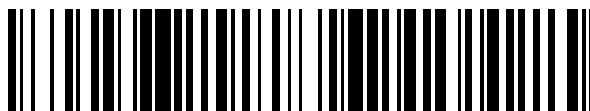


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 408 683**

51 Int. Cl.:

B01D 1/00 (2006.01)

B01D 1/22 (2006.01)

C07C 67/54 (2006.01)

C07C 69/54 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.08.2008 E 08803358 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.03.2013 EP 2209760**

54 Título: **Procedimiento e instalación para la purificación de compuestos insaturados**

30 Prioridad:

23.11.2007 DE 102007056926

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

21.06.2013

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**LAUX, BENEDIKT;
MAUL, CHRISTIAN;
SCHLEEP, VOLKER y
SANDER, INGO**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 408 683 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 e instalación para la purificación de compuestos insaturados

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la purificación de compuestos insaturados. Además de ello, la presente invención describe una instalación para llevar a cabo el presente procedimiento.

Compuestos insaturados con una temperatura de ebullición elevada tienden, en la purificación, a la formación de productos secundarios. Con ello resultan diversos problemas en relación con el aislamiento de estos compuestos.
10 Por ejemplo, mediante la polimerización de los compuestos insaturados pueden formarse depósitos en las instalaciones de purificación. Con el fin de garantizar una elevada calidad del producto es, por lo tanto, necesario purificar de vez en cuando estas instalaciones.

15 Estado conocido de la técnica

Además de ello, la formación de productos secundarios conduce a una disminución del rendimiento total. En el caso de una purificación en un destilador con una columna que, en virtud de unas pocas estructuras internas, presenta una pequeña caída de presión, pueden evitarse estos problemas. Sin embargo, con ello no se puede obtener ningún rendimiento de separación óptimo. Por otra parte, es muchas veces necesario poner a disposición
20 un producto lo más puro posible. A los compuestos particularmente problemáticos pertenecen, en particular ésteres glicólicos tales como, por ejemplo, (met)acrilatos de hidroxialquilo. Junto a polímeros, estos compuestos pueden formar di(met)acrilatos que son particularmente indeseados. Con el fin de resolver los problemas anteriormente expuestos, se realizaron ya una serie de esfuerzos.

25 El documento WO 2004/063140 describe un procedimiento para la purificación de compuestos insaturados.

Por ejemplo, la memoria de patente CN 1502601 describe un procedimiento para la purificación de (met)acrilatos de hidroxialquilo que presenta varias etapas. En este caso, las distintas etapas están conectadas en serie. En un primer evaporador de capa fina se separan los compuestos difícilmente volátiles. El producto vaporizado se
30 condensa y se introduce en un evaporador de película descendente. En el evaporador de película descendente se desprovee el compuesto a purificar de componentes fácilmente volátiles. En otro evaporador de capa fina se extrae el producto por la parte superior, y los componentes difícilmente volátiles son devueltos con una pequeña porción de producto al primer evaporador de capa delgada. De manera correspondiente, el producto no es conducido en circuito. Un metacrilato de hidroxipropilo, el cual fue purificado conforme al procedimiento descrito en la memoria de patente CN 1502601, mostró una pureza de aprox. 98,7%.

Además de ello, el documento EP-A-1 090 904 describe un procedimiento para la purificación de (met)acrilatos de hidroxialquilo. En este procedimiento se emplea un destilador junto con un evaporador de capa fina, siendo introducido el producto del sumidero del destilador en un evaporador de capa fina. La columna del destilador no
40 presenta estructuras internas que conduzcan a una caída de presión. Mediante estas medidas se puede conseguir que el producto purificado presente una pureza relativamente elevada con una pequeña porción de diésteres. En comparación con una destilación pura, la pureza aumenta, sin embargo, de manera no esencial desde 98,1 hasta 98,5%. Esencial en este caso es que el tiempo de permanencia se mantenga pequeño. El retorno de una gran cantidad de producto vaporizado procedente del evaporador de capa fina al destilador no se describe de forma
45 cuantitativa.

Los procedimientos precedentemente expuestos muestran ya una mejora con respecto al estado conocido de la técnica habitual. No obstante, existe la constante demanda de continuar mejorando la pureza así como el
50 rendimiento de los compuestos insaturados.

Misión

Considerando el estado conocido de la técnica es ahora misión de la presente invención habilitar un procedimiento
55 para la purificación de compuestos insaturados que conduzcan con un elevado rendimiento a productos particularmente puros.

Otra misión consistía, en particular, en crear un procedimiento en el que sea particularmente escasa la formación de productos secundarios durante la purificación. En particular, el procedimiento en las instalaciones para la purificación debería conducir sólo a una escasa formación de depósitos. Con ello, debería posibilitarse un servicio

continuo prolongado de la instalación, sin que deba interrumpirse el funcionamiento de la instalación debido a medidas de purificación.

Además de ello, el procedimiento debería poder llevarse a cabo de la manera más sencilla y económica posible.

