dentro del marco del presente texto sean combinados con el presente invento de tal manera que ellos en conjunto se combinen para dar un procedimiento para la preparación de ésteres del ácido metacrílico o un procedimiento para la preparación del ácido metacrílico. Se ha de llamar la atención también al hecho de que se pueden conseguir unos efectos en su mayor parte ventajosos también cuando el objeto del presente invento se emplea como tal en otro entorno o se combinen solamente con una parte de los elementos de procedimiento que aquí se presentan.

Preparación de una cianhidrina de acetona

En este procedimiento se prepara una cianhidrina de acetona de acuerdo con unos procedimientos generalmente conocidos (véase, por ejemplo la Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie [Enciclopedia de Ullmann de la técnica química], 4ª edición, tomo 7). Con frecuencia, se emplean en este caso como partícipes en la reacción acetona y ácido cianhídrico. En el caso de la reacción se trata de una reacción exotérmica. Con el fin de contrarrestar una descomposición de la cianhidrina de acetona formada en el marco de esta reacción, usualmente el

calor de reacción se evacua mediante un dispositivo apropiado. La reacción se puede realizar en este caso fundamentalmente como un proceso discontinuo o como un proceso continuo, en el caso de que se prefiera un modo de funcionamiento continuo, la reacción se lleva a cabo con frecuencia en un reactor de bucle, que está equipado de una manera correspondiente.

- 5 Una característica principal de un modo de funcionamiento que conduce al producto deseado en altos rendimientos se encuentra con frecuencia en el hecho de que en el caso de un período de tiempo de reacción suficiente el producto de reacción es refrigerado y el equilibrio de la reacción es desplazado en dirección al producto de reacción. Además de esto, el producto de reacción es reunido, en provecho del rendimiento total, frecuentemente con un agente estabilizador correspondiente, con el fin de prevenir durante el posterior tratamiento una descomposición en las sustancias de partida.

La mezclado de los participantes en la reacción, acetona y ácido cianhídrico, puede efectuarse fundamentalmente de un modo esencialmente arbitrario. El tipo de la mezclado depende en particular de si se escoge un modo de funcionamiento discreto, por ejemplo en un reactor discontinuo, o un modo de funcionamiento continuo, por ejemplo en un reactor de bucle.

- 15 Fundamentalmente puede ser ventajoso que la acetona sea alimentada en la reacción a través de un recipiente de almacenamiento, que dispone de una torre de lavado. Unas conducciones de ventilación, que conducen el aire de salida, que contiene la acetona y el ácido cianhídrico, pueden ser guiadas así por ejemplo a través de este recipiente de almacenamiento. En la torre de lavado, que está conectada con el recipiente de almacenamiento, el aire de salida que se escapa desde el recipiente de almacenamiento, puede ser lavado con acetona, con lo cual el ácido cianhídrico se elimina desde el aire de salida y se conduce de retorno al proceso. Para esto, por ejemplo una parte de la cantidad de acetona introducida en la reacción desde el recipiente de almacenamiento, es conducida en una corriente parcial a través de un refrigerador, de manera preferida a través de un refrigerador con salmuera, a la cabeza de la torre de lavado y de esta manera se consigue el efecto deseado.

- 25 Según sea el volumen de la cantidad de productos finales que se ha de producir, puede ser ventajoso aportar acetona a partir de más de solamente un recipiente de almacenamiento. En este caso, cada uno de los dos o más recipientes de almacenamiento puede llevar una torre de lavado correspondiente. Sin embargo, en muchos casos será suficiente que solamente uno de los recipientes de almacenamiento esté equipado con una correspondiente torre de lavado. Sin embargo, en este caso es conveniente con frecuencia que unas correspondientes conducciones que conducen el aire de salida, las cuales pueden transportar acetona y ácido cianhídrico, sean guiadas a través de este recipiente o respectivamente a través de esta torre de lavado.

La temperatura de la acetona en el recipiente de almacenamiento puede estar situada fundamentalmente dentro de un intervalo esencialmente arbitrario, siempre que la acetona se encuentre en el estado líquido a la correspondiente temperatura. Ventajosamente, la temperatura en el recipiente de almacenamiento está situada sin embargo entre aproximadamente 0 y aproximadamente 20 °C.

- 35 En la torre de lavado, la acetona empleada para el lavado es refrigerada a través de un correspondiente refrigerador, por ejemplo a través de un refrigerador de placas, con una salmuera a una temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 10 °C. La temperatura de la acetona al efectuarse la entrada en la torre de lavado es por lo tanto preferiblemente, por ejemplo, de aproximadamente 2 a aproximadamente 6 °C.

- 40 El ácido cianhídrico necesario en el marco de la reacción puede ser introducido en el reactor o bien en forma líquida o en forma gaseosa. Puede tratarse en este caso por ejemplo de un gas en bruto procedente del proceso de BMA o del proceso de Andrussov.

- 45 El cianuro de hidrógeno puede por ejemplo ser licuado, por ejemplo mediante el empleo de una correspondiente salmuera de refrigeración. En lugar de un ácido cianhídrico licuado se puede emplear un gas de coquería. Así, por ejemplo, después de un lavado con potasa (carbonato de potasio) se puede lavar de manera continua en contracorriente con una acetona, que contiene 10 % de agua, y la reacción para dar una cianhidrina de acetona se puede llevar a cabo en presencia de un catalizador de carácter básico en dos columnas para lavado de gases conectadas una tras de otra.

- 50 En el marco de otra forma de realización, una mezcla gaseosa que contiene cianuro de hidrógeno y gases inertes, en particular un gas en bruto procedente del proceso de BMA o del proceso de Andrussov se puede hacer reaccionar con acetona en presencia de un catalizador de carácter básico y de cianhidrina de acetona en un reactor del tipo de gas-líquido.

En el marco del procedimiento aquí descrito, se emplea de manera preferida un gas en bruto de BMA o un gas en bruto de Andrussov. La mezcla gaseosa, resultante a partir de los procedimientos usuales más arriba mencionados para la preparación de cianuro de hidrógeno, se puede utilizar tal como está o después de un lavado con un ácido.

5 El gas en bruto procedente del proceso de BMA, en el que a partir de metano y amoníaco se forman en lo esencial ácido cianhídrico e hidrógeno, contiene típicamente 22,9 % en volumen de HCN, 71,8 % en volumen de H₂, 2,5 % en volumen de NH₃, 1,1 % en volumen de N₂ y 1,7 % en volumen de CH₄. En el conocido proceso de Andrussow, a partir de metano y amoníaco así como oxígeno del aire se forman ácido cianhídrico y agua. El gas en bruto del proceso de Andrussow contiene, en el caso del empleo de oxígeno como fuente de oxígeno, típicamente 8 % en volumen de HCN, 22 % en volumen de H₂O, 46,5 % en volumen de N₂, 15 % en volumen de H₂, 5 % en volumen de CO, 2,5 % en volumen de NH₃ y en cada caso 0,5 % en volumen de CH₄ y CO₂.

10 En el caso del empleo de un gas en bruto no lavado con un ácido, procedente del proceso de BMA o de Andrussow, el amoníaco contenido en el gas en bruto actúa con frecuencia como catalizador para la reacción. Puesto que el amoníaco contenido en el gas en bruto supera con frecuencia a la cantidad necesaria como catalizador y por lo tanto puede conducir a altas pérdidas del ácido sulfúrico empleado para la estabilización, un gas en bruto de este tipo es sometido con frecuencia a un lavado con un ácido, con el fin de eliminar amoníaco a partir de él. En el caso del empleo de un tal gas en bruto lavado con un ácido, entonces se debe de añadir al reactor, no obstante, un apropiado catalizador de carácter básico en una cantidad catalítica. En principio, en este caso, unos conocidos compuestos de carácter básico, inorgánicos u orgánicos, pueden actuar como catalizador.

20 El cianuro de hidrógeno en forma gaseosa o en forma líquida o respectivamente una mezcla gaseosa que contiene cianuro de hidrógeno y acetona se aportan en el marco del modo de funcionamiento continuo constantemente a un reactor de bucle. El reactor de bucle comprende en este caso por lo menos una posibilidad para la aportación de acetona o dos o más de tales posibilidades, por lo menos una posibilidad para la aportación de ácido cianhídrico líquido o gaseoso, o dos o más de tales posibilidades, así como por lo menos una posibilidad para la aportación de un catalizador.

25 Como catalizador son apropiados fundamentalmente unos compuestos alcalinos arbitrarios tales como amoníaco, una lejía de sosa, o una lejía de potasa, que pueden catalizar la reacción de acetona y ácido cianhídrico para dar una cianhidrina de acetona. Sin embargo se ha manifestado que es ventajoso que como catalizador se emplee un catalizador orgánico, en particular una amina. Son apropiadas, por ejemplo, aminas secundarias o terciarias, tales como dietilamina, dipropilamina, trietilamina, tri-n-propilamina y otras similares.

Un reactor de bucle que se puede emplear en el marco del elemento de procedimiento descrito, tiene además de esto todavía por lo menos una bomba o dos o más bombas, y por lo menos un dispositivo mezclador, o dos o más de tales dispositivos mezcladores.

30 Como bomba se adecuan fundamentalmente todas las bombas, que son adecuadas para garantizar la circulación de la mezcla de reacción en el reactor de bucle.

35 Como dispositivos mezcladores son apropiados tanto unos dispositivos mezcladores con elementos móviles como también los denominados mezcladores estáticos, en cuyos casos están previstas unas resistencias a la circulación inmóviles. En el caso del empleo de mezcladores estáticos, son adecuados por ejemplo los que permiten una transmisión en funcionamiento de por lo menos aproximadamente 10, por ejemplo de por lo menos aproximadamente 15 o de por lo menos aproximadamente 20 bares en condiciones de funcionamiento, sin restricciones esenciales para la capacidad de funcionamiento. Unos correspondientes mezcladores pueden componerse de un material sintético o de un metal. Como material sintético son adecuados por ejemplo los PVC, PP; HDPE, PVDF, PFA o PTFE. Los mezcladores metálicos pueden componerse por ejemplo a base de aleaciones de níquel, o a base de zirconio, titanio y similares. Asimismo son apropiados, por ejemplo, unos mezcladores rectangulares.

45 La adición del catalizador se efectúa de manera preferida en el reactor de bucle detrás de la bomba y delante de un elemento mezclador presente en el reactor de bucle. Los catalizadores se emplean, en el marco de la reacción descrita, por ejemplo en una cantidad tal que la reacción global se realiza a un valor del pH de como máximo 8, en particular de como máximo aproximadamente 7,5 o aproximadamente 7. Puede ser preferido que el valor del pH durante la reacción fluctúe dentro de un marco de aproximadamente 6,5 a aproximadamente 7,5, por ejemplo de aproximadamente 6,8 a aproximadamente 7,2.

50 Dentro del marco del procedimiento descrito, de una manera alternativa a la adición del catalizador en el reactor de bucle detrás de la bomba y delante de un dispositivo mezclador, es también posible alimentar el catalizador conjuntamente con la acetona en el reactor de bucle. En uno de tales casos puede ser ventajoso que se procure una correspondiente mezcladura de la acetona y del catalizador antes de la alimentación en el reactor de bucle. Una correspondiente mezcladura puede efectuarse por ejemplo mediante el empleo de un mezclador con partes móviles o mediante el empleo de un mezclador estático.

55 Cuando en el marco del procedimiento descrito se escoge un modo de funcionamiento continuo en un reactor de bucle como modo de funcionamiento, entonces puede ser conveniente investigar el estado de la mezcla de reacción

mediante unos análisis puntuales o continuos. Esto ofrece la ventaja de que eventualmente se puede reaccionar rápidamente también frente a unas modificaciones del estado en la mezcla de reacción. Además de ello, de esta manera se pueden dosificar con la mayor exactitud que sea posible, por ejemplo los participantes en la reacción, con el fin de reducir al mínimo las pérdidas de rendimiento.

- 5 Una correspondiente analítica puede efectuarse por ejemplo mediante una toma de muestras en los bucles del reactor. Unos procedimientos de análisis apropiados son, por ejemplo, una medición del pH, una medición de la tonalidad térmica o una medición de la composición de la mezcla de reacción mediante apropiados procedimientos espectroscópicos.

10 En particular, en el marco del control del grado de conversión, de los aspectos de calidad y de la seguridad se ha acreditado con frecuencia determinar el grado de conversión en la mezcla de reacción a través del calor evacuado a partir de la mezcla de reacción y compararlo con el calor que se pone en libertad teóricamente.

15 La reacción propiamente dicha se puede efectuar, en el caso de una elección apropiada del reactor de bucle, fundamentalmente en los sistemas de tubos dispuestos dentro del reactor de bucle. Puesto que, sin embargo, la reacción es exotérmica, con el fin de evitar una pérdida de rendimiento, se debería prestar atención a tener una suficiente refrigeración o respectivamente a tener una evacuación suficiente del calor de reacción. Con frecuencia se ha manifestado como ventajoso que la reacción transcurra dentro de un intercambiador de calor, de manera preferida dentro de un intercambiador de calor de haz de tubos. Según sea la cantidad de producto que se ha de producir, la capacidad de un correspondiente intercambiador de calor se puede escoger de una manera diversa. Para procedimientos realizados a gran escala técnica se han manifestado como especialmente apropiados en particular unos intercambiadores de calor con un volumen de aproximadamente 10 a aproximadamente 40 m³. En el caso de los intercambiadores de calor de haces de tubos, empleados de manera preferente, se trata de unos intercambiadores de calor que tienen dentro de una envoltura atravesada por un líquido un haz de tubos atravesado por otro líquido. Según sean el diámetro de los tubos, la densidad de empaquetamiento, etc., el paso de calor entre los dos líquidos se puede ajustar de una manera correspondiente. En el marco del procedimiento descrito es fundamentalmente posible realizar la reacción en el sentido de que la mezcla de reacción sea movida a través del intercambiador de calor en el haz de tubos propiamente dicho y que la reacción tenga lugar dentro del haz de tubos, siendo evacuado el calor desde el haz de tubos en el líquido de la envoltura.

25 Sin embargo, se ha manifestado asimismo como practicable y en muchos casos como conveniente, conducir la mezcla de reacción a través de la envoltura del intercambiador de calor, mientras que el líquido empleado para la refrigeración circula dentro del haz de tubos. En este contexto, en muchos casos se ha manifestado como ventajoso que la mezcla de reacción sea distribuida en la envoltura, para la consecución de una duración de permanencia más alta y una mezclado a fondo mejor, a través de unas resistencias a la circulación, preferiblemente unas chapas de desviación.

30 La relación del volumen de la envoltura al volumen del haz de tubos puede ser en este caso, según sea el diseño del reactor, de aproximadamente 10 por 1 a aproximadamente 1 por 10, de manera preferida el volumen de la envoltura es mayor que el volumen del haz de tubos (referido al contenido de los tubos).

35 La evacuación de calor a partir del reactor se ajusta con un medio de refrigeración correspondiente, por ejemplo con agua, de tal manera que la temperatura de reacción esté situada dentro de un pasillo de aproximadamente 25 a aproximadamente 45 °C, en particular de aproximadamente 30 a aproximadamente 38, en particular de aproximadamente 33 a aproximadamente 35 °C.

