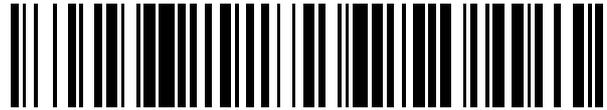


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 410 584**

51 Int. Cl.:

**C07C 51/44** (2006.01)  
**C07C 57/05** (2006.01)  
**C07C 69/54** (2006.01)  
**C07C 67/08** (2006.01)  
**C07C 51/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.11.2004 E 04799577 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.03.2013 EP 1731496**

54 Título: **Método para producir derivado de ácido (met)acrílico**

30 Prioridad:

**01.04.2004 JP 2004109322**

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

**02.07.2013**

73 Titular/es:

**MITSUBISHI CHEMICAL CORPORATION  
(100.0%)  
1-1, Marunouchi 1-chome, Chiyoda-ku  
Tokyo 100-8251, JP**

72 Inventor/es:

**OGAWA, YASUSHI;  
YADA, SHUHEI;  
SUZUKI, YOSHIRO;  
TAKASAKI, KENJI y  
HASEGAWA, YUKIHIRO**

74 Agente/Representante:

**FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás**

**ES 2 410 584 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Método para producir derivado de ácido (met)acrílico.

**Campo técnico**

5 La presente invención se refiere a un método para producir un derivado de ácido (met)acrílico. La presente invención se refiere más específicamente a un método para usar una disolución acuosa de ácido (met)acrílico a una baja concentración formada en una etapa de producción o un procedimiento de almacenamiento de ácido (met)acrílico, como material para la producción de un derivado de ácido (met)acrílico (a continuación en el presente documento, también puede denominarse simplemente "derivado") sin purificación adicional como ácido (met)acrílico.

**Antecedentes de la técnica**

10 Un gas que contiene ácido (met)acrílico obtenido a través de la oxidación catalítica en fase de vapor de propano, propileno, isobuteno o (met)acroleína se recoge en agua o en un disolvente de alto punto de ebullición, para formar de ese modo una disolución de ácido (met)acrílico. La disolución de ácido (met)acrílico se somete entonces a una etapa de purificación posterior que implica extracción, difusión, destilación y cristalización, para purificar de ese modo el ácido (met)acrílico.

15 Cuando está implicada una vaporización de ácido (met)acrílico, tal como en destilación, en la etapa purificación, se realiza una operación a presión reducida. Esto se debe a que la presión reducida disminuye la temperatura operativa para suprimir la polimerización de ácido (met)acrílico. Además de una operación de reducción de presión, puede suministrarse aire o un gas mixto de aire y nitrógeno (a continuación en el presente documento, puede también denominarse "gas mixto") en un sistema para suprimir la polimerización.

20 El aire o el gas mixto suministrado se guía hasta un dispositivo de vacío usado para reducir la presión junto con un vapor de ácido (met)acrílico. Cuando se usa un eyector de vapor de agua como dispositivo de vacío, se atrapa ácido (met)acrílico en agua condensada de un vapor de agua descargado del eyector. Cuando se usa una bomba de vacío, se atrapa ácido (met)acrílico en un agua de sellado de la misma.

25 Un ejemplo de una técnica de recirculación de la disolución acuosa así obtenida de ácido (met)acrílico incluye un método para hacer circular la disolución acuosa hasta una etapa de recogida de recoger en el agua o el disolvente de alto punto de ebullición mencionados anteriormente, ácido (met)acrílico en bruto formado en la producción de ácido (met)acrílico o hasta una etapa de purificación posterior (véase el documento JP 2000-351749 A, por ejemplo). Sin embargo, en el método, se hace circular un gran volumen de agua junto con ácido (met)acrílico, y por tanto, aumenta adicionalmente al menos la energía requerida para la purificación de ácido (met)acrílico a partir de la  
30 disolución acuosa.

Se suministra aire o el gas mixto a ácido (met)acrílico almacenado en un tanque para impedir la polimerización. Se descarga el gas suministrado del tanque como gas de ventilación junto con un vapor de ácido (met)acrílico. El ácido (met)acrílico tiene un fuerte olor, y por tanto se guía habitualmente hasta una columna de desodorización y se atrapa  
35 en agua o una disolución acuosa de sosa cáustica (véase "Safety guidelines for handling acrylic acid and acrylates" (Orientaciones de seguridad para la manipulación de ácido acrílico y acrilatos), 5ª edición, Japan Acrylate Industry Association, 1997, por ejemplo). La disolución acuosa así obtenida de ácido (met)acrílico se ha tratado hasta ahora como aguas residuales. Por tanto, el tratamiento de la disolución acuosa de ácido (met)acrílico ha implicado una pérdida de ácido (met)acrílico y un aumento en la carga de tratamiento de aguas residuales.