5 Además de ello, por lo tanto, era misión de la presente invención poner a disposición una instalación para llevar a cabo un procedimiento correspondiente. En tal caso, la instalación debería poder ser purificada de una manera sencilla.

10 Solución

Estos, así como otros problemas no explícitamente mencionados, pero que pueden derivarse o deducirse sin más de los contextos discutidos en la introducción de esta memoria, se resuelven mediante un procedimiento con todas las características de la reivindicación 1. Variaciones convenientes del procedimiento de acuerdo con la invención se protegen en las reivindicaciones subordinadas. En relación con la instalación para llevar a cabo el procedimiento, la reivindicación 20 representa una solución del problema.

Objeto de la presente invención es, de manera correspondiente, un procedimiento para la purificación de compuestos insaturados, en el que la purificación se lleva a cabo en una instalación que presenta al menos dos evaporadores, y los evaporadores están unidos de modo que una parte del compuesto insaturado es conducida en circuito, aislándose los vapores desprendidos condensados en el primer evaporador e introduciéndose en el primer evaporador los vapores desprendidos condensados en el segundo evaporador, el cual se caracteriza porque el caudal másico con el que se aíslan de la mezcla a purificar los vapores desprendidos condensados en el primer evaporador es menor que el caudal másico con el que se introducen en el primer evaporador los vapores desprendidos condensados del segundo evaporador.

Con ello se consigue, de un modo no predecible, habilitar un procedimiento del género precedentemente expuesto que presente un perfil de propiedades particularmente bueno. De manera sorprendente, pueden obtenerse en particular productos con una pureza particularmente elevada con un rendimiento muy bueno.

Además, es particularmente escasa la formación de productos secundarios durante la purificación. En este caso, el procedimiento en las instalaciones para la purificación conduce a sólo una pequeña formación de depósitos. Con ello, se consigue un servicio continuo prolongado de las instalaciones, sin que deba interrumpirse el funcionamiento de la instalación.

Además de ello, el procedimiento de acuerdo con la invención puede llevarse a cabo de manera muy sencilla y económica.

Además, la presente invención proporciona una instalación para llevar a cabo un procedimiento correspondiente, en donde la instalación puede ser purificada de una manera sencilla.

El procedimiento de la presente invención sirve, en particular, para la purificación de compuestos insaturados que presentan al menos un doble enlace carbono-carbono. De particular interés son, en especial, compuestos que, en particular, presentan un punto de ebullición a 1.013 mbar de aprox. 150°C hasta aprox. 300°C. De manera conveniente, el procedimiento de acuerdo con la invención puede emplearse, en particular, para la purificación de ésteres glicólicos. A ellos pertenecen, por ejemplo, (met)acrilatos de hidroxialquilo tales como (met)acrilato de 2-hidroxi-etilo, (met)acrilato de hidroxipropilo e isómeros, (met)acrilato de hidroxibutilo e isómeros, así como mezclas a base de los compuestos antes mencionados. La preparación de estos compuestos es generalmente conocida, encontrándose especialmente en el estado conocido de la técnica precedentemente citados valiosas indicaciones. Así, estos compuestos pueden obtenerse, en particular, mediante la reacción de ácido (met)acrílico con epóxidos, por ejemplo óxido de etileno u óxido de propileno.

La purificación puede tener lugar en presencia de estabilizadores, pudiendo emplearse éstos repetidas veces para la preparación de los compuestos insaturados. Por lo tanto, muchas mezclas a separar presentan ya estos compuestos, pudiendo agregarse éstos eventualmente. A los estabilizadores preferidos pertenecen, entre otros, compuestos fenólicos tales como, por ejemplo, hidroquinona, metilhidroquinona, terc-butilhidroquinona, 2,6-di-terc-butilhidroquinona, 2,5-di-terc-butilhidroquinona, 2,4-dimetil-6-terc-butilfenol e hidroquinona-monometil-éter; p-fenilendiaminas tales como, por ejemplo, N-isopropil-N'-fenil-p-fenilendiamina, N-(1,3-dimetilbutil)-N'-fenil-p-fenilendiamina, N-(1-metilheptil)-N'-fenil-p-fenilendiamina, N,N'-difenil-p-fenilendiamina y N,N'-di-2-naftil-p-

fenilendiamina; aminas tales como, por ejemplo, tiodifenilamina y fenotiazinas; dialquilditiocarbamatos de cobre tales como, por ejemplo, dibutilditiocarbamato de cobre, dietilditiocarbamato de cobre y dimetilditiocarbamato de cobre; compuestos nitroso tales como, por ejemplo, nitrosodifenilamina, nitrito de isoamilo, N-nitrosociclohexilhidroxilamina, N-nitroso-N-fenil-N-hidroxilamina y sus sales; y compuestos de N-oxilo tales como, por ejemplo, 2,2,4,4-tetrametilazetidín-1-oxilo, 2,2-dimetil-4,4-dipropilazetidín-1-oxilo, 2,2,5,5-tetrametilpirrolidín-1-oxilo, 2,2,5,5-tetrametil-3-oxopirrolidín-1-oxilo, 2,2,6,6-tetrametilpiperidín-1-oxilo, 4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidín-1-oxilo, 6-aza-7,7-dimetilspiro[4,5]decan-6-oxilo, 2,2,6,6-tetrametil-4-acetoxipiperidín-1-oxilo y 2,2,6,6-tetrametil-4-benzoiloxipiperidín-1-oxilo. Estos compuestos pueden estar contenidos en la mezcla a purificar preferiblemente en una cantidad en el intervalo de 0,0001% en peso a 1% en peso, de manera particularmente preferida en el intervalo de 0,0005% en peso a 0,5% en peso.