40 A partir del reactor de bucle se evacua continuamente un producto. El producto tiene una temperatura situada en el marco de las temperaturas de reacción más arriba mencionadas, por ejemplo tiene una temperatura de aproximadamente 35 °C. El producto es refrigerado a través de uno o más intercambiadores de calor, en particular uno o varios intercambiadores de calor de placas. En este caso pasa a emplearse por ejemplo una refrigeración con salmuera. La temperatura del producto después de la refrigeración debe ser de aproximadamente 0 a 10, en particular de 1 a aproximadamente 5 °C. El producto es transferido preferiblemente a un recipiente de almacenamiento, que tiene una función amortiguadora. Adicionalmente, el producto puede ser refrigerado en el recipiente de almacenamiento, por ejemplo mediante evacuación constante de una corriente parcial desde el recipiente de almacenamiento hasta un apropiado intercambiador de calor, por ejemplo hasta un intercambiador de calor de placas, o respectivamente se puede mantener a una apropiada temperatura de almacenamiento. Es absolutamente posible, que en el recipiente de almacenamiento pueda tener lugar la relación posterior.

45 La devolución del producto al recipiente de almacenamiento puede efectuarse fundamentalmente de una manera arbitraria. Sin embargo, en algunos casos se ha manifestado como ventajoso que el producto sea devuelto a través de un sistema constituido a base de una o varias toberas al recipiente de almacenamiento, de manera tal que dentro del recipiente de almacenamiento tenga lugar una mezclado a fondo correspondiente del producto almacenado.

A partir del recipiente de almacenamiento se evacua además de una manera continua el producto en un recipiente de estabilización. Allí el producto es reunido con un ácido apropiado, por ejemplo con H_2SO_4 . En este caso el catalizador es desactivado y la mezcla de reacción es ajustada a un valor del pH de aproximadamente 1 a aproximadamente 3, en particular de aproximadamente 2. Como ácido es apropiado en particular un ácido sulfúrico, por ejemplo un ácido sulfúrico con un contenido de aproximadamente 90 a aproximadamente 105 %, en particular de aproximadamente 93 a aproximadamente 98 % de H_2SO_4 .

El producto estabilizado es retirado desde el recipiente de estabilización y transferido a la etapa de purificación. En este caso, una parte del producto estabilizado y retirado se puede devolver al recipiente de estabilización por ejemplo de tal manera que se garantice una suficiente mezcladura a fondo en el recipiente a través de un sistema constituido a base de una o varias toberas.

Tratamiento de la ACH

En el marco de otro elemento de procedimiento, que se puede emplear en conexión con el presente invento, la cianhidrina de acetona (ACH), que se había obtenido en una etapa antepuesta, por ejemplo a partir de la reacción de acetona con ácido cianhídrico, se somete a un tratamiento por destilación. En tal caso, la cianhidrina de acetona en bruto estabilizada es liberada de componentes que hierven a bajas temperaturas a través de una correspondiente columna. Un apropiado procedimiento de destilación puede realizarse por ejemplo a través de solamente una columna. Sin embargo, es asimismo posible emplear, en el marco de una correspondiente purificación de una cianhidrina de acetona en bruto, una combinación de dos o más columnas de destilación, también combinadas con un evaporador de película descendente. Además, se pueden combinar entre sí dos o más evaporadores de película descendente o también dos o más columnas de destilación.

La cianhidrina de acetona en bruto sale por regla general con una temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 15 °C, por ejemplo con una temperatura de aproximadamente 5 a aproximadamente 10 °C desde el almacenamiento para la destilación. Fundamentalmente, la cianhidrina de acetona en bruto se puede introducir directamente en la columna. Sin embargo, en algunos casos se ha acreditado el recurso de que primeramente la cianhidrina de acetona refrigerada en bruto tome a su cargo a través de un intercambiador de calor una parte del calor del producto ya purificado por destilación. Por lo tanto, en el marco de otra forma de realización del procedimiento aquí descrito, la cianhidrina de acetona en bruto es calentada a través de un intercambiador de calor a una temperatura de aproximadamente 60 a 80 °C.

La purificación por destilación de la cianhidrina de acetona se efectúa a través de una columna de destilación, de manera preferida con más de 10 platos, o a través de una cascada de dos o más columnas de destilación adecuadas de una manera correspondiente. El calentamiento del sumidero de la columna se efectúa preferiblemente con un vapor. Se ha manifestado como ventajoso que la temperatura del sumidero no sobrepase una temperatura de 140 °C, se han podido conseguir unos buenos rendimientos y una buena purificación cuando la temperatura del sumidero no es mayor que aproximadamente 130 °C o no es más alta que aproximadamente 110 °C. Los datos de temperatura se refieren en este caso a la temperatura de las paredes del sumidero (parte inferior) de la columna.

La cianhidrina de acetona en bruto es aportada en el tercio superior de la columna al cuerpo de la columna. La destilación se lleva a cabo preferiblemente a una presión reducida, por ejemplo a una presión de aproximadamente 50 a aproximadamente 900 mbar, en particular de aproximadamente 50 a aproximadamente 250 mbar y con buenos resultados entre 50 y aproximadamente 150 mbar.

Por la cabeza (parte superior) de la columna se retiran unas impurezas gaseosas, en particular acetona y ácido cianhídrico, las sustancias gaseosas separadas se refrigeran a través de un intercambiador de calor o de una cascada de dos o más intercambiadores de calor. En este caso se emplea preferiblemente una refrigeración con salmuera a una temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 10 °C. En este caso, a las sustancias constituyentes gaseosas de los vapores se les da la oportunidad de condensarse. La primera etapa de condensación puede tener lugar por ejemplo a una presión normal. Sin embargo, es asimismo posible, y se ha manifestado como ventajoso en algunos casos, que esta primera etapa de condensación se efectúe bajo una presión reducida, de manera preferida a la presión, que predomina en el marco de la destilación. El material condensado es conducido ulteriormente a un recipiente colector refrigerado y allí es recogido a una temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 15 °C, en particular de aproximadamente 5 a aproximadamente 10 °C.

Los compuestos gaseosos, que no se han condensado en el marco de la primera etapa de condensación, son retirados desde el recinto con depresión a través de una bomba de vacío. En este caso fundamentalmente se puede emplear una bomba de vacío arbitraria. Sin embargo, en muchos casos se ha manifestado como ventajoso que se emplee una bomba de vacío que, como consecuencia de su tipo constructivo, no conduzca a la incorporación de impurezas líquidas en la corriente gaseosa. De manera preferida, por lo tanto, aquí se emplean por ejemplo unas bombas de vacío que funcionan en seco.

5 La corriente gaseosa, que se separa por el lado de presión de la bomba, es conducida a través de otro intercambiador de calor, que preferiblemente es refrigerado con una salmuera a una temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 15 °C. Las sustancias constituyentes que se condensan en este caso son reunidas asimismo en el recipiente colector, que ya ha recogido los materiales condensados obtenidos en condiciones de vacío. La condensación llevada a cabo en el lado de presión de la bomba de vacío se puede efectuar por ejemplo mediante un intercambiador de calor, pero también con una cascada de dos o más intercambiadores de calor dispuestos paralelamente en serie. Las sustancias gaseosas que permanecen después de esta etapa de condensación son evacuadas y aportadas a un aprovechamiento ulterior arbitrario, por ejemplo a un aprovechamiento térmico.

10 Los materiales condensados reunidos pueden ser utilizados ulteriormente asimismo de una manera arbitraria. Sin embargo, desde puntos de vista económicos, se ha manifestado como extremadamente ventajoso devolver los condensados a la reacción para la preparación de una cianhidrina de acetona. Esto se efectúa preferiblemente en uno o varios lugares, que hacen posible el acceso al reactor de bucle. Los materiales condensados pueden tener fundamentalmente una composición arbitraria, siempre y cuando que ellos no perturben a la preparación de la cianhidrina de acetona. En muchos casos, sin embargo, la cantidad predominante del material condensado se compondrá de acetona y ácido cianhídrico, por ejemplo en una relación molar de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 1:2, con frecuencia en una relación de aproximadamente 1:1.

20 La cianhidrina de acetona, obtenida a partir del sumidero de la columna de destilación, es enfriada primeramente a través de un primer intercambiador de calor, por medio de la cianhidrina de acetona en bruto fría aportada, a una temperatura de aproximadamente 40 a aproximadamente 80 °C. A continuación, la cianhidrina de acetona es refrigerada y eventualmente almacenada de modo intermedio, a través de por lo menos otro intercambiador de calor, a una temperatura de aproximadamente 30 hasta 35 °C, y eventualmente es almacenada de modo intermedio.

Amidación

25 En el marco de un elemento de procedimiento adicional, como es previsto frecuentemente en el caso de la preparación del ácido metacrílico o de los ésteres del ácido metacrílico, la cianhidrina de acetona se somete a una hidrólisis. En este caso, a diferentes escalones de temperatura después de una serie de reacciones se forma como producto una metacrilamida.

30 La reacción se establece de un modo conocido para un experto en la especialidad mediante una reacción entre un ácido sulfúrico concentrado y una cianhidrina de acetona. La reacción es exotérmica, por lo que de una manera ventajosa se evacua calor de reacción desde el sistema.

35 La reacción puede ser llevada a cabo, también aquí, de nuevo en un procedimiento discontinuo o en un procedimiento continuo. Este último se ha manifestado como ventajoso en muchos casos. Siempre y cuando que la reacción se lleve a cabo en el marco de un procedimiento continuo, se ha acreditado el empleo de reactores de bucle. La reacción puede efectuarse por ejemplo en solamente un reactor de bucle. Sin embargo, también puede ser ventajoso que la reacción se lleve a cabo a cabo en una cascada de dos o más reactores de bucle.

Un apropiado reactor de bucle tiene, en el marco del procedimiento descrito, uno o más lugares de aportación para una cianhidrina de acetona, uno o más lugares de aportación para un ácido sulfúrico concentrado, uno o varios dispositivos separadores de gases, uno o varios intercambiadores de calor y uno o varios mezcladores, y con frecuencia una bomba como un medio de transporte.

40 La hidrólisis de una cianhidrina de acetona con un ácido sulfúrico para formar para formar una metacrilamida es exotérmica, tal como ya se ha descrito. El calor de reacción que resulta en el marco de la reacción, sin embargo, debe de ser abstraído del sistema, por lo menos de una manera amplia, puesto que con una temperatura creciente al realizarse la reacción disminuye el rendimiento. Ciertamente es posible fundamentalmente conseguir con unos correspondientes intercambiadores de calor una evacuación rápida y completa del calor de reacción. Sin embargo, también puede ser desventajoso refrigerar demasiado la mezcla, puesto que para un correspondiente intercambio en los intercambiadores de calor se necesita un paso de calor suficiente. Puesto que con una temperatura decreciente la viscosidad de la mezcla aumenta grandemente, de esta manera se dificulta, por una parte, la circulación en el reactor de bucle o respectivamente el flujo a través del mismo y, por otra parte, ya no se puede garantizar una evacuación suficiente de la energía de reacción a partir del sistema.

50 Además de esto, unas temperaturas demasiado pequeñas en la mezcla de reacción pueden conducir a una cristalización de sustancias constituyentes de la mezcla de reacción junto a los intercambiadores de calor. De esta manera se dificulta aún más el paso de calor, con lo que se puede consignar un inequívoco retroceso del rendimiento. Además de esto, el reactor de bucle no puede ser cargado con las cantidades óptimas de los reaccionantes, de manera tal que en conjunto sufre menoscabo la eficiencia del procedimiento.

En el marco de una forma de realización del procedimiento, a partir de una corriente de cianhidrina de acetona una parte, de manera preferida desde aproximadamente dos tercios hasta aproximadamente tres cuartas partes, del caudal volumétrico se introducen en un primer reactor de bucle. De manera preferida, un primer reactor de bucle tiene uno o varios intercambiadores de calor, una o varias bombas, uno o varios elementos mezcladores y uno o varios dispositivos separadores de gases. Los caudales circulantes que se mueven a través del primer reactor de bucle están situados preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 50 a 650 m³/h, de manera preferida en un intervalo de 100 a 500 m³/h y de manera aún más preferida en un intervalo de aproximadamente 150 a 450 m³/h. En por lo menos otro reactor de bucle, que sigue al primer reactor de bucle, los caudales circulantes están situados preferiblemente en un intervalo de aproximadamente 40 a 650 m³/h, de manera preferida en un intervalo de 50 a 500 m³/h y de manera aún más preferida en un intervalo de aproximadamente 60 a 350 m³/h. Por lo demás, como diferencia de temperaturas a través de los intercambiadores de calor se prefiere la de aproximadamente 1 a 20° C siendo especialmente preferida la de aproximadamente 2 hasta 7 °C.

La aportación de la cianhidrina de acetona puede efectuarse fundamentalmente en cualquier lugar en el reactor de bucle. Sin embargo, se ha manifestado como ventajoso que la aportación se efectúe en un elemento mezclador, por ejemplo en un mezclador con partes móviles o en un mezclador estático, o en un lugar en el que se mezcle bien a fondo. La aportación del ácido sulfúrico se efectúa de una manera ventajosa antes de la adición de la cianhidrina de acetona. Por lo demás, sin embargo, es asimismo posible introducir el ácido sulfúrico en un lugar arbitrario de reactor de bucle.

La relación entre los reaccionantes en el reactor de bucle es regulada de tal manera que se presente un exceso de ácido sulfúrico. El exceso de ácido sulfúrico es, con respecto a la relación molar de las sustancias constituyentes, en el primer reactor de bucle, de aproximadamente 1,8:1 a aproximadamente 3:1, y en el último reactor de bucle, de aproximadamente 1,3:1 a aproximadamente 2:1.

En algunos casos se ha manifestado como ventajoso realizar la reacción en el reactor de bucle con un tal exceso de ácido sulfúrico. El ácido sulfúrico puede servir aquí por ejemplo como disolvente y para mantener baja la viscosidad de la mezcla de reacción, con lo cual se puede garantizar una evacuación más alta del calor de reacción y una temperatura más baja de la mezcla de reacción. Esto puede traer consigo manifiestas ventajas de rendimiento. La temperatura en la mezcla de reacción es de aproximadamente 90 a aproximadamente 120 °C.

La evacuación del calor es garantizada mediante uno o varios intercambiadores de calor situados en el reactor de bucle. En tal caso se ha manifestado como ventajoso que los intercambiadores de calor dispongan de un elemento sensorial apropiado para el ajuste del rendimiento de refrigeración, con el fin de impedir una refrigeración demasiado grande de la mezcla de reacción por los motivos más arriba mencionados. Así, por ejemplo, puede ser ventajoso medir de forma puntual o continua el paso de calor en el intercambiador de calor o en los intercambiadores de calor y adaptar a esto el rendimiento de refrigeración de los intercambiadores de calor. Esto puede ocurrir por ejemplo a través del medio de refrigeración propiamente dicho. También es asimismo posible, mediante una correspondiente variación de la adición de los participantes en la reacción y mediante la generación de más cantidad de calor de reacción, conseguir un correspondiente calentamiento de la mezcla de reacción. También se puede concebir una combinación de ambas posibilidades. El reactor de bucle debería disponer además de ello de por lo menos un dispositivo separador de gases. A través del dispositivo separador de gases, el producto formado continuamente es sacado, por un lado, desde el reactor de bucle. Por otro lado, los gases formados en el marco de la reacción se pueden extraer de esta manera del recinto de reacción. Como un gas se forma principalmente monóxido de carbono. El producto retirado desde el reactor de bucle es transferido preferiblemente a un segundo reactor de bucle. En este segundo reactor de bucle, la mezcla de reacción que contiene ácido sulfúrico y una amida del ácido metacrílico tal como se había obtenido mediante la reacción en el primer reactor de bucle, se hace reaccionar con la corriente parcial remanente de cianhidrina de acetona. En este caso, el exceso de ácido sulfúrico procedente del primer reactor de bucle, o por lo menos una parte del ácido sulfúrico en exceso, reacciona con la cianhidrina de acetona mediando formación adicional de una amida del ácido metacrílico. La realización de la reacción en dos o más reactores de bucle tiene la ventaja de que, a causa del exceso de ácido sulfúrico en el primer reactor de bucle, se mejoran la aptitud para el bombeo de la mezcla de reacción y con ello el paso de calor y a fin de cuentas el rendimiento. En el segundo reactor de bucle, están dispuestos de nuevo por lo menos un elemento mezclador, por lo menos un intercambiador de calor y por lo menos un dispositivo separador de gases. La temperatura de reacción en el segundo reactor de bucle es asimismo de aproximadamente 90 a aproximadamente 120 °C.