40 Mientras tanto, el documento JP 2000-351749 A da a conocer un método para introducir directamente un gas de ventilación que contiene ácido (met)acrílico en la etapa de recogida. Sin embargo, el ácido (met)acrílico se produce habitualmente a través de un procedimiento continuo, y el volumen del gas de ventilación generado desde el tanque varía dependo de que reciba o descargue ácido (met)acrílico. El método puede convertirse en un factor variable de una operación en un procedimiento continuo, y por tanto no se prefiere.

45 Además, un gas de ventilación procedente del tanque no puede recircularse mientras que el procedimiento de producción de ácido (met)acrílico está detenido, y el gas de ventilación procedente del tanque debe tratarse por separado.

El documento EP 1 382 592 se refiere a un método para la producción de ácido acrílico, que comprende (i) una etapa para introducir un inhibidor de la polimerización en una fase distinta a una fase para suministrar una materia prima y una fase para suministrar un reflujo de dicha columna de destilación o (ii) una etapa para suministrar el ácido  
50 acrílico recuperado mediante descomposición térmica de dicho oligómero a dicha fase para deshidratación. Se dice que el método logra una utilización eficaz de ácido acrílico y exalta la eficacia de producción usando ácido (met)acrílico como materia prima.

El documento WO 99/00354 describe la preparación de un derivado de ácido (met)acrílico a partir de una disolución que contiene ácido (met)acrílico, que se obtiene recogiendo los productos gaseosos de la oxidación de  
55 (met)acroleína en agua o condensándolos directamente.

**Descripción de la invención**

La presente invención se ha realizado con vistas a resolver los problemas anteriores, y un objeto de la presente invención es, por tanto, proporcionar un método para usar de manera eficaz una disolución acuosa de ácido (met)acrílico a una baja concentración formada en una etapa de producción/almacenamiento de ácido (met)acrílico.

5 Los inventores de la presente invención han confirmado que concentraciones de impurezas en una disolución acuosa de ácido (met)acrílico inferiores al 20% en masa formadas mediante atrapamiento en agua de ácido (met)acrílico vaporizado en aire o en el gas mixto en una etapa de producción/almacenamiento de ácido (met)acrílico son sustancialmente menores de las del ácido (met)acrílico.

10 Los inventores de la presente invención han realizado estudios intensivos basados en ese hecho, y han encontrado que puede usarse el ácido (met)acrílico en la disolución acuosa como materia prima para el derivado sin desecharlo ni hacerlo circular hasta una etapa de purificación, es decir, purificar el ácido (met)acrílico a partir de la disolución acuosa de ácido (met)acrílico, y que el enfriamiento de la disolución acuosa es eficaz para el uso de la disolución acuosa. Por tanto, los inventores de la presente invención han completado la presente invención.

15 La presente invención proporciona, por tanto, un método para producir un derivado de ácido (met)acrílico seleccionado de (met)acrilato o un producto polimerizado de ácido (met)acrílico,

comprendiendo el método usar como materia prima una disolución acuosa de ácido (met)acrílico sin purificación adicional;

20 en el que la disolución se forma mediante uno o ambos de: un dispositivo que reduce la presión de un gas que comprende ácido (met)acrílico en la producción de ácido (met)acrílico; y un dispositivo que recoge ácido (met)acrílico a partir de un gas que comprende ácido (met)acrílico,

en el que la disolución acuosa de ácido (met)acrílico comprende al menos uno seleccionado de los siguientes:

(1) un agua condensada de un vapor usado para un eyector de vapor de agua;

(2) un agua de sellado de una bomba de vacío; y

25 (3) un agua usada para recoger ácido (met)acrílico en un dispositivo de desodorización para recoger ácido (met)acrílico a partir de un gas para desodorizar el gas; y

en el que la disolución acuosa de ácido (met)acrílico y el ácido (met)acrílico purificado se usan como materias primas.

30 En otro aspecto, la presente invención se refiere al uso de al menos uno seleccionado de los siguientes como materia prima para la producción de un derivado de ácido (met)acrílico seleccionado de (met)acrilato o un producto polimerizado de ácido (met)acrílico:

(1) un agua condensada de un vapor usado para un eyector de vapor de agua, que se usa en la producción de ácido (met)acrílico;

(2) un agua de sellado de una bomba de vacío, que se usa en la producción de ácido (met)acrílico; y

35 (3) un agua usada para recoger ácido (met)acrílico en un dispositivo de desodorización para recoger ácido (met)acrílico a partir de un gas para desodorizar el gas;

en el que la disolución acuosa de ácido (met)acrílico se usa sin purificación adicional; y

en el que la disolución acuosa de ácido (met)acrílico se combina con el ácido (met)acrílico purificado.