La purificación se lleva a cabo en una instalación que presenta al menos dos evaporadores. El término "evaporador" designa, en el marco de la presente invención, un dispositivo que es adecuado para transferir el compuesto insaturado a la fase gaseosa. A ellos pertenecen, en particular, evaporadores de capa fina tales como, por ejemplo, evaporadores de película descendente y evaporadores con un sistema de limpieza rotatorio, así como evaporadores por circulación tales como, por ejemplo, evaporadores por circulación forzada o de circulación natural. También pueden emplearse evaporadores de corto recorrido. Dispositivos de este tipo son conocidos (véase Ullmanns Encyclopedia of Industrial Chemistry (6ª edición), editorial Wiley-VCH, Weinheim 2003, tomo 36, página 505).

En la instalación para llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención, al menos dos evaporadores están unidos de modo que una parte del compuesto insaturado puede ser conducida en circuito, aislándose los vapores desprendidos condensados en el primer evaporador e introduciéndose en el primer evaporador los vapores desprendidos condensados en el segundo evaporador. Como ya se ha expuesto, los evaporadores están unidos entre sí de modo que una parte de los compuestos insaturados puede ser conducida en circuito. Esto significa que la parte de la composición remanente en el primer evaporador, que no fue transferida a la fase gaseosa, es transferida al segundo evaporador, por ejemplo en el sumidero. Este sumidero comprende, en particular, una elevada proporción de compuestos difícilmente volátiles. Conforme a la invención, el caudal másico con el que se aíslan de la mezcla a purificar los vapores desprendidos condensados en el primer evaporador es menor que el caudal másico con el que son introducidos en el primer evaporador los vapores desprendidos condensados procedentes del segundo evaporador. De particular interés son, en especial, procedimientos en los que la relación del caudal másico con el que son aislados (3) de la mezcla a purificar los vapores desprendidos condensados en el primer evaporador al caudal másico con el que son introducidos (6) en el primer evaporador los vapores desprendidos condensados procedentes del segundo evaporador se encuentra preferiblemente en el intervalo de 0,4 a 1,5, de manera particularmente preferida en el intervalo de 0,5 a 0,8. De ello resulta que una elevada proporción de las composiciones (2) introducidas en el primer evaporador es introducida (4) en el segundo evaporador a través del sumidero. Esta proporción resulta de las relaciones previamente expuestas de los dos caudales másicos.

Conforme a una forma de realización particular, el procedimiento de acuerdo con la invención puede llevarse a cabo en una instalación que presente al menos tres evaporadores, formándose un circuito entre el primer y el segundo evaporador (4 y 6) y formándose un circuito entre el segundo y el tercer evaporadores (7 y 9), siendo válidas de manera correspondiente las explicaciones previamente expuestas en relación con los circuitos. En este caso, la relación del caudal másico con el que son introducidos (6) en el primer evaporador los vapores desprendidos condensados procedentes del segundo evaporador al caudal másico con el que son introducidos (9) en el segundo evaporador los vapores desprendidos condensados procedentes del tercer evaporador se encuentra preferiblemente en el intervalo de 0,75 a 35, de manera particularmente preferida en el intervalo de 2 a 10. Mediante esta ejecución del procedimiento de acuerdo con la invención puede aumentarse sorprendentemente, en especial, el rendimiento.

La mezcla a purificar puede introducirse preferiblemente en el primer y/o segundo evaporador. De particular interés son, en especial, procedimientos en los que al menos una parte de la mezcla a purificar es introducida primeramente en el primer evaporador, y otra parte de la mezcla a purificar es introducida primeramente en el segundo evaporador. Convenientemente, la relación de los caudales másicos de la parte introducida en el primer evaporador de la mezcla a purificar a la parte introducida en el segundo evaporador de la mezcla a purificar puede encontrarse, preferiblemente, en el intervalo de 9:1 a 0,1:1, de manera particularmente preferida en el intervalo de 8:1 a 2:1.

El tipo de evaporadores es en sí de una importancia secundaria para llevar a cabo el procedimiento de acuerdo

con la invención. No obstante, se ha manifestado conveniente emplear un evaporador por circulación como primer y segundo evaporadores. Como tercer evaporador se utiliza preferiblemente un evaporador de capa fina.