El problema de la aptitud para el bombeo de la mezcla de reacción, del paso de calor y de una temperatura de reacción lo más pequeña que sea posible, se plantea en cada otro reactor de bucle exactamente igual que en el primero. Por lo tanto, también el segundo reactor de bucle dispone, de una manera ventajosa, de un intercambiador de calor, cuyo rendimiento de refrigeración puede ser regulado mediante un correspondiente elemento sensorial.

La aportación de la cianhidrina de acetona se efectúa de nuevo en un apropiado elemento mezclador, de manera preferida en un mezclador estático o en un lugar en donde se entremezcla bien.

A partir del dispositivo separador, en particular del dispositivo separador de gases, del segundo reactor de bucle se retira el producto y para el completamiento de la reacción y para la formación de la amida del ácido metacrílico se calienta a una temperatura de aproximadamente 130 a aproximadamente 180 °C.

5 El calentamiento se lleva a cabo de manera preferida de tal manera que la temperatura máxima se alcance solamente durante un periodo de tiempo lo más corto que sea posible, por ejemplo durante un período de tiempo de aproximadamente un minuto a aproximadamente 30 minutos, en particular durante un período de tiempo de aproximadamente dos a aproximadamente ocho o de aproximadamente tres a aproximadamente cinco minutos. Esto puede efectuarse fundamentalmente en cualesquiera equipos destinados a la consecución de una apropiada temperatura durante un período de tiempo tan corto. Por ejemplo, la aportación de energía puede efectuarse de una
10 manera convencional mediante energía eléctrica o mediante un vapor. Sin embargo es asimismo posible aportar la energía mediante una radiación electromagnética, por ejemplo mediante microondas.

En diferentes casos se ha manifestado como ventajoso que la etapa de calentamiento se efectúe en un intercambiador de calor con una disposición en dos o más escalones de espirales tubulares, que preferiblemente se pueden presentar en una disposición por lo menos doble orientadas en sentidos contrarios. En este caso la mezcla
15 de reacción es calentada con rapidez a una temperatura de aproximadamente 130 a 180 °C.

El intercambiador de calor puede ser combinado por ejemplo con uno o varios dispositivos separadores de gases. Así, es posible por ejemplo conducir a la mezcla de reacción, después de haber abandonado la primera espiral tubular, en el intercambiador de calor a través de un dispositivo separador de gases. En tal caso, por ejemplo unos componentes gaseosos, resultantes durante la reacción, pueden ser separados desde la mezcla de reacción.
20 Asimismo es posible tratar la mezcla de reacción con un dispositivo separador de gases después de haber abandonado la segunda espiral tubular. Además de esto, se puede manifestar como ventajoso tratar la mezcla de reacción con un dispositivo separador de gases en ambos lugares, tanto después de haber abandonado la primera espiral tubular como también después de haber abandonado la segunda espiral tubular.

La solución de una amida, obtenible de esta manera, tiene por regla general una temperatura de más que 100 °C, usualmente una temperatura de aproximadamente 130 hasta 180 °C.
25

Los compuestos gaseosos, que resultan en el marco de la amidación, pueden ser evacuados como desechos fundamentalmente de una manera arbitraria o pueden ser aportados a una elaboración ulterior. Sin embargo, en algunos casos puede ser ventajoso que los correspondientes gases sean conducidos conjuntamente en una conducción de transporte de tal manera que ellos sean cargados de manera continua o en caso necesario
30 eventualmente con una presión, por ejemplo con una presión de vapor, y de esta manera puedan ser transportados ulteriormente.

Esterificación

Otra etapa que constituye un elemento de procedimiento, que se puede emplear en el marco del presente invento en conexión con el procedimiento de acuerdo con el invento, es una hidrólisis de una amida del ácido metacrílico para dar el ácido metacrílico y una esterificación simultánea de éste para dar un éster del ácido metacrílico. Esta reacción puede ser llevada a cabo en uno o varios recipientes, por ejemplo calentados mediante un vapor. En muchos casos se ha manifestado como ventajoso que la esterificación se lleve a cabo en por lo menos dos recipientes que se suceden unos a otros, por ejemplo, sin embargo, también en tres o cuatro o más recipientes que se suceden unos a otros. En este caso, una solución de una amida del ácido metacrílico es introducida en el recipiente o respectivamente en el primer recipiente de una cascada de recipientes que comprende dos o más recipientes.
40

Con frecuencia se prefiere llevar a cabo una correspondiente reacción de esterificación con una cascada de dos o más recipientes. En lo sucesivo, por lo tanto se debe de hacer referencia exclusivamente a esta variante.

En el marco del procedimiento que aquí se describe, se puede alimentar dentro de un primer recipiente por ejemplo una solución de una amida, tal como es obtenible a partir de la reacción de amidación que aquí se describe. El
45 recipiente es calentado por ejemplo con un vapor. La solución de amida aportada tiene por regla general una temperatura elevada, por ejemplo una temperatura de aproximadamente 100 a aproximadamente 180 °C, correspondiente en lo esencial a la temperatura de salida de la solución de amida desde la reacción de amidación más arriba expuesta. A los recipientes se les aporta adicionalmente un alcohol, que puede ser empleado para la esterificación.

50 Fundamentalmente son apropiados en el presente caso unos alcoholes arbitrarios con 1 hasta aproximadamente 4 átomos de carbono, que pueden ser lineales o ramificados, saturados o insaturados, siendo especialmente preferido el metanol. Asimismo, estos alcoholes se pueden emplear en común con unos ésteres del ácido metacrílico, lo cual se da el caso en particular en transesterificaciones.

El recipiente es cargado además con agua, de manera tal que en conjunto reina en el recipiente una concentración de agua de aproximadamente 13 a aproximadamente 26 % en peso, en particular de aproximadamente 18 a aproximadamente 20 % en peso.

La cantidad de la solución de amida y del alcohol es regulada de tal manera que predomina una relación molar total de la amida al alcohol de aproximadamente 1:1,4 a aproximadamente 1:1,6. El alcohol puede ser distribuido en la cascada de recipientes de tal manera que en el primer reactor la relación molar sea de aproximadamente 1:1,1 a aproximadamente 1:1,4 y que en los siguientes escalones de reacción, referido a la corriente de amida total, se ajusten unas relaciones molares de aproximadamente 1:0,05 a aproximadamente 1:0,3. El alcohol aportado a la esterificación puede componerse de un "alcohol de nueva aportación (fresco)" así como de un alcohol procedente de corrientes recicladas de los escalones de tratamiento y en caso necesario también procedentes de las corrientes recicladas de los procesos realizados corriente abajo de la asociación de producción.

La alimentación con agua del primer recipiente puede efectuarse fundamentalmente en el sentido de que un agua procedente de una fuente cualquiera se aporta al recipiente, siempre y cuando que esta agua no tenga ninguna sustancia constituyente que pueda influir desventajosamente sobre la reacción de esterificación o sobre las subsiguientes etapas del proceso. Por ejemplo, al recipiente se le puede añadir un agua totalmente desionizada (VE) o un agua de pozo. Sin embargo, es asimismo posible aportar al recipiente una mezcla de agua y de compuestos orgánicos, tal como resulta por ejemplo en el caso de la purificación del ácido metacrílico o de los ésteres del ácido metacrílico. En el marco de una forma de realización preferida del procedimiento aquí expuesto los recipientes se alimentan por lo menos en una cierta proporción con una mezcla de agua y de tales compuestos orgánicos.

Cuando se emplea una cascada de dos o más recipientes en el marco de la reacción de esterificación, las sustancias gaseosas resultantes, en particular el éster del ácido metacrílico, fundamentalmente pueden ser retiradas de manera individual desde cada uno de los recipientes y aportadas a una purificación. Sin embargo, en algunos casos se ha manifestado como ventajoso que, en el caso de una cascada de dos o más recipientes, los productos gaseosos procedentes del primer recipiente sean alimentados primeramente al segundo recipiente de reacción, sin que los compuestos gaseosos procedentes del primer recipiente sean aportados directamente a una purificación. Este modo de proceder ofrece la ventaja de que el desprendimiento de espuma con frecuencia fuerte en el primer recipiente no tiene que ser contrarrestado mediante una costosa despumación con aparatos. En el caso de una conducción en cascada de las sustancias gaseosas desde el primer recipiente al segundo recipiente la espuma formada en el primer recipiente y eventualmente arrastrada con ellas entra simplemente en común en el recinto de reacción del segundo recipiente. Puesto que allí, por regla general, la formación de espuma es manifiestamente más pequeña, y por lo tanto no se tiene que despumar con aparatos.

El segundo recipiente dispuesto detrás de un primer recipiente recibe entonces, por una parte, el material rebosado del primer recipiente y, por otra parte, es alimentado juntamente con las sustancias gaseosas formadas en el primer recipiente o presentes en el primer recipiente. El segundo recipiente y los eventualmente subsiguientes son cargados asimismo con metanol. En este caso, se prefiere que la cantidad de metanol disminuya de un recipiente a otro recipiente en por lo menos un 10 %, referido en cada caso al recipiente precedente. La concentración de agua en el segundo recipiente así como en los demás recipientes puede diferenciarse de la existente en el primer recipiente, pero con frecuencia las diferencias de concentración son pequeñas.

Los vapores resultantes en el segundo recipiente son evacuados desde el recipiente y conducidos al sumidero de una columna de destilación.

Cuando la esterificación se lleva a cabo con una cascada de tres o más recipientes, entonces en cada caso el material rebosado del segundo recipiente es transferido a un tercer recipiente así como el material rebosado del tercer recipiente es transferido eventualmente a un cuarto recipiente. Los otros recipientes son asimismo calentados con vapor. Preferiblemente, la temperatura en los recipientes 3 y eventualmente 4 es ajustada a aproximadamente 120 °C hasta aproximadamente 140 °C.

Los vapores que se escapan desde los recipientes son introducidos en una columna de destilación, efectuándose esto preferiblemente en la zona inferior de la columna de destilación. Los vapores comprenden una mezcla azeotrópica a base de un vapor de soporte, un éster del ácido metacrílico y un alcohol, y tienen, dependiendo de cuál sea el alcohol empleado, una temperatura de aproximadamente 60 a aproximadamente 120 °C, por ejemplo de aproximadamente 70 a aproximadamente 90 °C en el caso del empleo de metanol. En la columna de destilación el éster del ácido metacrílico es separado en estado gaseoso con respecto de los componentes del vapor que hierven a temperaturas más altas. Las porciones que hierven a temperaturas altas (principalmente de ácido metacrílico, un éster de ácido hidroxi-isobutírico y agua) son devueltas al primer recipiente. El éster del ácido metacrílico formado es retirado por la cabeza de la columna y enfriado a través de un intercambiador de calor o de una cascada de dos o más intercambiadores de calor. Se ha acreditado en algunos casos que la refrigeración del éster del ácido metacrílico se efectúe a través de por lo menos dos intercambiadores de calor, llevando a cabo un primer intercambiador de calor con agua la condensación y una refrigeración hasta una temperatura de aproximadamente 60 a aproximadamente 30 °C, mientras que un segundo intercambiador de calor refrigerado con una salmuera lleva

a cabo un enfriamiento a aproximadamente 5 hasta aproximadamente 15 °C. Del material condensado refrigerado con agua se puede añadir una corriente parcial como fracción de reflujo a las columnas, para la regulación de la concentración de la columna. Sin embargo, es asimismo posible refrigerar los ésteres del ácido metacrílico formados a través de una cascada de más de dos intercambiadores de calor. En este caso, es posible por ejemplo llevar a cabo en primer término una refrigeración a través de dos intercambiadores de calor refrigerados con agua, conectados uno tras de otro, y a continuación conseguir un enfriamiento adicional a través de un correspondiente intercambiador de calor refrigerado con una salmuera.

Así, por ejemplo, en el marco del procedimiento aquí expuesto, el éster del ácido metacrílico que se ha formado puede ser refrigerado en estado gaseoso a través de un primer intercambiador de calor con refrigeración con agua. Las sustancias, tanto las condensadas como también las no condensadas, son a continuación conducidas ulteriormente a un segundo intercambiador de calor, donde tiene lugar una condensación adicional por medio de refrigeración con agua. En este lugar, entonces por ejemplo unas sustancias gaseosas pueden ser transferidas a un intercambiador de calor separado, refrigerado con una salmuera. El material condensado en este intercambiador de calor refrigerado con una salmuera es a continuación añadido a la corriente de material destilado, mientras que las remanentes sustancias gaseosas pueden ser aprovechadas ulteriormente o aportadas a una evacuación como desechos. El material condensado del éster del ácido metacrílico procedente del segundo intercambiador de calor refrigerado con agua es refrigerado seguidamente en un intercambiador de calor refrigerado con agua o con una salmuera a una temperatura de menos que 15 °C, de manera preferida de aproximadamente 8 a aproximadamente 12 °C. Esta etapa de refrigeración puede dar lugar a que el éster del ácido metacrílico formado tenga un contenido de ácido fórmico manifiestamente más bajo que lo que se daría el caso sin la correspondiente etapa de refrigeración. El material condensado enfriado es a continuación transferido a un dispositivo separador de fases. Aquí, la fase orgánica (el éster del ácido metacrílico) es separada de la fase acuosa. La fase acuosa, que junto al agua puede tener todavía un cierto contenido de compuestos orgánicos, en particular de un alcohol, procedente(s) de la etapa de destilación, se puede utilizar ulteriormente de una manera fundamentalmente arbitraria. Tal como ya se ha descrito más arriba, sin embargo, puede ser preferido devolver esta mezcla de agua y de compuestos orgánicos nuevamente al proceso de esterificación, efectuando una alimentación al primer recipiente de reacción.

La fase orgánica separada es alimentada a un aparato lavador. Allí, el éster del ácido metacrílico es lavado con agua desmineralizada. La fase acuosa separada, que contiene una mezcla de agua y de compuestos orgánicos, en particular de un alcohol, puede ser de nuevo utilizada ulteriormente de una manera fundamentalmente arbitraria. Sin embargo es ventajoso, desde puntos de vista económicos, devolver esta fase acuosa nuevamente a la esterificación, alimentándola por ejemplo al primer recipiente.

Puesto que los ésteres del ácido metacrílico tienen una fuerte tendencia a la polimerización, en muchos casos es ventajoso que, en el marco de la esterificación del ácido metacrílico, se procure evitar una tal polimerización.

En unas instalaciones para la preparación del ácido metacrílico o de los ésteres del ácido metacrílico, una polimerización tiene lugar con frecuencia cuando el ácido metacrílico o un éster del ácido metacrílico, por una parte, tienen una pequeña velocidad de circulación, de manera tal que localmente pueden formarse unas zonas en reposo, en las cuales se puede ajustar un contacto persistente durante un prolongado período de tiempo entre el ácido metacrílico o el éster del ácido metacrílico y un agente iniciador de la polimerización, que como consecuencia puede conducir entonces a la polimerización.

Con el fin de evitar un correspondiente comportamiento de polimerización, puede ser ventajoso llevar a cabo una optimización del flujo de materia en el sentido de que, por una parte, la velocidad de circulación del éster del ácido metacrílico o del ácido metacrílico sea tan alta, posiblemente en todos los lugares del sistema, que el número de las zonas en reposo se reduzca al mínimo. Además de esto, puede ser ventajoso reunir la corriente del ácido metacrílico o respectivamente del éster del ácido metacrílico con unos apropiados agentes estabilizadores de tal manera que se reprima ampliamente una polimerización.