5 El procedimiento de purificación de acuerdo con la invención puede llevarse a cabo en un amplio intervalo de presiones y temperaturas. Con el fin de mantener lo más baja posible la formación de productos secundarios, es conveniente mantener la temperatura a un nivel bajo. De manera correspondiente, el procedimiento de acuerdo con la invención se realiza preferiblemente a una presión baja. Por otra parte, el mantenimiento de una presión muy baja se manifiesta como muy complejo.

10 Por lo tanto, de manera particularmente conveniente, el compuesto insaturado se transfiere a la fase gaseosa preferiblemente a una presión en el intervalo de 0,1 mbar a 20 mbar, de manera particularmente preferida en el intervalo de 1 mbar a 10 mbar.

15 Temperaturas necesarias en este caso resultan de la curva de vapor-presión del compuesto insaturado respectivo. Por lo general, estas temperaturas a las que los compuestos insaturados son transferidos a la fase gaseosa se encuentran preferiblemente en el intervalo de 50°C a 150°C, de manera particularmente preferida de 60°C a 110°C.

20 Conforme a un aspecto particular de la presente invención, el primer evaporador es hecho funcionar a un factor de carga de gas de 1,5 a 2 Pa^{0,5}. Convenientemente, el factor de carga de gas al que se hace funcionar el primer evaporador se encuentra preferiblemente en el intervalo de 0,8 a 3,0 Pa^{0,5}. El factor de carga de gas (factor F) se calcula a partir de la velocidad del gas referida a la sección transversal vacía del tubo para la evacuación del gas, multiplicada por la raíz de la densidad del gas (véase Klaus Sattler, Till Adrian, Thermische Trennverfahren (3ª edición), editorial VCH, Weinheim 2001, página 234).

25 La presente invención proporciona, además, una instalación preferida para llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención. Una instalación de acuerdo con la invención presenta al menos tres evaporadores que están unidos entre sí de modo que el residuo del primer evaporador que permanece en la fase líquida puede ser introducido en el segundo evaporador, los vapores desprendidos condensados del segundo evaporador pueden ser introducidos en el primer evaporador y el residuo que permanece en la fase líquida del segundo evaporador puede ser introducido en el tercer evaporador, y los vapores desprendidos condensados del tercer evaporador pueden ser introducidos en el segundo evaporador.

30 De acuerdo con una forma de realización particular de la presente instalación, ésta presenta al menos dos evaporadores por circulación y un evaporador de capa fina. Convenientemente, la mezcla a purificar se introduce en el primer evaporador por circulación, empleándose preferiblemente un evaporador de capa fina como tercer evaporador.

35 Los vapores desprendidos generados en los evaporadores pueden conducirse, mediante uniones habituales, a los otros componentes de la instalación. Por lo general, pueden utilizarse en particular tubos con el fin de evacuar el gas después de la evaporación. Preferiblemente, cada uno de los evaporadores presenta una columna, de modo que la instalación comprende al menos tres columnas. El término columna se ha de entender en este caso de forma amplia, de modo que por el mismo quedan comprendidos también tubos sencillos. De acuerdo con aspecto particular de la presente invención pueden emplearse, en particular, columnas con un diámetro de 0,05 m a 5 m, de manera particularmente preferida en el intervalo de 0,3 m a 3 m. Convenientemente, en este caso se emplean, en particular, columnas que determinan una pequeña caída de presión. De particular interés son en especial columnas que, en el caso de un factor F en el intervalo de 0,8 a 3,0 Pa^{0,5}, preferiblemente en el intervalo de 1,5 a 2,0 Pa^{0,5}, conducen a una caída de presión en el intervalo de 0,5 a 10, preferiblemente en el intervalo de 1 mbar a 5 mbar. De manera correspondiente, se emplean preferiblemente columnas que no presentan empaquetamientos ni estructuras internas. Sin embargo, se excluyen separadores de gotitas (separadores de partículas) que sirven para retener en el sumidero a compuestos que, en las condiciones elegidas, no se evaporan generalmente, pero que pueden ser arrastrados en forma de gotitas.

45 Preferiblemente, las composiciones transferidas a la fase gaseosa se condensan (vapores desprendidos condensados) antes de que éstas sean introducidas en el siguiente evaporador. De manera correspondiente, entre los distintos evaporadores pueden estar dispuestos condensadores. De manera correspondiente, una instalación preferida para llevar a cabo la presente invención puede comprender tres destiladores unidos entre sí.

50 Sin embargo, la presente invención no está limitada a una instalación con tres evaporadores o bien tres destiladores. De acuerdo con otras formas de realización, una instalación de acuerdo con la invención puede

presentar cuatro, cinco o más evaporadores que, de manera correspondiente al principio previamente expuesto, están unidos entre sí de modo que entre dos evaporadores se forma en cada caso un circuito.

5 Para una explicación más detallada, la presente invención se describe con ayuda de la Figura 1, sin que con ello deba efectuarse una limitación de la invención.

La Figura 1 muestra en una representación esquemática una instalación preferida para llevar a cabo la presente invención. En un primer evaporador por circulación (1) se introduce, a través del caudal másico (2) el (met)acrilato de hidroxialquilo obtenido a partir de una producción. El evaporador por circulación puede ser hecho funcionar a una presión en el intervalo de 1 mbar a 10 mbar, resultando, en función del éster, un intervalo de temperaturas de 55°C a 120°C. El destilado se condensa y se extrae de la instalación a través del caudal másico (3). El condensador necesario para ello puede formar una unidad con el evaporador o puede estar realizado como unidad separada. La parte no evaporada del éster aportado es conducida a través del caudal másico (4) al segundo evaporador por circulación (5) en el que se evapora una gran parte del éster aportado y, después de la condensación a través del caudal másico (6) es transferido al primer evaporador por circulación (1). El residuo formado en el segundo evaporador por circulación (5) es conducido al evaporador de capa fina (8) a través del caudal másico (7). En el evaporador de capa fina (8) se transfiere a la fase gaseosa asimismo una parte de la mezcla aportada, se condensa y se introduce en el segundo evaporador por circulación (5) a través del caudal másico (9). El resto que queda en el evaporador de capa fina (8) es expulsado de la instalación a través del caudal másico (10).

Los evaporadores (5) o bien (8) se hacen funcionar preferiblemente asimismo a una presión en el intervalo de 1 a 10 mbar y a una temperatura en el intervalo de 55 a 120°C. Preferiblemente, la instalación se ajusta de manera que la relación del caudal másico con el que es expulsado de la instalación el compuesto purificado a través del caudal másico (3) al caudal másico con el que es introducido en la instalación el (met)acrilato de hidroxialquilo obtenido de una producción a través del caudal másico (2) se encuentra en el intervalo de 0,85 a 0,97, preferiblemente de 0,90 a 0,95.

De manera particularmente ventajosa, compuestos de elevado punto de ebullición con un elevado caudal másico son transferidos desde del primer evaporador por circulación (1) a través de la tubería (4) al segundo evaporador por circulación (5). La relación del caudal másico con el que se pueden transferir compuestos de elevado punto de ebullición procedentes del primer evaporador por circulación (1) a través de la tubería (4) al segundo evaporador por circulación (5) al caudal másico con el que se introduce en la instalación a través de la tubería (2) el (met)acrilato de hidroxialquilo obtenido de una producción, se encuentra preferiblemente en el intervalo de 0,75 a 2, de manera particularmente preferida en el intervalo de 1,20 a 1,80.

Convenientemente, la relación del caudal másico con el que los vapores desprendidos condensados en el segundo evaporador por circulación (5) son transferidos a través de la tubería (6) al primer evaporador por circulación (1) al caudal másico con el que el (met)acrilato de hidroxialquilo obtenido de una producción es introducido a través de la tubería (2) en la instalación, se encuentra en el intervalo de 0,75 a 1,90, de manera particularmente preferida en el intervalo de 1,25 a 1,75, sin que con ello deba efectuarse una limitación.

El residuo obtenido en el segundo evaporador por circulación (5) de compuestos de elevado punto de ebullición se introduce en el evaporador de capa fina (8). En este caso, la instalación se ajusta preferiblemente de manera que la relación del caudal másico con el que son transferidos al evaporador de capa fina (8) estos compuestos de alto punto de ebullición a través de la tubería (7) al caudal másico con el que es introducido en la instalación a través de la tubería (2) el (met)acrilato de hidroxialquilo obtenido de una producción se encuentra en el intervalo de 0,05 a 1,25, preferiblemente de 0,10 a 0,50.

La fase gaseosa formada en el evaporador de capa fina (8) se transfiere al segundo evaporador por circulación (5) después de la condensación. Preferiblemente, la relación del caudal másico con el que son transferidos al segundo evaporador por circulación (5) los vapores desprendidos condensados al caudal másico con el que es introducido en la instalación a través de la tubería (2) el (met)acrilato de hidroxialquilo obtenido de una producción se encuentra en el intervalo de 0,01 a 1,20, preferiblemente de 0,05 a 0,50.

El residuo obtenido en el evaporador de capa fina (8) es expulsado de la instalación. Convenientemente, la relación del caudal másico con el que es expulsado de la instalación el residuo obtenido en el evaporador de capa fina (8) al caudal másico con el que es introducido en la instalación a través de la tubería (2) el (met)acrilato de hidroxialquilo obtenido de una producción asciende a 0,03 hasta 0,15, de manera particularmente preferida a 0,05

hasta 0,10.

La instalación de acuerdo con la Figura 1 se describió con relación con (met)acrilatos de hidroxialquilo. Las corrientes másicas, en particular las relaciones de las distintas corrientes másicas son válidas de igual manera para otros compuestos insaturados, en particular otros ésteres glicólicos. Lo mismo se cumple para instalaciones que comprendan otros tipos de evaporador o más de tres evaporadores. En el caso de que la mezcla a purificar sea introducida en la instalación a través de más de un caudal másico, los valores precedentemente expuestos se refieren a los caudales másicos con los que se introduce en la instalación la cantidad total.

Seguidamente se explica con mayor detalle la invención con ayuda de ejemplos, sin que con ello deba efectuarse una limitación.