Con esta finalidad, en el marco del procedimiento aquí expuesto, las corrientes de materia se pueden reunir con los agentes estabilizadores fundamentalmente de tal manera que tenga lugar la menor cantidad de polimerización que sea posible en el sistema propiamente dicho. Para esto, en particular se abastece con correspondientes agentes estabilizadores la instalación, en la que el ácido metacrílico o respectivamente el éster del ácido metacrílico o durante o después de la destilación se presenta en una alta concentración.

Así, por ejemplo, se ha manifestado como conveniente aportar un agente estabilizador por la cabeza de la columna de destilación a la corriente de éster del ácido metacrílico que allí se retira. Por lo demás se ha manifestado como ventajoso barrer con una solución de un agente estabilizador en un éster del ácido metacrílico las correspondientes partes de la instalación, en las que el ácido metacrílico o el éster del ácido metacrílico circula con una temperatura de más que aproximadamente 20 °C, de manera preferida con una temperatura situada en el intervalo de aproximadamente 20 a aproximadamente 120 °C. De esta manera, por ejemplo, una parte del material condensado resultante en los intercambiadores de calor es devuelta a la cabeza de la columna de destilación en común con un apropiado agente estabilizador de tal manera que allí la cabeza de la columna sea rociada constantemente en su

lado interior con el éster del ácido metacrílico estabilizado o con el ácido metacrílico estabilizado. Esto se realiza preferiblemente de tal manera que en la cabeza de la columna no puedan formarse unas zonas en reposo, en las que sea de temer una polimerización del ácido metacrílico o del éster del ácido metacrílico. Los intercambiadores de calor propiamente dichos pueden ser cargados de un modo correspondiente asimismo con una solución estabilizada del ácido metacrílico o de un éster del ácido metacrílico, de tal manera que tampoco en ellos pueda llegar a formarse ninguna zona en reposo.

Por lo demás, como ventaja en el marco del procedimiento aquí expuesto se muestra el hecho de que por ejemplo los gases de salida que contienen monóxido de carbono, procedentes de procesos precedentes, en particular procedentes de la etapa de amidación, son conducidos conjuntamente con un vapor a través de la instalación de esterificación. De esta manera se efectúa una renovada reunión de la mezcla gaseosa de compuestos que pueden ser separados como un material sólido o como un material líquido. Por otra parte, éstos son reunidos en un lugar central y pueden ser aportados al aprovechamiento ulterior o a la evacuación como desechos.

El MMA (metacrilato de metilo) obtenido en el marco de la esterificación y de la subsiguiente purificación previa, o respectivamente el éster del ácido metacrílico obtenido o el ácido metacrílico obtenido son aportados a continuación a un tratamiento ulterior. A partir de la esterificación resulta un ácido sulfúrico diluido como material residual remanente, que asimismo puede ser aportado a un aprovechamiento ulterior.

Purificación previa del éster o del ácido

En el marco del procedimiento que aquí se expone, el objeto del presente invento puede ser empleado también en conexión con un procedimiento para la purificación previa del ácido metacrílico o del éster del ácido metacrílico, tal como esto se describe en el subsiguiente elemento de procedimiento. Así, se somete a una purificación ulterior fundamentalmente a un ácido metacrílico en bruto o a un éster del ácido metacrílico en bruto, con el fin de llegar a un producto lo más puro que sea posible. Una tal purificación, que constituye otro elemento de procedimiento, puede ser por ejemplo de una sola etapa. Sin embargo, en muchos casos se ha manifestado como ventajoso que una tal purificación comprenda por lo menos dos etapas, realizándose que en una primera purificación previa tal como se describe aquí, son eliminados los componentes del producto que hierven a baja temperatura. Para esto el éster del ácido metacrílico en bruto o respectivamente el ácido metacrílico en bruto es transferido primeramente a una columna de destilación en la que se puedan separar los componentes que hierven a baja temperatura y el agua. Para esto el éster del ácido metacrílico en bruto es aportado a una columna de destilación, siendo llevada a cabo la adición aproximadamente en la mitad superior de la columna. El sumidero de la columna es calentado con un vapor por ejemplo de tal manera que se alcance una temperatura de la pared de aproximadamente 50 a aproximadamente 120 °C. La purificación es llevada a cabo bajo un vacío. La presión en el interior de la columna es, en el caso del éster, preferiblemente desde alrededor de 100 hasta alrededor de 600 mbar. La presión en el interior de la columna es, en el caso del ácido, de manera preferida de desde aproximadamente 40 hasta aproximadamente 300 mbar.

Por la cabeza de la columna se sacan los componentes que hierven a baja temperatura. En particular, éstos pueden ser por ejemplo éteres, acetona y formiato de metilo. Los vapores son condensados a continuación a través de uno o varios intercambiadores de calor. En este contexto, se ha acreditado por ejemplo en algunos casos llevar a cabo primeramente una condensación a través de dos intercambiadores de calor refrigerados con agua, que están conectados en serie. Sin embargo, es asimismo posible emplear en este lugar también solamente un intercambiador de calor. Los intercambiadores de calor son hechos funcionar en estado vertical preferiblemente para la elevación de la velocidad de circulación y con el fin de impedir la formación de fases estacionarias, siendo preferido obtener una mojadura lo más completa que sea posible. Conectado detrás del intercambiador de calor refrigerado con agua o de los intercambiadores de calor refrigerados con agua, puede estar situado un intercambiador de calor refrigerado con una salmuera, pero también es posible conectar detrás de él una cascada de dos o más intercambiadores de calor refrigerados con salmuera. En la cascada de intercambiadores de calor, los vapores son condensados, provistos de un agente estabilizador y aportados por ejemplo a un dispositivo separador de fases. Puesto que los vapores pueden contener también agua, una fase acuosa eventualmente resultante es evacuada como desecho o aportada a otro aprovechamiento. Como otro aprovechamiento se aconseja por ejemplo la devolución a una reacción de esterificación, por ejemplo en una reacción de esterificación tal como se describió más arriba. En este caso la fase acuosa es devuelta preferiblemente al primer recipiente de esterificación.

La fase orgánica separada es alimentada como fracción de reflujo a la cabeza de la columna. Una parte de la fase orgánica se puede emplear de nuevo para la rociadura de las cabezas de los intercambiadores de calor y de la cabeza de la columna. Puesto que en el caso de la fase orgánica separada se trata de una fase, que se ha reunido con un agente estabilizador, de esta manera se puede impedir eficazmente, por una parte, la formación de zonas en reposo. Por otra parte, la presencia del agente estabilizador da lugar a una represión adicional de la tendencia a la polimerización de los vapores separados.

La corriente de material condensado, obtenida a partir de los intercambiadores de calor, es además de ello reunida de manera preferida con un agua desmineralizada, de tal manera que en el dispositivo separador de fases se pueda conseguir un suficiente efecto de separación.

Los compuestos gaseosos que quedan en la cascada de intercambiadores de calor después de la condensación, pueden ser sometidos, preferiblemente mediante unos radiadores de vapor como generadores de depresión, nuevamente a una condensación a través de uno o varios otros intercambiadores de calor. En tal caso, desde puntos de vista económicos se ha manifestado como ventajoso que en el marco de una tal condensación posterior se condensen no solamente las sustancias gaseosas procedentes de la purificación previa. Así, por ejemplo, es posible aportar a una tal condensación posterior otras sustancias gaseosas, como las que resultan a partir de la purificación principal de ésteres del ácido metacrílico. La ventaja de un tal modo de procedimiento se encuentra por ejemplo en el hecho de que de esta manera una cierta proporción de un éster del ácido metacrílico, que no se había condensado en el marco de la etapa de purificación principal, puede ser transferida en el marco de la purificación previa nuevamente a través del dispositivo separador de fases a la columna de purificación. De esta manera se garantiza, por ejemplo, que pueda tener lugar una maximización del rendimiento y que aparezcan unas pérdidas lo más pequeñas que sean posibles de ésteres del ácido metacrílico. Además mediante la elección apropiada del diseño y del funcionamiento de estos otros intercambiadores de calor, se puede ajustar la composición del gas de salida que abandona este intercambiador de calor, en particular el contenido de compuestos que hierven a baja temperatura.

A causa de la aportación de agua en el marco de la purificación previa del éster del ácido metacrílico, el contenido de agua en la esterificación y la concentración de componentes que hierven a baja temperatura en el metacrilato de metilo en bruto pueden en conjunto subir continuamente. Con el fin de evitar esto, puede ser ventajoso retirar del sistema una parte del agua aportada al sistema, preferiblemente de una manera continua. Esta retirada puede efectuarse fundamentalmente por ejemplo en un orden de magnitud, en el que se aporta agua al sistema en la purificación previa. La fase acuosa, separada en el dispositivo separador de fases, tiene usualmente un cierto contenido de sustancias constituyentes orgánicas. Puede por lo tanto ser ventajoso aportar esta agua a la evacuación de residuos en una forma que aproveche este contenido de sustancias orgánicas.

Así, por ejemplo, puede ser ventajoso que un agua, cargada de esta manera con sustancias orgánicas, sea añadida al recinto de combustión en el marco de un procedimiento de disociación de ácido sulfúrico. A causa de las sustancias constituyentes oxidables, se puede aprovechar todavía, por lo menos parcialmente, su poder calorífico de combustión. Además de ello, de esta manera se evita con frecuencia una costosa evacuación como desecho del agua cargada con sustancias orgánicas.

Purificación fina del éster del ácido metacrílico

Para la purificación fina del éster del ácido metacrílico, el éster del ácido metacrílico en bruto, previamente purificado, es sometido a una destilación renovada. En este caso, el éster del ácido metacrílico en bruto es liberado de sus componentes que hierven a altas temperaturas con ayuda de una columna de destilación, y de esta manera se obtiene un éster de ácido metacrílico puro. Para esto, el éster del ácido metacrílico en bruto es incorporado en una columna de destilación de un modo conocido para un experto en la especialidad, a veces en la mitad inferior de ésta.

La columna de destilación puede corresponder fundamentalmente a una arbitraria forma de realización que aparezca como apropiada para un experto en la especialidad. Sin embargo, en muchos casos se ha manifestado como ventajoso para la pureza del producto obtenido, que la columna de destilación sea hecha funcionar con una o varias empaquetaduras, que corresponden aproximadamente a las siguientes condiciones preestablecidas.

Por una parte, en las columnas, exactamente igual que en las otras conducciones atravesadas por el éster del ácido metacrílico, debe formarse la menor cantidad posible de los denominados "espacios muertos". Los espacios muertos conducen a un período de tiempo de permanencia comparativamente largo del éster del ácido metacrílico, que favorece la polimerización de éste. Esto a su vez conduce a unas costosas interrupciones de la producción y a unas limpiezas de las correspondientes partes obstruidas con polímero. La formación de espacios muertos puede ser contrarrestada entre otras cosas mediante el recurso de que, tanto mediante el diseño así como también mediante un apropiado modo de funcionamiento de las columnas, éstas sean cargadas siempre con una cantidad suficiente de material líquido, de manera tal que se consiga un constante barrido de las columnas y en particular de las construcciones internas de las columnas tales como las empaquetaduras. Así, las columnas pueden tener unas disposiciones de rociadura, que están estructuradas para rociar las construcciones internas en las columnas. Además, las construcciones internas de las columnas pueden estar unidas entre ellas de manera tal que apenas resulten espacios muertos o mejor que no resulte ningún espacio muerto. Para esto, las construcciones internas de las columnas pueden ser unidas entre ellas o con la columna a través de unas costuras adhesivas interrumpidas. Tales costuras adhesivas tienen por lo menos aproximadamente 2, de manera preferida por lo menos aproximadamente 5 y de manera especialmente preferida por lo menos aproximadamente 10 interrupciones por 1 m de longitud de costura adhesiva. La longitud de estas interrupciones se puede escoger de tal manera que éstas constituyan por lo menos aproximadamente un 10, de manera preferida por lo menos aproximadamente un 20 y de manera especialmente preferida por lo menos aproximadamente un 50 %, pero en general no constituyan mas de un 95 % de la longitud de costura adhesiva. Otra medida técnica constructiva puede consistir en que en las zonas internas de la columna, en particular las que entran en contacto con el éster del ácido metacrílico, discurran

5 horizontalmente en menos que aproximadamente un 50 %, de manera preferida en menos que aproximadamente un 25 % y de manera especialmente preferida en menos que aproximadamente un 10 % de todas las superficies, en particular de las construcciones internas de la columna. Así, por ejemplo, las bocas que desembocan en el interior de la columna pueden estar estructuradas con forma cónica o respectivamente con superficies inclinadas. Además, una medida técnica puede consistir en que durante el funcionamiento de la columna se mantenga la más pequeña que sea posible la cantidad del éster del ácido metacrílico líquido que se encuentra en el sumidero de la columna durante el funcionamiento de la columna y por otra parte se evite un sobrecalentamiento de esta cantidad a pesar de unas temperaturas moderadas y unas grandes superficies de evaporación durante la evaporación. En este caso puede ser ventajoso que la cantidad de líquido en el sumidero de la columna constituya una proporción situada en el intervalo de aproximadamente 0,1 hasta 15 % y de manera preferida de aproximadamente 1 a 10 % de la cantidad total del éster del ácido metacrílico en la columna. Las medidas técnicas propuestas en este párrafo pueden encontrar uso también en el caso de la destilación del ácido metacrílico.

15 En el marco de la purificación del éster del ácido metacrílico, sus componentes que hierven a altas temperaturas son separados por destilación con respecto del producto. Para esto el sumidero de la columna es calentado con un vapor. La temperatura en el sumidero es en este caso de manera preferida de aproximadamente 50 a aproximadamente 80 °C, en particular de aproximadamente 60 a aproximadamente 75 °C en el caso de una temperatura de las paredes de menos que aproximadamente 120 °C.

20 El material resultante en el sumidero de la columna es evacuado de manera preferida continuamente y enfriado, a través de un intercambiador de calor o de una cascada de varios intercambiadores de calor, a una temperatura situada en un intervalo de aproximadamente 40 a aproximadamente 80 °C, de manera preferida de aproximadamente 40 a aproximadamente 60 °C y de manera especialmente preferida en un intervalo de aproximadamente 50 a 60 °C.

25 Este material, que contiene predominantemente un éster del ácido metacrílico, un éster del ácido hidroxi-isobutírico, ácido metacrílico y componentes del agente estabilizador, es a continuación por ejemplo evacuado como desecho o aportado a una utilización de otro tipo, a través de un recipiente de almacenamiento. En muchos casos, se ha manifestado como ventajoso que el material obtenido en el sumidero de la columna sea devuelto a la reacción de esterificación. Por ejemplo, en este caso el material procedente del sumidero de la columna es devuelto al primer recipiente de esterificación. A partir de esto resulta la ventaja de que en atención a obtener un modo de funcionamiento lo más rentable que sea posible y un rendimiento lo más alto que sea posible, los compuestos que hierven a temperatura más alta, contenidos en el sumidero de la columna, son devueltos a la reacción de esterificación.