Ejemplo 1

En una instalación representada en la Figura 1 se purificó metacrilato de 2-hidroxietilo en un ensayo de larga duración que fue llevado a cabo a lo largo de 14 días. El primer evaporador por circulación (1) se hizo funcionar con una presión de aproximadamente 2 mbar – 3 mbar, y una temperatura de aproximadamente 66°C – 72°C. La cantidad de aportación con la que el metacrilato de 2-hidroxietilo, obtenido a partir de una producción previamente llevada a cabo, fue introducido en la instalación a través de la tubería (2) ascendió por término medio a 1,605 kg/h. El caudal másico con el que los vapores desprendidos obtenidos a partir del primer evaporador por circulación (1) fueron extraídos de la instalación a través de la tubería (3) ascendió por término medio a 1,518 kg/h.

El residuo obtenido en el primer evaporador por circulación (1) se condujo con un caudal másico de por término medio 1,930 kg/h a través de la tubería (4) al segundo evaporador por circulación (5). El segundo evaporador por circulación (5) se hizo funcionar a una presión de aproximadamente 2 mbar – 3 mbar, y una temperatura de aproximadamente 66°C – 74°C, conduciéndose los vapores desprendidos condensados a través de la tubería (6) al primer evaporador por circulación (1) con un caudal másico de por término medio 1,843 kg/h.

El residuo obtenido en el segundo evaporador por circulación (5) se condujo con un caudal másico de por término medio 0,580 kg/h a través de la tubería (7) al evaporador de capa fina (8). El evaporador de capa fina (8) se hizo funcionar a una presión de aproximadamente 2 mbar – 3 mbar, y una temperatura de aproximadamente 68°C – 78°C, conduciéndose los vapores desprendidos condensados a través de la tubería (9) al evaporador por circulación (5) con un caudal másico de por término medio 0,493 kg/h. El residuo obtenido de por término medio 0,087 kg/h fue expulsado de la instalación a través de la tubería (10).

El metacrilato de 2-hidroxietilo introducido en la instalación a través de la tubería (2) presentaba una pureza de aproximadamente 95,0%. El metacrilato de 2-hidroxietilo purificado mostraba una pureza de 99,1%. El rendimiento ascendió a 94,6%. La instalación no mostraba después de este ensayo de larga duración trazas de polímero formado.

Ejemplo 2

En una instalación representada en la Figura 1 se purificó metacrilato de hidroxipropilo en un ensayo de larga duración que fue llevado a cabo a lo largo de 15 días. El primer evaporador por circulación (1) se hizo funcionar con una presión de aproximadamente 2 mbar – 3 mbar, y una temperatura de aproximadamente 68°C – 78°C. La cantidad de aportación con la que el metacrilato de hidroxipropilo, obtenido a partir de una producción previamente llevada a cabo, fue introducido en la instalación a través de la tubería (2) ascendió por término medio a 1,486 kg/h. El caudal másico con el que los vapores desprendidos obtenidos a partir del primer evaporador por circulación (1) fueron extraídos de la instalación a través de la tubería (3) ascendió por término medio a 1,403 kg/h.

El residuo obtenido en el primer evaporador por circulación (1) se condujo con un caudal másico de por término medio 1,540 kg/h a través de la tubería (4) al segundo evaporador por circulación (5). El segundo evaporador por circulación (5) se hizo funcionar a una presión de aproximadamente 2 mbar – 3 mbar, y una temperatura de aproximadamente 70°C – 78°C, conduciéndose los vapores desprendidos condensados a través de la tubería (6) al primer evaporador por circulación (1) con un caudal másico de por término medio 1,475 kg/h.

El residuo obtenido en el segundo evaporador por circulación (5) se condujo con un caudal másico de por término medio 0,680 kg/h a través de la tubería (7) al evaporador de capa fina (8). El evaporador de capa fina (8) se hizo funcionar a una presión de aproximadamente 2 mbar – 3 mbar, y una temperatura de aproximadamente 72°C –

82°C, conduciéndose los vapores desprendidos condensados a través de la tubería (9) al evaporador por circulación (5) con un caudal másico de por término medio 0,615 kg/h. El residuo obtenido de por término medio 0,065 kg/h fue expulsado de la instalación a través de la tubería (10).

- 5 El metacrilato de hidroxipropilo introducido en la instalación a través de la tubería (2) presentaba una pureza de aproximadamente 95,8%. El metacrilato de hidroxipropilo purificado mostraba una pureza de 99,1% de producto diana. El rendimiento ascendió a 94,4%. La instalación no mostraba después de este ensayo de larga duración trazas de polímero formado.

10 Ejemplo 3

En una instalación representada en la Figura 1 se purificó acrilato de 2-hidroxietilo en un ensayo de larga duración que fue llevado a cabo a lo largo de 11 días. El primer evaporador por circulación (1) se hizo funcionar con una presión de aproximadamente 2 mbar – 3 mbar, y una temperatura de aproximadamente 58°C – 68°C. La cantidad de aportación con la que el acrilato de 2-hidroxietilo, obtenido a partir de una producción previamente llevada a cabo, fue introducido en la instalación a través de la tubería (2) ascendió por término medio a 1,330 kg/h. El caudal másico con el que los vapores desprendidos obtenidos a partir del primer evaporador por circulación (1) fueron extraídos de la instalación a través de la tubería (3) ascendió por término medio a 1,060 kg/h.