35 Por la cabeza de la columna se retira el éster del ácido metacrílico purificado por destilación y se refrigera a través de un intercambiador de calor o de una cascada de dos o más intercambiadores de calor. En este caso, el calor de los vapores se puede evacuar mediante unos intercambiadores de calor refrigerados con agua o mediante unos intercambiadores de calor refrigerados con una salmuera o mediante una combinación de ambas. En algunos casos se ha acreditado que los vapores procedentes de la columna de destilación sean transferidos a dos o más intercambiadores de calor conectados en paralelo, que se hacen funcionar mediante una refrigeración con agua. Las porciones no condensadas, procedentes de los intercambiadores de calor refrigerados con agua, pueden ser introducidas por ejemplo en un intercambiador de calor refrigerado con una salmuera o en una cascada de dos o más intercambiadores de calor refrigerados con una salmuera, que pueden estar dispuestos en serie o en paralelo. Los materiales condensados obtenibles a partir de los intercambiadores de calor son introducidos en un recipiente colector y aportados mediante una bomba, a través de otro intercambiador de calor o de una cascada de dos o más otros intercambiadores de calor, a un recipiente amortiguador. La corriente de material condensado es en este caso preferiblemente enfriada, por ejemplo a través de una cascada de uno o dos intercambiadores de calor refrigerados con agua y de uno o dos intercambiadores de calor refrigerados con salmuera, hasta llegar a una temperatura situada en un intervalo de aproximadamente 0 a aproximadamente 20 °C, de manera preferida de aproximadamente 0 a aproximadamente 15 °C y de manera especialmente preferida en un intervalo de aproximadamente 2 a 10 °C.

50 Desde la corriente de material condensado se retira una corriente parcial, que es devuelta a la columna de destilación a través de la cabeza de la columna. La alimentación de la corriente de material condensado en la cabeza de la columna puede efectuarse en tal caso fundamentalmente de una manera arbitraria, p.ej. a través de unos dispositivos distribuidores. Sin embargo, puede ser ventajoso que una parte de la corriente de material condensado sea alimentada, por ejemplo sea introducida por atomización, por encima de la cabeza de la columna a la conducción para vapores. Por lo demás, es preferido que con esta alimentación se incorpore un agente estabilizador en la cabeza de la columna.

55 Otra corriente parcial del material condensado previsto para la devolución a la columna puede ser derivada por ejemplo antes de la incorporación en la conducción para vapores e incorporada directamente en la cabeza de la columna. También en este caso se prefiere que con esta alimentación se incorpore un agente estabilizador en la cabeza de la columna. La incorporación en la cabeza de la columna puede realizarse en este caso por ejemplo de tal manera que el interior de la cabeza de la columna sea rociado con el material condensado de tal manera que no

5 puedan formarse en la cabeza de la columna unas zonas en reposo, en las que se pueda efectuar una polimerización del éster del ácido metacrílico. Además de esto, puede ser ventajoso que a una corriente parcial de material condensado, que es devuelta a la columna, se le añada un agente estabilizador para la evitación de una polimerización. Esto puede realizarse por ejemplo mediante el recurso de que a la corriente parcial de material condensado, prevista para la rociadura de la cabeza de la columna, se le añada una correspondiente cantidad de un agente inhibidor de la polimerización como agente estabilizador. En tal contexto se ha manifestado como ventajoso en algunos casos que la corriente parcial de material condensado, después de la adición del agente estabilizador, pero antes de la entrada en la cabeza de la columna, atraviase un apropiado dispositivo mezclador, de manera preferida un mezclador estático, con el fin de conseguir una distribución lo más uniforme que sea posible del agente estabilizador en la corriente parcial de material condensado.

Las sustancias gaseosas no condensables, que resultan en el marco del procedimiento de purificación, son aportadas por ejemplo a la evacuación de desechos.

15 El producto en bruto que se encuentra en el recipiente amortiguador es mantenido, con ayuda de un refrigerador con salmuera, a una temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 20 °C, de manera preferida de aproximadamente 0 a aproximadamente 15 °C y de manera especialmente preferida en un intervalo de aproximadamente 2 a 10 °C.

20 Con el fin de eliminar desde el producto eventualmente otras impurezas y de llegar a la formación de unos ésteres alquílicos del ácido metacrílico purísimos, el producto se puede someter todavía a una etapa de purificación por adsorción. En tal caso se ha acreditado, por ejemplo, que el producto puro en su totalidad, o por lo menos una parte de este producto puro, se purifique más aún con ayuda de un tamiz molecular. Unas impurezas especialmente ácidas, en particular el ácido fórmico formado en el marco del procedimiento de preparación, se pueden eliminar así de una manera sencilla desde la corriente de producto. En este caso se ha acreditado además de ello en algunos casos que la corriente de producto, después de haber atravesado la etapa de purificación por adsorción, atraviase todavía uno o varios filtros, con el fin de eliminar los materiales sólidos eventualmente contenidos en el producto.

25 Las corrientes de materia, resultantes en el marco del tratamiento, comprenden predominantemente unos compuestos polimerizables. Con el fin, tal como se ha descrito múltiples veces en el marco de este texto, de reprimir la formación de zonas en reposo, también en el caso del procedimiento aquí descrito, se ha manifestado como ventajoso que las partes de la instalación, que entran en contacto con el éster del ácido metacrílico sean inundadas constantemente con el éster del ácido metacrílico. En el marco de otra forma de realización del procedimiento aquí expuesto, por lo tanto, una corriente parcial del éster del ácido metacrílico es retirada detrás del recipiente amortiguador, pero delante de la etapa de purificación por adsorción, con el fin de barrer las zonas de cabeza de aquellos intercambiadores de calor que reciben los vapores que proceden de la columna de destilación.

35 El producto obtenido en el marco de la etapa de purificación es retirado a continuación de la etapa de purificación con una temperatura en un intervalo de aproximadamente -5 a aproximadamente 20 °C, de manera preferida de aproximadamente 0 a aproximadamente 15 °C y de manera especialmente preferida en un intervalo de aproximadamente 2 a 10 °C.

Separación hasta agotamiento del ácido gastado

40 En el marco del procedimiento aquí expuesto puede ser conveniente, por ejemplo en otro elemento de procedimiento, someter al ácido sulfúrico gastado, resultante en el procedimiento, a una purificación, con el fin de devolverlo a continuación de nuevo al procedimiento. En tal caso, por ejemplo una corriente de ácido sulfúrico gastado, tal como se puede obtener a partir de la esterificación, puede ser cargada con un vapor en un recipiente de flotación. En tal caso, por lo menos una parte de los materiales sólidos contenidos puede separarse sobre la superficie del líquido, pudiendo estos materiales sólidos separados ser extraídos del circuito. Los vapores a continuación son condensados en un intercambiador de calor, de manera preferida con una refrigeración con agua, refrigerados y devueltos a la reacción de esterificación.

50 En este contexto se ha manifestado como ventajoso en algunos casos que para la evitación de una corrosión en los intercambiadores de calor y para el mejoramiento adicional del efecto de refrigeración, una mezcla de agua y de compuestos orgánicos, tal como se obtiene en el marco de la esterificación por lavado al realizar la purificación del éster del ácido metacrílico preparado, sea incorporada en los intercambiadores de calor de tal manera que las cabezas de los intercambiadores de calor sean rociadas con esta mezcla. Junto al efecto reductor de la corrosión y de la refrigeración del ácido en el intercambiador de calor, este modo de proceder tiene una ventaja adicional. Un material, que procede de la esterificación (una mezcla de agua y predominantemente de metanol) es devuelto es devuelto al proceso de esterificación en común con el ácido metacrílico y con el éster del ácido metacrílico que procede precisamente de este proceso. En el separador hasta agotamiento, mediante la flotación más arriba descrita se obtienen unas mezclas de un ácido y de materiales sólidos. Éstas, después de su separación, son aportadas a una utilización ulterior arbitraria o a la evacuación como desechos. Es posible por ejemplo quemar la mezcla

obtenida en una instalación de disociación y por consiguiente producir de nuevo ácido sulfúrico y con el fin de recuperar una parte de la energía empleada en el proceso.

Los compuestos gaseosos no condensables, que resultan al separar hasta agotamiento, son aportados a una utilización ulterior arbitraria o evacuados como desechos.

5 La instalación aquí descrita, destinada a la eliminación de materiales sólidos a partir del ácido gastado así como a la devolución de un material, procedente del proceso de esterificación, precisamente a este proceso, por ejemplo puede ser estructurada también doblemente por motivos de seguridad en funcionamiento. Así, los dos o más recipientes de flotación se pueden emplear de modo desfasado en el tiempo. Puesto que en estos recipientes se pueden sedimentar unos materiales sólidos, es ventajoso retirar éstos cuando el respectivo recipiente de flotación no se encuentre en fase de empleo.

Lo que antecede es explicado ahora con mayor detalle con ayuda de dibujos y ejemplos no limitadores. Muestran esquemáticamente:

la Fig. 1: una asociación de instalaciones para la producción y la elaboración del ácido metacrílico o respectivamente del metacrilato de metilo
 15 la Fig. 2: una instalación para la preparación de una cianhidrina de acetona,
 la Fig. 3: una instalación para el tratamiento de la cianhidrina de acetona,
 la Fig. 4: una instalación de amidación;
 la Fig. 5: una instalación de esterificación,
 la Fig. 6: una instalación para la purificación previa del éster,
 20 la Fig. 7: una instalación para la purificación fina del éster,
 la Fig. 8: un intercambiador de calor como parte de la instalación para la preparación de una cianhidrina de acetona.

En la Fig. 1 se muestran los elementos preferidos de una asociación 1 de instalaciones para la preparación del ácido metacrílico o respectivamente de ésteres del ácido metacrílico y sus productos de elaboración ulterior. La asociación 1 de instalaciones tiene diferentes instalaciones unidas entre sí, en la mayor parte de los casos conduciendo un fluido, como elementos de esta asociación. A esta asociación de instalaciones le pertenece la instalación 20 para la preparación de una cianhidrina de acetona, seguida por la instalación 30 para el tratamiento de una cianhidrina de acetona, seguido por una instalación 40 de amidación, seguida por unas instalaciones 50/50a de esterificación e hidrólisis, seguidas por una instalación 60 para el tratamiento del éster o del ácido metacrílico, a su vez seguido por una instalación 70 para la purificación fina, detrás de la cual se presenta el éster, en la mayor parte de los casos el metacrilato de metilo, o el ácido metacrílico. El éster puro o el ácido puro, obtenido de esta manera, puede ser aportado a una instalación 80 para el tratamiento ulterior. Como instalaciones 80 para el tratamiento ulterior entran en consideración sobre todo unos dispositivos de polimerización y unos reactores para otras reacciones orgánicas. En los reactores de polimerización se pueden preparar unos polimetacrilatos y en los reactores para reacciones orgánicas los monómeros puros aquí obtenidos se pueden convertir químicamente en otros compuestos orgánicos. A esta instalación para el tratamiento ulterior o a las instalaciones 80 para el tratamiento ulterior le(s) sigue una instalación 90 para una confección. Si en el caso de los productos de tratamiento ulterior se trata de polímeros del ácido metacrílico o de ésteres del ácido metacrílico, en particular del metacrilato de metilo, éstos son transformados ulteriormente en fibras, masas de moldeo, en particular un granulado, láminas, planchas, partes de automóviles y otros cuerpos moldeados, mediante apropiados aparatos, tales como extrusoras, extrusoras con soplado, aparatos de moldeo por inyección, toberas de hilatura y similares. Por lo demás, la asociación 1 de instalaciones contiene en muchos casos una instalación 100 para el tratamiento de ácido sulfúrico. En este contexto entran en consideración fundamentalmente todas las instalaciones para el tratamiento de ácido sulfúrico que aparecen como apropiadas para esto. Por ejemplo se ha de remitir en este contexto al artículo que aparece en el capítulo 4, páginas 89 y siguientes "Integrated Pollution Prevention and Control - Draft Reference Document on Best Available Techniques for the Manufacture of Large Volume Inorganic Chemicals - Amonia Acids and Fertilizers" [Prevención y control de la contaminación integrados – documento de referencia de proyecto sobre las mejores técnicas disponibles para la producción de productos químicos inorgánicos de gran volumen – amoníaco, ácidos y fertilizantes], obtenible a través de la Comisión Europea. La instalación 100 para el tratamiento de ácido sulfúrico está unida con una serie de otras instalaciones. Así, la instalación 20 para la preparación de una cianhidrina de acetona es abastecida con un ácido sulfúrico concentrado a través de una conducción 2 para ácido sulfúrico. Además, existe otra conducción 3 para ácido sulfúrico entre la instalación 100 para tratamiento de ácido sulfúrico y la instalación 40 de amidación. El ácido sulfúrico diluido, designado como ácido gastado [en inglés "Spent Acid"], procedente de la instalación 50 de esterificación (instalación 50a de hidrólisis) es transferido a la instalación 100 para el tratamiento de ácido sulfúrico, a través de las conducciones 4 y respectivamente 5 para ácido sulfúrico gastado. En la instalación 100 para el tratamiento de ácido sulfúrico puede ser tratado el ácido sulfúrico diluido. El tratamiento del ácido sulfúrico diluido puede efectuarse tal como se describe en los documentos de solicitudes de patentes internacionales WO 02/23088 A1 o WO 02/23089 A1. Por lo general, las instalaciones están estructuradas a base de unos materiales habituales para un experto en la especialidad y que aparecen como apropiados para las respectivas solicitudes. En la mayor parte de los casos se trata en este contexto de un acero inoxidable (noble), que debe de poseer en particular una resistencia especial a los ácidos. Las zonas de las instalaciones que se hacen trabajar con un ácido sulfúrico, y en particular con un ácido sulfúrico concentrado, están además de ello revestidas y protegidas con materiales

cerámicos o materiales sintéticos. Además, el ácido metacrílico, obtenido en la instalación 50a para el tratamiento del ácido metacrílico, puede ser aportado a través de una conducción 6 para el ácido metacrílico a la instalación 60 para la purificación previa. Por lo demás, se ha acreditado el hecho de que en la instalación 20 para la preparación de una cianhidrina de acetona, en la instalación 40 de amidación, en la instalación 50 de esterificación, en la instalación 50a de hidrólisis, en la instalación 60 para purificación previa y también en la instalación 70 para purificación final se añada un agente estabilizador caracterizado con "S".

En la instalación 20 para la preparación de una cianhidrina de acetona, representada en la Figura 2, la acetona es puesta a disposición en un recipiente 21 para acetona y el ácido cianhídrico es puesto a disposición en un recipiente 22 para ácido cianhídrico. El recipiente 21 para acetona tiene una torre de lavado 23, que en su zona superior tiene uno o varios elementos de refrigeración 24. En la torre de lavado 23 desembocan una serie de conducciones 25 para gases de salida, que proceden de diferentes instalaciones de la asociación 1 de instalaciones. En un reactor de bucle 26 se alimentan la acetona, a través de la conducción 27 de aportación de acetona, y el ácido cianhídrico, a través de la conducción 28 de aportación de ácido cianhídrico, corriente abajo de la conducción 28 de aportación de ácido cianhídrico se encuentra una bomba 29, que a su vez es seguida por una disposición 210 de alimentación del catalizador, a la que le sigue un mezclador estático 211. Después de esto sigue un intercambiador de calor 212, que tiene una serie de elementos 213 de resistencia a la circulación y por lo menos una conducción de refrigeración 214. En el reactor de bucle 26 la mezcla de reacción, que se compone de acetona, ácido cianhídrico y catalizador, es desplazada en una parte considerable en un circuito, que es caracterizado por líneas gruesas. A partir del intercambiador de calor 212 la mezcla de reacción es conducida a través de los elementos de resistencia a la circulación a lo largo de las conducciones de refrigeración 214 y una parte de la corriente en circuito es conducida a otro intercambiador de calor 215, al que le sigue un recipiente colector 216, en el que se encuentra una tobera 217 como parte de un circuito de refrigeración 218 con un intercambiador de calor 219, con lo que el producto de reacción, por una parte, es mantenido en movimiento y, por otra parte, es mantenido refrigerado. A través de una conducción de evacuación 220 que sigue al recipiente colector 216, está conectado un recipiente estabilizador 221, en el que desemboca una conducción 222 de aportación de ácido sulfúrico y a partir del que la cianhidrina de acetona en bruto es conducida a través de la conducción de evacuación 223 a la instalación 30 de tratamiento de la cianhidrina de acetona.