20 El residuo obtenido en el primer evaporador por circulación (1) se condujo con un caudal másico de por término medio 2,010 kg/h a través de la tubería (4) al segundo evaporador por circulación (5). El segundo evaporador por circulación (5) se hizo funcionar a una presión de aproximadamente 2 mbar – 3 mbar, y una temperatura de aproximadamente 60°C – 68°C, conduciéndose los vapores desprendidos condensados a través de la tubería (6) al primer evaporador por circulación (1) con un caudal másico de por término medio 1,740 kg/h.

25 El residuo obtenido en el segundo evaporador por circulación (5) se condujo con un caudal másico de por término medio 0,930 kg/h a través de la tubería (7) al evaporador de capa fina (8). El evaporador de capa fina (8) se hizo funcionar a una presión de aproximadamente 2 mbar – 3 mbar, y una temperatura de aproximadamente 62°C – 72°C, conduciéndose los vapores desprendidos condensados a través de la tubería (9) al evaporador por circulación (5) con un caudal másico de por término medio 0,660 kg/h. El residuo obtenido de por término medio 0,270 kg/h fue expulsado de la instalación a través de la tubería (10).

30 El acrilato de 2-hidroxietilo introducido en la instalación a través de la tubería (2) presentaba una pureza de aproximadamente 85,3%. El acrilato de 2-hidroxietilo purificado mostraba una pureza de 99,0% de producto diana. El rendimiento ascendió a 79,7%. La instalación no mostraba después de este ensayo de larga duración trazas de polímero formado.

Ejemplo Comparativo 1

40 En una instalación, consistente en un evaporador por circulación y una columna, se purificó metacrilato de 2-hidroxietilo en un ensayo de larga duración que fue llevado a cabo a lo largo de 14 días. La instalación se hizo funcionar con una presión de aproximadamente 2 mbar – 3 mbar y una temperatura de aproximadamente 65°C – 73°C. La cantidad de aportación con la que el metacrilato de 2-hidroxietilo, obtenido a partir de una producción previamente llevada a cabo, fue introducido en el centro de la columna ascendió por término medio a 1,605 kg/h. El caudal másico con el que los vapores desprendidos obtenidos fueron extraídos de la columna ascendió por término medio a 1,495 kg/h. El residuo obtenido de por término medio 0,110 kg/h fue expulsado de la instalación del evaporador por circulación.

50 El metacrilato de 2-hidroxietilo introducido en la instalación presentaba una pureza de aproximadamente 95,0%. El metacrilato de 2-hidroxietilo purificado mostraba una pureza de 98,5%. El rendimiento ascendió a 93,1%. La instalación no mostraba después de este ensayo de larga duración trazas considerables de polímero formado.

Ejemplo Comparativo 2

55 En una instalación, consistente en un evaporador por circulación y una columna, se purificó metacrilato de hidroxipropilo en un ensayo de larga duración que fue llevado a cabo a lo largo de 15 días. La instalación se hizo funcionar con una presión de aproximadamente 2 mbar – 3 mbar y una temperatura de aproximadamente 67°C – 79°C. La cantidad de aportación con la que el metacrilato de hidroxipropilo, obtenido a partir de una producción previamente llevada a cabo, fue introducido en el centro de la columna ascendió por término medio a 1,486 kg/h.

El caudal másico con el que los vapores desprendidos obtenidos fueron extraídos de la columna por la parte superior ascendió por término medio a 1,390 kg/h. El residuo obtenido de por término medio 0,096 kg/h fue expulsado de la instalación del evaporador por circulación.

- 5 El metacrilato de hidroxipropilo introducido en la instalación presentaba una pureza de aproximadamente 95,0%. El metacrilato de hidroxipropilo purificado mostraba una pureza de 98,7%. El rendimiento ascendió a 93,5%. La instalación no mostraba después de este ensayo de larga duración trazas considerables de polímero formado.

Ejemplo Comparativo 3

- 10 En una instalación, consistente en un evaporador por circulación y una columna, se purificó acrilato de 2-hidroxietilo en un ensayo de larga duración que fue llevado a cabo a lo largo de 8 días. La instalación se hizo funcionar con una presión de aproximadamente 2 mbar – 3 mbar y una temperatura de aproximadamente 56°C – 70°C. La cantidad de aportación con la que el acrilato de 2-hidroxietilo, obtenido a partir de una producción previamente llevada a cabo, fue introducido en el centro de la columna ascendió por término medio a 1,330 kg/h.
- 15 El caudal másico con el que los vapores desprendidos obtenidos fueron extraídos de la columna por la parte superior ascendió por término medio a 0,950 kg/h. El residuo obtenido de por término medio 0,380 kg/h fue expulsado de la instalación del evaporador por circulación.
- 20 El acrilato de 2-hidroxietilo introducido en la instalación presentaba una pureza de aproximadamente 85,3%. El acrilato de 2-hidroxietilo purificado mostraba una pureza de 98,5%. El rendimiento ascendió a 71,4%. La instalación hubo de desconectarse al cabo de 8 días, en virtud de cantidades considerables de polímero formado.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento para la purificación de compuestos insaturados, en el que la purificación se lleva a cabo en una instalación que presenta al menos dos evaporadores, y los evaporadores están unidos de modo que una parte del compuesto insaturado es conducida en circuito, aislándose los vapores desprendidos condensados en el primer evaporador e introduciéndose en el primer evaporador los vapores desprendidos condensados en el segundo evaporador, el cual se caracteriza porque el caudal másico con el que se aíslan de la mezcla a purificar los vapores desprendidos condensados en el primer evaporador es menor que el caudal másico con el que se introducen en el primer evaporador los vapores desprendidos condensados del segundo evaporador.
- 10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto insaturado es un éster glicólico.
- 15 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el éster glicólico es un (met)acrilato de hidroxialquilo.
- 20 4.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la relación del caudal másico con el que son aislados de la mezcla a purificar los vapores desprendidos condensados en el primer evaporador al caudal másico con el que son introducidos en el primer evaporador los vapores desprendidos condensados procedentes del segundo evaporador se encuentra en el intervalo de 0,4 a 1,5.
- 25 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la relación del caudal másico con el que son aislados de la mezcla a purificar los vapores desprendidos condensados en el primer evaporador al caudal másico con el que son introducidos en el primer evaporador los vapores desprendidos condensados procedentes del segundo evaporador se encuentra en el intervalo de 0,5 a 0,8.
- 30 6.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la instalación presenta al menos tres evaporadores, formándose un circuito entre el primer y el segundo evaporador y formándose un circuito entre el segundo y el tercer evaporador.
- 35 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la relación del caudal másico con el que son introducidos en el primer evaporador los vapores desprendidos condensados procedentes del segundo evaporador al caudal másico con el que son introducidos en el segundo evaporador los vapores desprendidos condensados del tercer evaporador se encuentra en el intervalo de 0,75 a 35.
- 40 8.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque al menos una parte de la mezcla a purificar es introducida primeramente en el primer evaporador.
- 45 9.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque al menos una parte de la mezcla a purificar es introducida primeramente en el segundo evaporador.
- 50 10.- Procedimiento según la reivindicación 8 ó 9, caracterizado porque al menos una parte de la mezcla a purificar se introduce primeramente en el primer evaporador y otra parte de la mezcla a purificar se introduce primeramente en el segundo evaporador.
- 55 11.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la relación cuantitativa de la parte de la mezcla a purificar introducida en el primer evaporador a la parte de la mezcla a purificar introducida en el segundo evaporador se encuentra en el intervalo de 9:1 a 0,1:1.
- 12.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el primer evaporador es un evaporador por circulación.
- 13.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el segundo evaporador es un evaporador por circulación.
- 14.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el primer y/o segundo evaporador es un evaporador de circulación forzada.
- 15.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el primer y/o

segundo evaporador es un evaporador de circulación natural.

16.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el tercer evaporador es un evaporador de capa fina.

5 17.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el precursor se transfiere a la fase gaseosa a una presión en el intervalo de 0,1 mbar a 20 mbar.

10 18.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el compuesto insaturado se transfiere a la fase gaseosa a una temperatura en el intervalo de 40°C a 120°C.

19.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque el factor de carga de gas se encuentra en el intervalo de 0,8 a 3,0 Pa^{0,5}.

15 20.- Instalación para llevar a cabo el procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 19, caracterizada porque la instalación presenta al menos tres evaporadores que están unidos entre sí de modo que el residuo del primer evaporador que permanece en la fase líquida puede ser introducido en el segundo evaporador, los vapores desprendidos condensados del segundo evaporador pueden ser introducidos en el primer evaporador y el residuo que permanece en la fase líquida del segundo evaporador puede ser introducido en el tercer evaporador, y los vapores desprendidos condensados del tercer evaporador pueden ser introducidos en el segundo evaporador.

20 21.- Instalación según la reivindicación 20, caracterizada porque la instalación presenta al menos dos evaporadores por circulación y un evaporador de capa fina.

25 22.- Instalación según la reivindicación 20 ó 21, caracterizada porque la instalación presenta al menos tres columnas.

30 23.- Instalación según la reivindicación 21, caracterizada porque la columna presenta, a un factor F en el intervalo de 0,8 a 3,0 Pa^{0,5}, preferiblemente en el intervalo de 1,5 a 2,0 Pa^{0,5}, una caída de presión en el intervalo de 0,5 a 10 Pa^{0,5}, preferiblemente en el intervalo de 1 a 5 mbar.

24.- Instalación según la reivindicación 21 ó 22, caracterizada porque la columna presenta un separador de gotitas (separador de partículas).