En la Figura 3, viniendo desde la instalación 20 para la preparación de una cianhidrina de acetona, la conducción de evacuación 223 desemboca en un intercambiador de calor 31, en el que es calentada la corriente que procede de la instalación 20 para la preparación de una cianhidrina de acetona. Al intercambiador de calor 31 le sigue una conducción 32 de aportación de vapores, que desemboca en la zona superior, preferiblemente en la cabeza de una columna 33. La columna 33 tiene un gran número de empaquetaduras 34, que en su mayor parte están estructuradas como platos. En la zona inferior de la columna 33 se encuentra el sumidero 35 de la columna, a partir del que una conducción 36 de salida del sumidero conduce hasta el intercambiador de calor 31 y calienta a las corrientes conducidas a través de la conducción de salida 233 al intercambiador de calor 31. Al intercambiador de calor 31 le sigue una conducción 37 de aportación de producto puro, a la que le sigue corriente abajo la instalación de amidación 40. En la zona de cabeza de la columna 33 se encuentra una conducción 38 de evacuación de la cabeza, que desemboca en un intercambiador de calor 39, al que le sigue una bomba de vacío 310, que a su vez desemboca en un intercambiador de calor 311. Tanto el intercambiador de calor 39 como también el intercambiador de calor 311 están unidos a través de unas conducciones con un recipiente de refrigeración 312, al que le sigue una conducción de devolución 313, que está unido con el reactor de bucle 26 en la instalación 20 para la preparación de una cianhidrina de acetona.

La instalación de amidación 40 reproducida en la Fig. 4, tiene en primer lugar una conducción 41 de aportación de cianhidrina de acetona y una conducción 42 de aportación de ácido sulfúrico, que desembocan en un reactor de bucle 43. La conducción 41 de aportación de la cianhidrina de acetona, unida con la instalación 30 de tratamiento de la cianhidrina de acetona, desemboca en el circuito del reactor de bucle 43 detrás de una bomba 44 y delante de un mezclador 45. Delante de esta bomba 44 desemboca la conducción 42 de aportación de ácido sulfúrico. Corriente abajo del mezclador 45 sigue un intercambiador de calor 46, que a su vez desemboca en un dispositivo 47 separador de gases, desde el que salen, por una parte, una conducción 48 de salida de gases y, por otra parte, una conducción 49 de aportación a otro reactor de bucle 410. El otro reactor de bucle 410 o un tercero de ellos está constituido de una manera comparable a como lo está el primer reactor de bucle 43. Desde el otro reactor de bucle 410 sale una conducción de aportación 411 y pasa a un intercambiador de calor 412, al que le sigue un dispositivo 413 separador de gases, desde el que salen, por una parte, una conducción 414 de salida de gases y, por otra parte, una conducción 415 para una amida, que conduce a una instalación 50 de esterificación/saponificación y a una instalación 50a para el tratamiento del MAS (ácido metacrílico).

La Figura 5 muestra la instalación 50 de esterificación, en la que una conducción 51 para disolventes, que conduce agua y disolventes orgánicos, y una conducción 52 para una amida, que está unida con la instalación 40 de amidación, desembocan en un recipiente 53, que es calentable mediante un sistema 54 de calefacción del recipiente. En el recipiente 53 desemboca además una conducción 55 para un alcohol, dibujada de trazos. La conducción 55 para un alcohol desemboca tanto en la zona superior como también en la zona inferior del recipiente 53. A través de una conducción 56 para vapores del éster, caracterizada con una línea de puntos y rayas, el primer

recipiente 53 está unido con otro recipiente 53', que tiene otro sistema 54' de calefacción del recipiente. También este otro recipiente 53' está unido tanto por abajo como también por arriba con la conducción 55 para un alcohol. A la zona superior del recipiente 53' le sigue la conducción 56 para vapores del éster, que desemboca en un sumidero 57 de una columna 58. Por lo demás, en la zona superior del recipiente 53' se encuentra una conducción 59 para ácido sulfúrico diluido. Una unidad de recipiente 510, enmarcada por la elipse dibujada de puntos, es formada a base de un recipiente calentable 53 y 54 con una conducción 55 para un alcohol y una conducción 56 para vapores del éster. Pueden seguir a modo de cascada una, dos o más de tales unidades de recipientes, estando unida cada una de estas unidades de recipientes 510 a través de la conducción 56 para vapores del éster con el sumidero 57 de la columna 58. A partir del sumidero 57 de la columna 58 conduce además una conducción 511 para compuestos que hierven difícilmente hacia el recipiente 53, con el fin de aportar el agua y los disolventes orgánicos nuevamente a la esterificación. En la zona superior, preferiblemente en la cabeza, de la columna 58, a través de una conducción apropiada, sigue un primer intercambiador de calor 512 seguido por otro dispositivo 513 separador de fases. Tanto por la cabeza de la columna 58 como también en el primer intercambiador de calor 512 pueden estar previstas una primera conducción 514 para la aportación de un agente estabilizador (el agente estabilizador caracterizado con "S") así como otra conducción 515 para un agente estabilizador, con el fin de aportar un agente inhibidor o respectivamente estabilizador que impide una polimerización indeseada. Al otro dispositivo 513 separador de fases le sigue un aparato lavador 516, en cuya zona inferior sale una conducción 517 para disolventes, que desemboca a través de un intercambiador de calor 521 en la conducción 51 para disolventes. Desde la zona superior del dispositivo lavador 516 sale una conducción para el éster en bruto, que desemboca en la instalación 60 para el tratamiento del éster. La conducción 59 para ácido gastado, que sale desde la zona superior del recipiente 53' o respectivamente desde el recipiente de la última unidad de recipiente 510, desemboca en un recipiente de flotación 519 destinado a la separación de los materiales sólidos o respectivamente de los componentes que no son solubles en el ácido gastado. A partir del recipiente de flotación 519 sale una conducción 520 de salida del ácido gastado y entra en la instalación 100 para el tratamiento de ácido sulfúrico, así como una conducción 522 para vapores de compuestos que hierven a baja temperatura, que conduce los componentes que hierven a baja temperatura, para el tratamiento ulterior y la devolución a la esterificación.

A la instalación de tratamiento del éster que se muestra en la Figura 6 le sigue a través de una conducción 61 para el éster en bruto junto a la instalación 50 de esterificación, desembocando la conducción 61 de aportación del éster en bruto a la zona central de una columna 62 de destilación en vacío. Esta columna 62 tiene unas construcciones internas 63 de columna y un sistema 64 de calefacción del sumidero, dispuesto en la zona inferior de la columna 62. Desde la zona inferior de la columna 62, que constituye el sumidero de esta columna, sale una conducción 65 de salida del éster, que desemboca en la instalación 70 para la purificación del éster y aporta al éster en bruto, liberado de compuestos que hierven a baja temperatura, por consiguiente a la purificación fina. En la zona superior de la columna 62, la mayor parte de las veces en la cabeza, le sigue a través de una conducción de salida un primer intercambiador de calor 66 y otro o varios intercambiador(es) de calor 67, al o a los que le(s) sigue un dispositivo 69 separador de fases. En el dispositivo 69 separador de fases, la corriente 68 y la mezcla procedente del intercambiador de calor 67 son subdivididas en componentes orgánicos y acuosos, siguiéndole al dispositivo 69 separador de fases una conducción 611 de devolución a la zona superior, que desemboca en la zona superior de la columna 62. En la zona inferior del dispositivo separador se encuentra una conducción 610 de salida de agua, que desemboca en la instalación 50 de esterificación, con el fin de aportar de nuevo a la esterificación el agua separada. A los intercambiadores de calor 66 y 67 les sigue a través de una conducción en depresión 612 un dispositivo 613 generador de depresión.

En la Figura 7 la conducción 65 de salida del éster, que procede de la instalación 60 de tratamiento del éster, desemboca en una columna de destilación 71. Ésta comprende varias construcciones internas 71 de columna así como, en la zona inferior de la columna de destilación 71, un sistema 73 de calefacción del sumidero de la columna. Desde la zona de cabeza de la columna de destilación 71 sale una conducción 74 para vapores del éster puro que entra en un primer intercambiador de calor 75, al que le sigue(n) uno (o varios) otro(s) intercambiador(es) de calor 76, que están unidos con un dispositivo 717 generador de depresión. La salida desde el otro intercambiador de calor 76 tiene una conducción, desde la que, por una parte, una conducción 77 de devolución del éster desemboca en la zona superior de la columna de destilación 71, o respectivamente en la cabeza de ésta. La conducción 77 de devolución del éster tiene un dispositivo 79 para la adición dosificada del agente estabilizador, que está dispuesto en la conducción 77 de devolución del éster delante de un mezclador 78. Por otra parte desde la conducción del otro intercambiador de calor 76 sale una conducción 710 de salida del éster puro. A ésta le sigue en conexión en serie un intercambiador de calor adicional 711 y otro intercambiador de calor 712. A éste le sigue un recipiente 713 para tamiz molecular, que tiene unas empaquetaduras de tamiz molecular 714. Purificado adicionalmente por medio del tamiz molecular, el éster purísimo es transferido a la instalación 80 de tratamiento ulterior, a través de la conducción de salida del éster purísimo, que sigue al recipiente para tamiz molecular.

En la Figura 8 se representa una sección de detalle de la Figura 2, de manera tal que se hace referencia a la descripción de figura relacionada con la Figura 2. Adicionalmente a esto es válido lo siguiente: Por medio de un elemento de irradiación 81 estructurado como una tobera, la mezcla de reacción es alimentada a una zona de refrigeración 85 limitada de esta manera y por una salida 88 para la mezcla de reacción. La zona de refrigeración 85 posee un volumen simbolizado por la superficie dibujada de puntos, al que no pertenecen los volúmenes

5 simbolizados por las superficies sombreadas del gran número de elementos de refrigeración, que son atravesados con un medio de refrigeración a través de la entrada 214 para el medio de refrigeración y de la salida 82 para el medio de refrigeración. Se puede reconocer a partir de la Figura 8 que el volumen de la zona de refrigeración, simbolizado por la superficie dibujada de puntos, es mayor que el volumen de los elementos de refrigeración, simbolizado por la superficie sombreada. Los elementos de desviación o respectivamente las resistencias a la circulación 213 que se estructuran como placas de rebote, se pueden prever tanto junto a una pared 89 de refrigerador que rodea a la zona de refrigeración 85, como también junto a los elementos de refrigeración 83. Mediante la disposición y la elección de los elementos de irradiación 81 y de los elementos de desviación 213 se puede conseguir que se generen unas direcciones 87 de corrientes de refrigeración que se desvíen de una dirección 86 de corriente principal representada por la flecha de trazos y por consiguiente se establezca una buena 10 mezcladura a fondo de la mezcla de reacción en la zona de refrigeración 85.

EJEMPLOS

15 En una instalación de reacción provista de un reactor de bucle 26, correspondiente a la Figura 8, se llevaron a reaccionar a 10 °C el HCN y la acetona en presencia de la dietilamina como catalizador. A partir de la siguiente Tabla se establecen las condiciones de reacción.

Ejemplo	Relación del volumen de la zona de refrigeración 85 al volumen externo de los elementos de refrigeración 83	Condiciones de reacción	Período de tiempo de permanencia en el intercambiador de calor 212	Grado de conversión en ACH
1.	1 : 1,7	Ninguna resistencia a la circulación 213	0,2 h	75 %
2.	1 : 1,7	Con resistencias a la circulación 213	0,3	81 %
3.	1 : 0,7	Ninguna resistencia a la circulación 213	0,5 h	83 %
4.	1 : 0,7	Con resistencias a la circulación 213	0,6	87 %

Lista de signos de referencia

	1	Asociación de instalaciones
	2	Conducción para ácido sulfúrico
5	3	Otra conducción para ácido sulfúrico
	4	Conducción para ácido sulfúrico gastado – éster
	5	Conducción para ácido sulfúrico gastado – ácido
	6	Conducción para ácido metacrílico
	20	Instalación para la preparación de una cianhidrina de acetona
10	30	Instalación para el tratamiento de la cianhidrina de acetona
	40	Instalación de amidación
	50	Instalación de esterificación
	50a	Instalación de hidrólisis
	60	Instalación para la purificación previa
15	70	Instalación para la purificación fina
	80	Instalación para el tratamiento ulterior
	90	Instalación para la confección
	100	Instalación para el tratamiento de ácido sulfúrico
	21	Recipiente para acetona
20	22	Recipiente para ácido cianhídrico
	23	Torre de lavado
	24	Elementos de refrigeración
	25	Conducciones para gases de salida
	26	Reactor de bucle
25	27	Conducción para la aportación de acetona
	28	Conducción para la aportación de ácido cianhídrico
	29	Bomba
	210	Conducción para la aportación de catalizador
	211	Mezclador
30	212	Intercambiador de calor
	213	Resistencia a la circulación
	214	Conducciones de refrigeración
	215	Intercambiador de calor
	216	Recipiente colector
35	217	Tobera
	218	Circuito de refrigeración
	219	Intercambiador de calor
	220	Conducción de salida
	221	Recipiente para el agente estabilizador
40	222	Conducción para la aportación de ácido sulfúrico
	223	Conducción de salida
	31	Intercambiador de calor
	32	Conducción para la aportación de vapores
	33	Columna
45	34	Empaquetaduras
	35	Sumidero de la columna con intercambiador de calor
	36	Conducción de salida desde el sumidero
	37	Conducción para el producto puro
	38	Conducción de salida desde la cabeza
50	39	Intercambiador de calor
	310	Bomba de vacío
	311	Intercambiador de calor
	312	Recipiente de refrigeración
	313	Conducción de devolución
55	41	Conducción para la aportación de cianhidrina de acetona
	42	Conducción para la aportación de ácido sulfúrico
	43	Reactor de bucle
	44	Bomba
	45	Mezclador
60	46	Intercambiador de calor
	47	Dispositivo separador de gases
	48	Conducción de salida de gases
	49	Conducción de aportación
	410	Otro reactor de bucle
65	411	Conducción de aportación
	412	Intercambiador de calor

	413	Dispositivo separador de gases
	414	Conducción de salida de gases
	415	Conducción para una amida
	51	Conducción para los disolventes
5	52	Conducción para una amida
	53	Primer recipiente
	54	Primer sistema de calefacción de recipiente
	53'	Otro recipiente
	54'	Otro sistema de calefacción de recipiente
10	55	Conducción para un alcohol
	56	Conducción para vapores del éster
	57	Sumidero de la columna
	58	Columna
	59	Conducción para el ácido gastado
15	510	Unidad de recipiente
	511	Conducción para compuestos que hierven a altas temperaturas
	512	Intercambiador de calor
	513	Dispositivo separador de fases
	514	Conducción para la aportación del agente estabilizador
20	515	Otra conducción para la aportación del agente estabilizador
	516	Columna de extracción
	517	Conducción para disolventes
	518	Conducción para el éster en bruto
	519	Recipiente de flotación
25	520	Conducción de salida del ácido gastado
	521	Intercambiador de calor
	522	Conducción para los vapores de compuestos que hierven a bajas temperaturas
	61	Conducción para la aportación del éster en bruto
	62	Columna de destilación en vacío
30	63	Construcciones internas de la columna
	64	Sistema de calefacción del sumidero
	65	Conducción de salida del éster
	66	Intercambiador de calor
	67	Intercambiador de calor
35	68	Conducción para la aportación de agua
	69	Dispositivo separador de fases
	610	Conducción de salida de agua
	611	Conducción de devolución
	612	Conducción a depresión
40	613	Generador de depresión
	71	Columna de destilación
	72	Construcciones internas de la columna
	73	Sistema de calefacción del sumidero de la columna
	74	Conducción para vapores del éster puro
45	75	Primer intercambiador de calor
	76	Otro intercambiador de calor
	77	Conducción para la devolución del éster
	78	Mezclador
	79	Sistema para la adición dosificada del agente estabilizador
50	710	Conducción de salida del éster puro
	711	Intercambiador de calor adicional
	712	Otro intercambiador de calor
	713	Recipiente para el tamiz molecular
	714	Empaquetaduras de tamiz molecular
55	715	Conducción de salida del éster purísimo
	716	Conducción para compuestos que hierven difícilmente
	717	Generador de depresión
	81	Elemento de irradiación
	82	Salida del medio de refrigeración
60	83	Elemento de refrigeración
	84	Salida del producto
	85	Zona de refrigeración
	86	Dirección de la corriente principal
	87	Dirección de la corriente refrigeradora
65	88	Salida de la mezcla de reacción
	89	Pared del refrigerador.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de una cianhidrina de acetona, que contiene las etapas de:
 - A. poner en contacto la acetona y el ácido cianhídrico en un reactor para dar una mezcla de reacción, circulando la mezcla de reacción y obteniéndose una cianhidrina de acetona;
 - 5 B. refrigerar por lo menos una parte, de manera preferida por lo menos un 70 % en peso de la mezcla de reacción mediante circulación a través de una zona de refrigeración de un refrigerador con un período de tiempo de permanencia en el refrigerador de 0,1 a 2 h, conteniendo el refrigerador un elemento de refrigeración o por lo menos dos elementos de refrigeración;
 - C. dejar salir desde el reactor por lo menos una parte de la cianhidrina de acetona producida,
 - 10 realizándose que, referido al volumen interno total del refrigerador, el volumen de la zona de refrigeración del refrigerador es mayor que el volumen del elemento de refrigeración o de los por lo menos dos elementos de refrigeración del refrigerador.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, circulando una parte de la mezcla de reacción en una dirección de la corriente refrigeradora que es diferente de la dirección de la corriente principal, por lo menos durante la refrigeración.
- 15 3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, siendo generada la dirección de la corriente refrigeradora mediante una desviación de la mezcla de reacción.

4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, efectuándose la desviación mediante un medio de desviación previsto en el refrigerador o unido con el refrigerador.
- 20 5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, siendo el medio de desviación un elemento de irradiación o un elemento de rebote o ambos elementos.

6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4 ó 5, estando previsto el medio de desviación en la zona de refrigeración.

7. Procedimiento de acuerdo con una de las precedentes reivindicaciones, siendo el elemento de refrigeración un cuerpo hueco alargado, atravesable por el medio de refrigeración.
- 25 8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, teniendo el elemento de refrigeración una estructura en forma de barras o en forma de placas.

9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7 u 8, siendo el elemento de refrigeración un haz de tubos.

10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, estando situado el período de tiempo de permanencia de la mezcla de reacción en el refrigerador en un intervalo de aproximadamente 0,2 a 1,5 horas.
- 30 11. Un procedimiento para la preparación de un éster alquílico del ácido metacrílico que contiene como etapas
 - a. la producción de una cianhidrina de acetona según un procedimiento de acuerdo con una de las precedentes reivindicaciones;
 - b. la puesta en contacto de la cianhidrina de acetona con un ácido orgánico mediando obtención de una metacrilamida;
 - 35 c. la puesta en contacto de la metacrilamida con un alcohol mediando obtención de un éster alquílico del ácido metacrílico;
 - d. eventualmente una purificación del éster alquílico del ácido metacrílico.

12. Un procedimiento para la preparación del ácido metacrílico que contiene las etapas de:
 - 40 α) preparar una cianhidrina de acetona según un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 10;
 - β) poner en contacto la cianhidrina de acetona con un ácido inorgánico mediando obtención de una metacrilamida;
 - γ) hacer reaccionar la metacrilamida con agua para dar el ácido metacrílico.
 - 45

13. Dispositivo para la preparación de ésteres alquílicos del ácido metacrílico que contiene, unidos entre sí conduciendo un fluido:
 - un elemento de instalación para la preparación de una cianhidrina de acetona, seguido por;
 - un elemento de instalación para la preparación de una metacrilamida, seguido por;
 - 50 - un elemento de instalación para la preparación de un éster alquílico del ácido metacrílico, eventualmente seguido por;
 - un elemento de instalación para la purificación del éster alquílico del ácido metacrílico;

- un elemento de instalación para la polimerización, eventualmente seguido por;
 - un elemento de instalación para la confección (el tratamiento ulterior),
- conteniendo el elemento de instalación para la preparación de una cianhidrina de acetona un reactor de bucle con un refrigerador, conteniendo el refrigerador una zona de refrigeración atravesable por una corriente y un elemento de refrigeración y, referido al volumen total del refrigerador, el volumen de la zona de refrigeración del refrigerador es mayor que el volumen del elemento de refrigeración o de los elementos de refrigeración del refrigerador.
- 5
14. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 13, teniendo el refrigerador un medio de desviación.
15. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 14, siendo el medio de desviación un elemento de irradiación o un elemento de rebote.
- 10
16. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 13 o 14, estando previsto el medio de desviación en la zona de refrigeración.
17. Dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 13 a 16, siendo el elemento de refrigeración un cuerpo hueco alargado, atravesable por el medio de refrigeración.
- 15
18. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 17, teniendo el elemento de refrigeración unas zonas de refrigeración en forma de barras o en forma de placas.
19. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 17 ó 18, siendo el elemento de refrigeración un haz de tubos.
20. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, efectuándose el procedimiento en un dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 13 hasta 19.
- 20
21. Un procedimiento para la preparación de unos polímeros que se basan por lo menos parcialmente en unos ésteres alquílicos del ácido metacrílico, que contiene las etapas de:
- a) preparación de un éster alquílico del ácido metacrílico según un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11 ó 20,
 - b) polimerización del éster alquílico del ácido metacrílico y eventualmente de un comonomero;
 - c) tratamiento del éster alquílico del ácido metacrílico.
- 25
22. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 21, efectuándose la polimerización mediante una polimerización por radicales.
- 30
23. Fibras, películas, barnices, masas de moldeo, cuerpos moldeados, agentes auxiliares para papel, agentes auxiliares para cuero, agentes de floculación y aditivos de perforación, que se basan en un éster alquílico del ácido metacrílico obtenible según un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11 o 20, o que se basan en el ácido metacrílico obtenible en un dispositivo de acuerdo con la reivindicación 13.

Fig. 1

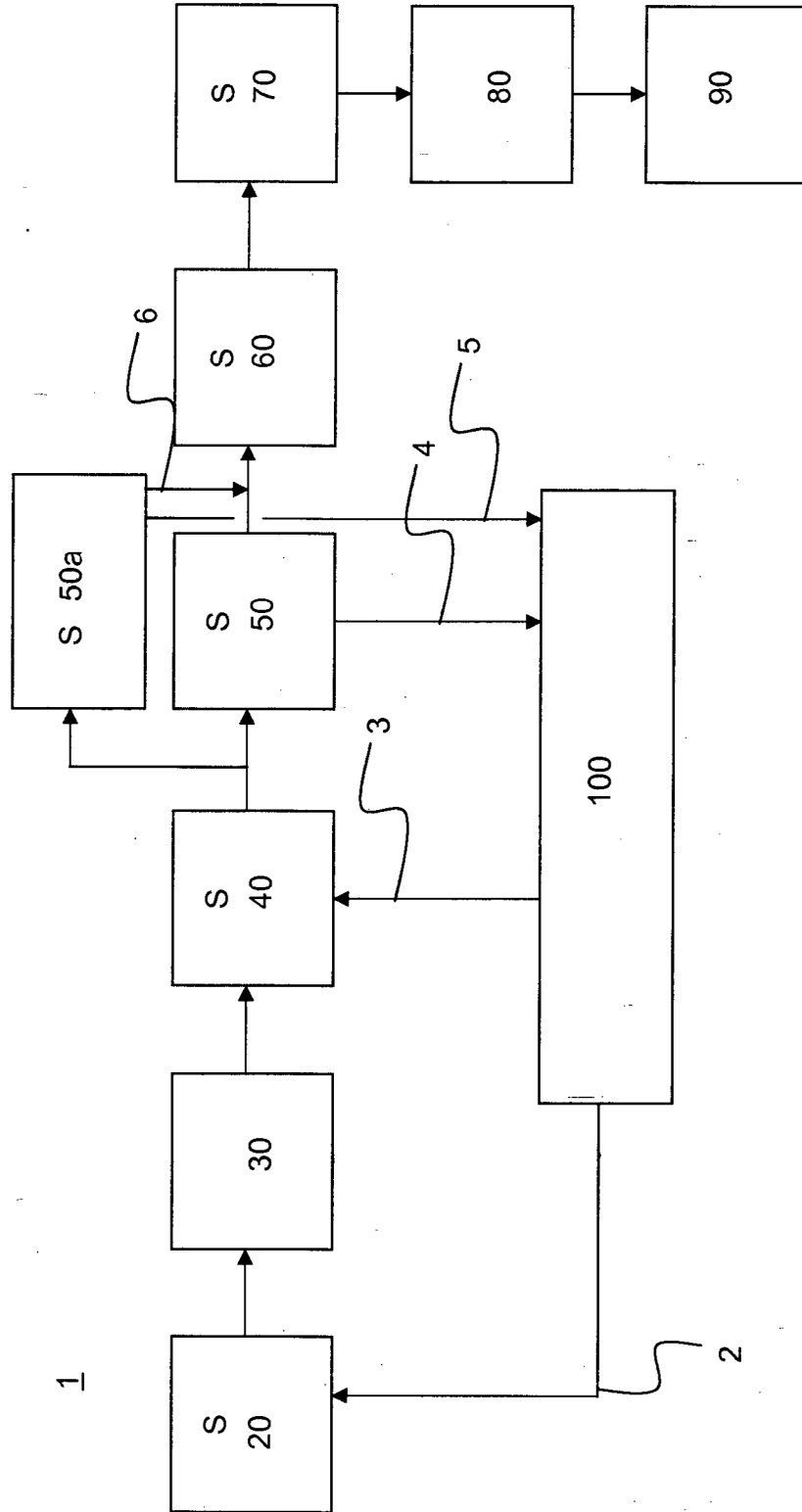


Fig. 2

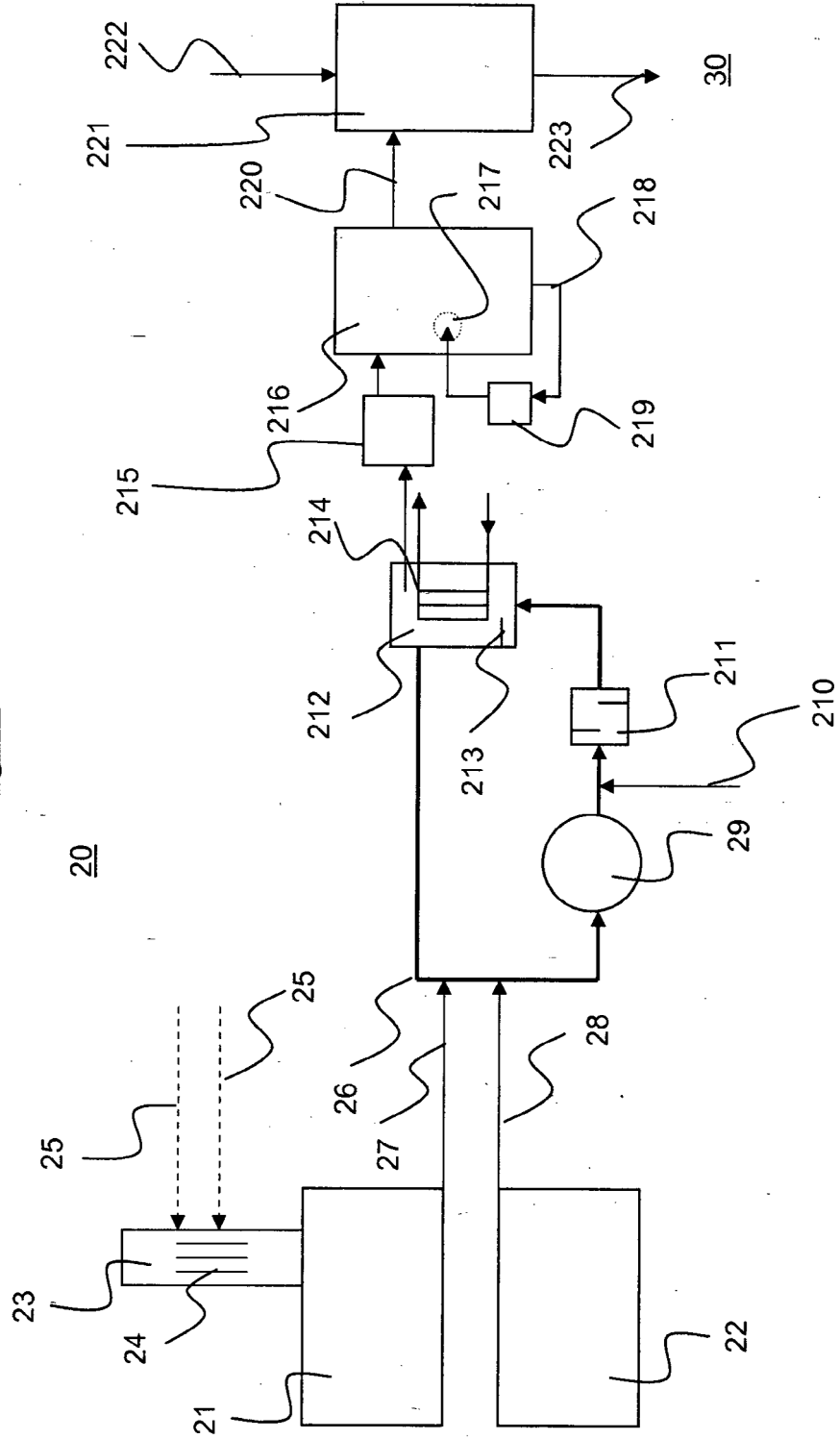


Fig. 3

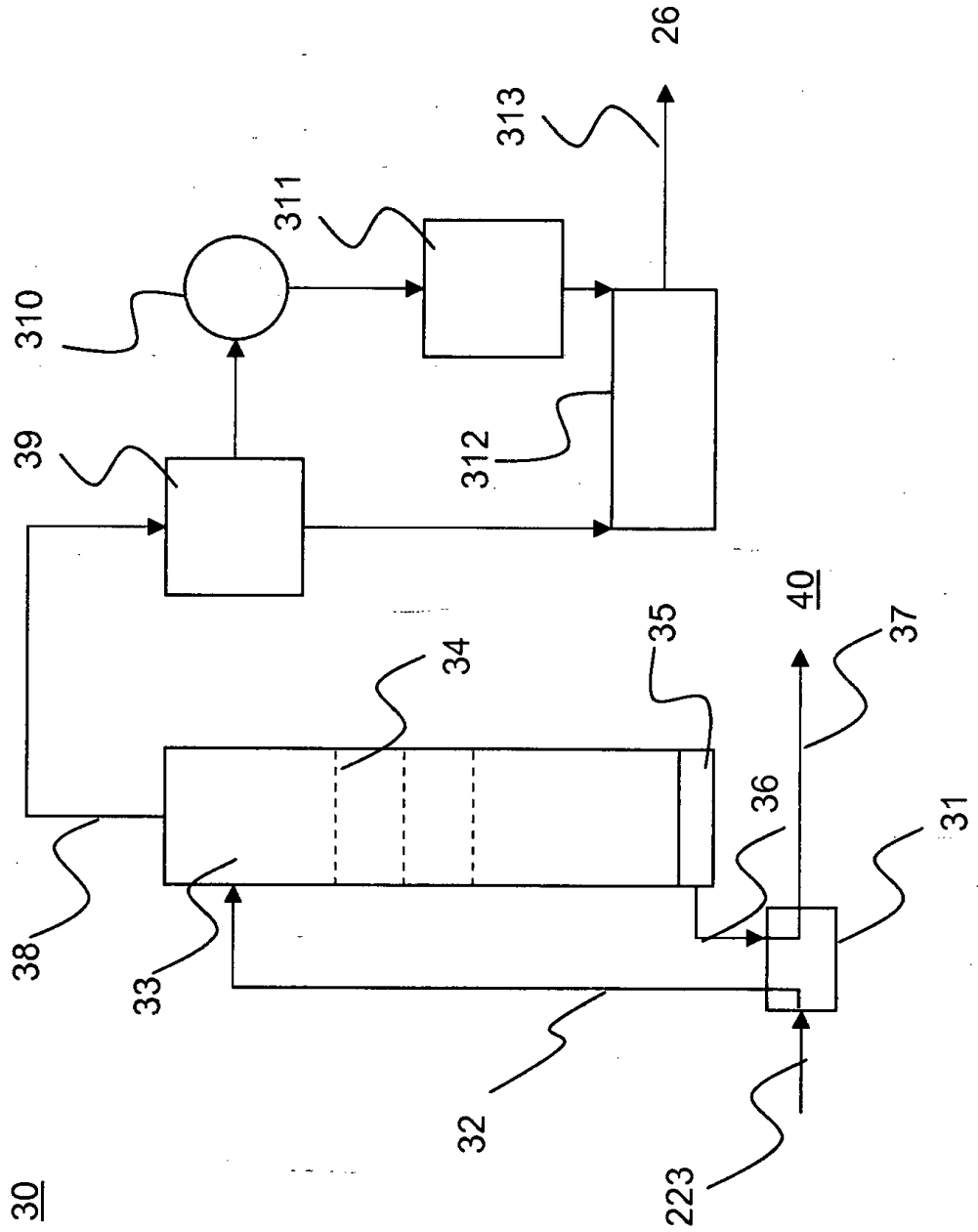


Fig. 4

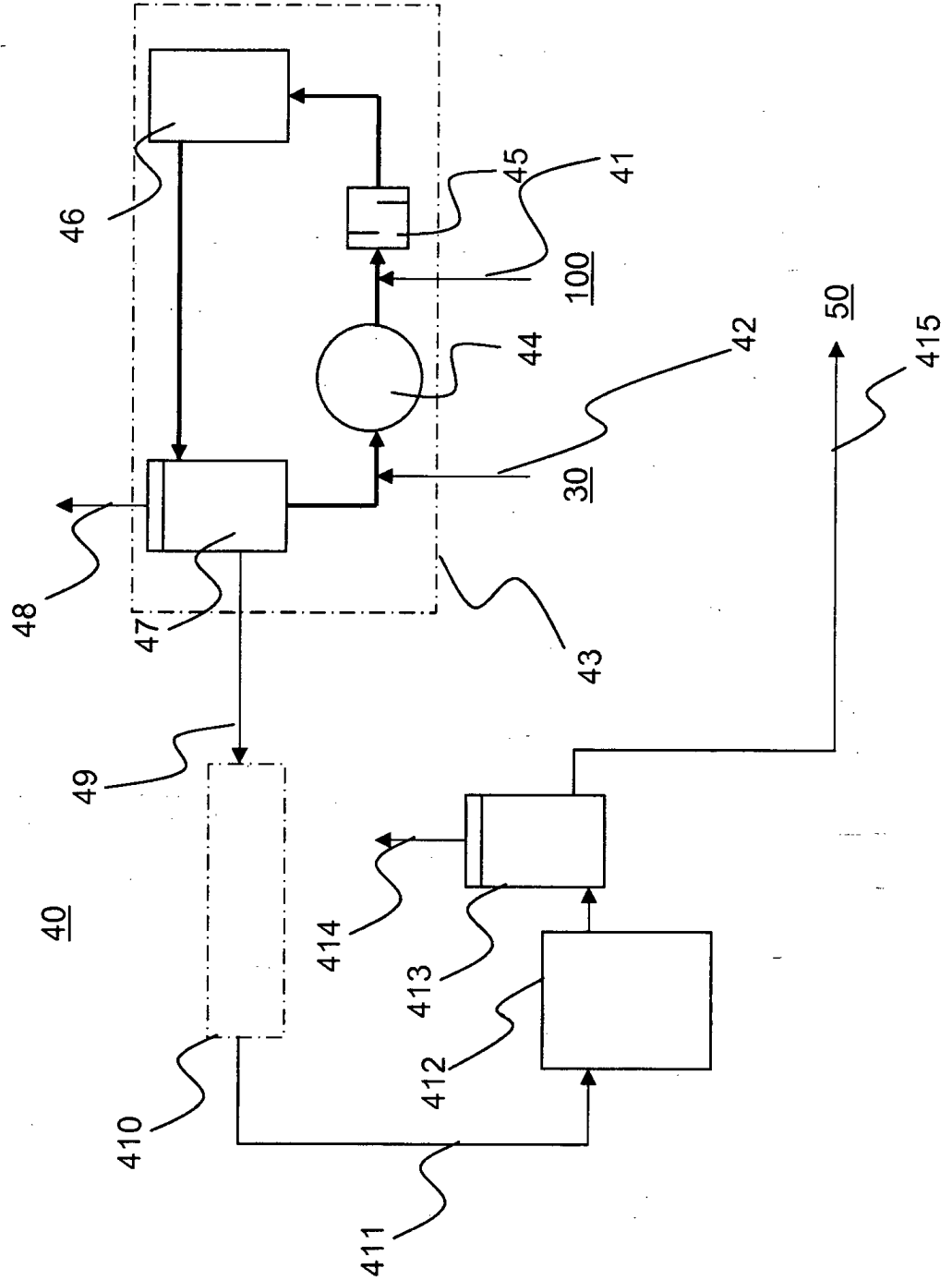


Fig. 5

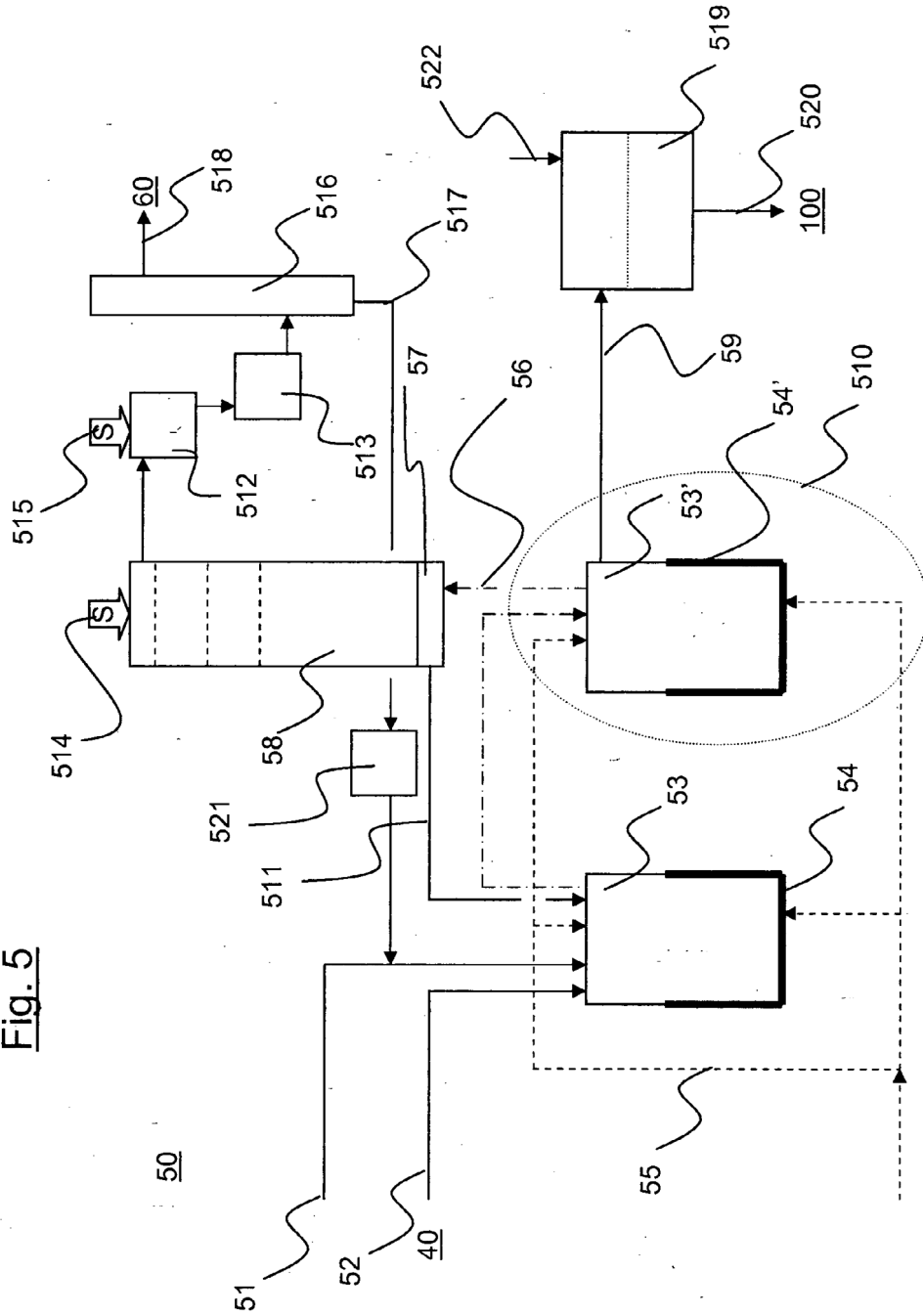


Fig. 6

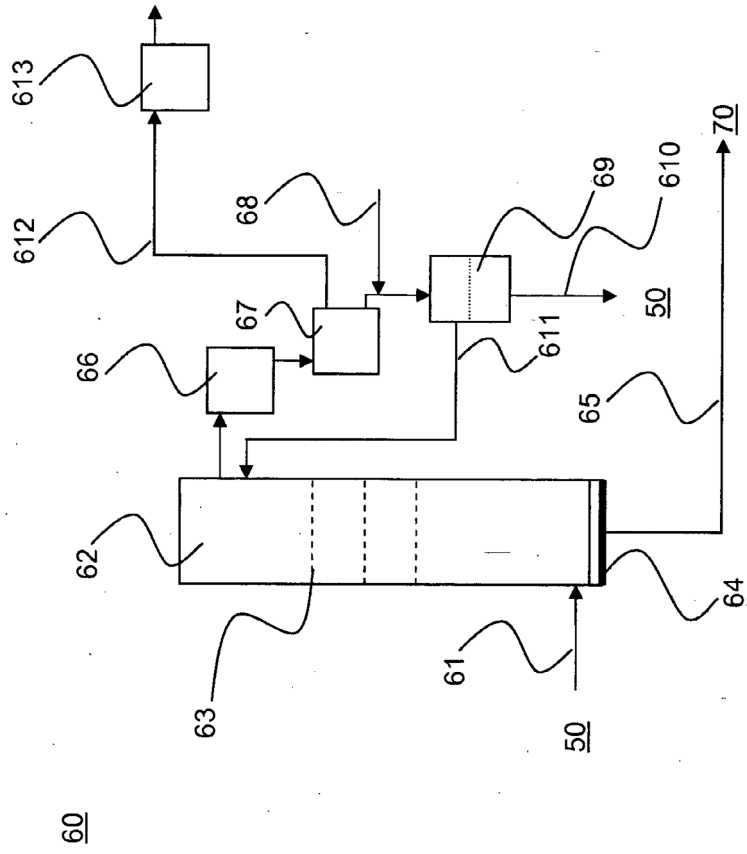


Fig. 7

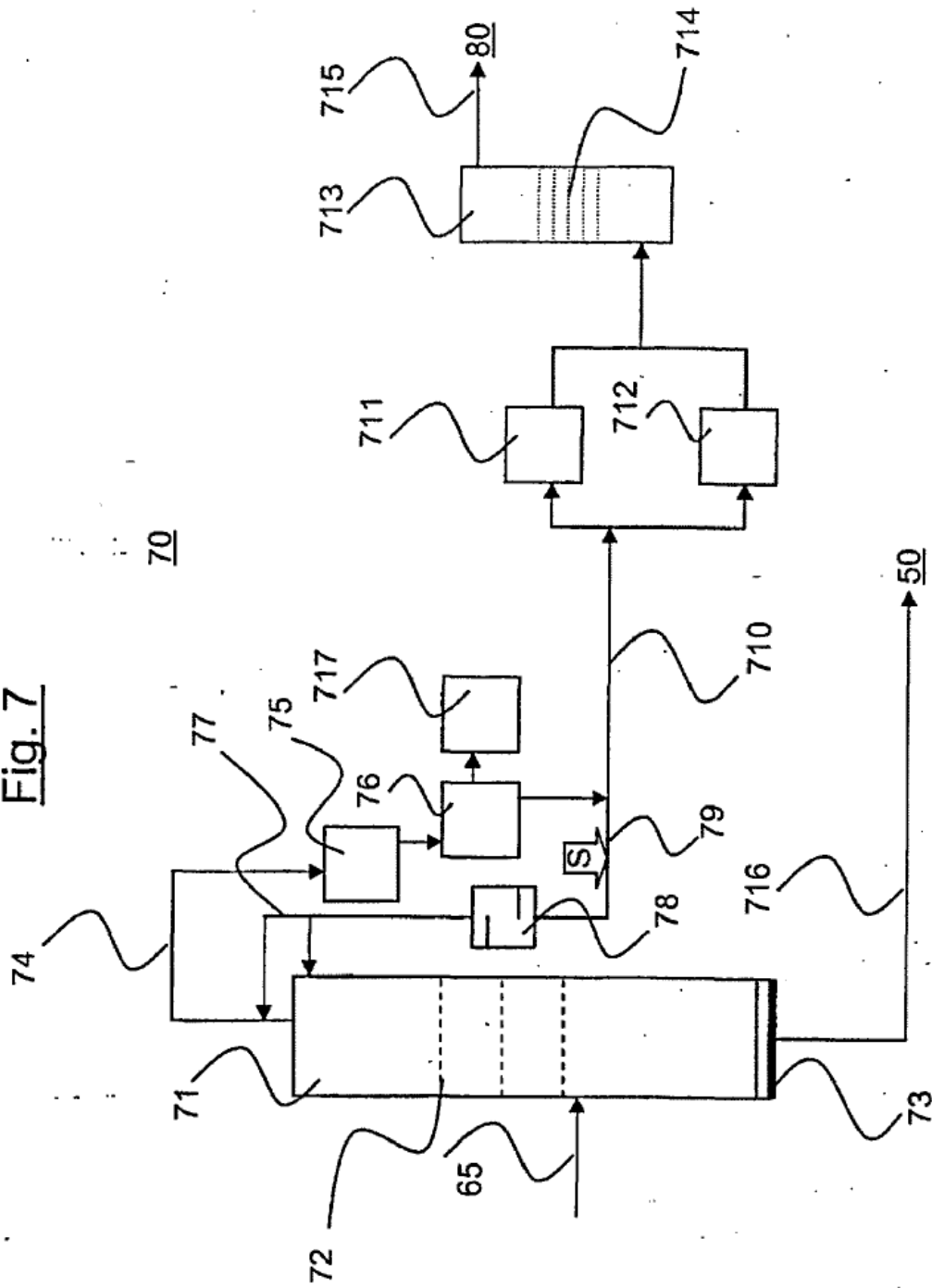


Fig. 8