**Mejor modo para llevar a cabo la invención**

40 En la presente invención, se produce un derivado de ácido (met)acrílico seleccionado de (met)acrilato o un producto polimerizado de ácido (met)acrílico usando como materia prima una disolución acuosa de ácido (met)acrílico tal como se definió anteriormente. El término "ácido (met)acrílico" se refiere a ácido acrílico o ácido metacrílico. Además, la expresión "una disolución acuosa de ácido (met)acrílico" se refiere a una disolución acuosa de ácido (met)acrílico formada mediante atrapamiento en agua de ácido (met)acrílico vaporizado junto con aire o un gas mixto de aire y nitrógeno usado en una etapa de producción y almacenamiento de ácido (met)acrílico.

45 Puede usarse un dispositivo conocido para reducir la presión de un gas para el dispositivo que reduce la presión de un gas. Los ejemplos del mismo incluyen: una bomba de vacío cinética tal como un eyector de vapor de agua que implica transporte de gas mediante un efecto de arrastre de un fluido de trabajo (vapor de agua) que se insufla a alta velocidad; y una bomba de anillo líquido tal como una bomba de vacío normal que implica el sellado de un líquido (agua) descargando aire en una carcasa.

Los ejemplos de la disolución acuosa de ácido (met)acrílico formada mediante el dispositivo que reduce la presión de un gas incluyen: un agua condensada de un vapor usado para un eyector de vapor de agua; y un agua de sellado de una bomba de vacío.

5 Puede usarse un dispositivo conocido para recoger un componente predeterminado en un gas para el dispositivo que recoge ácido (met)acrílico. Un ejemplo del mismo incluye un dispositivo de desodorización para recoger en agua ácido (met)acrílico a partir de un gas para desodorizar el gas tal como una columna de relleno, una columna de platos, una columna de pulverización y un depurador.

Un ejemplo de la disolución acuosa de ácido (met)acrílico formada en el dispositivo de desodorización incluye un agua usada para recoger ácido (met)acrílico en el dispositivo de desodorización.

10 La disolución acuosa de ácido (met)acrílico mencionada anteriormente puede usarse sola o puede usarse como una mezcla de una pluralidad de las mismas.

15 En la presente invención, el contenido de ácido (met)acrílico en la disolución acuosa de ácido (met)acrílico no está particularmente limitado, sino que es preferiblemente inferior al 20% en masa desde un punto de vista de impedir la aparición de polimerización de ácido (met)acrílico en la disolución acuosa. Puede ajustarse el contenido mediante mezclado de la disolución acuosa de ácido (met)acrílico mencionada anteriormente o dilución con agua.

En la presente invención, se usa preferiblemente un tubo inoxidable como tubo para hacer pasar la disolución acuosa de ácido (met)acrílico desde el punto de vista de impedir la formación de herrumbre en la disolución acuosa de ácido (met)acrílico.

20 En la presente invención, se conciben preferiblemente medidas para suprimir la aparición de polimerización desde el punto de vista de impedir la polimerización de ácido (met)acrílico en la disolución acuosa de ácido (met)acrílico. Los ejemplos de las medidas que pueden emplearse en la presente invención incluyen un método para suministrar un inhibidor de la polimerización al dispositivo que reduce la presión de un gas tal como se describe en el documento JP 2000-344711 A y un método para enfriar la disolución acuosa de ácido (met)acrílico.

25 El método para suministrar un inhibidor de la polimerización tal como se describe en el boletín es eficaz para impedir la polimerización de ácido (met)acrílico solo. Sin embargo, el método no es eficaz para impedir la formación de un dímero de ácido acrílico a través de una reacción de dimerización de ácido acrílico o la formación de ácido hidroxipropiónico o ácido hidroxibutanoico a través de la adición de agua a ácido (met)acrílico, y pueden aumentar las concentraciones de las impurezas.

30 El método para enfriar la disolución acuosa de ácido (met)acrílico se prefiere desde los puntos de vista de impedir la aparición de polimerización de ácido (met)acrílico en la disolución acuosa y suprimir la formación o el aumento de las impurezas mencionadas anteriormente. Además, el método para enfriar la disolución acuosa de ácido (met)acrílico se prefiere desde el punto de vista de impedir la aparición de polimerización de ácido (met)acrílico en la disolución acuosa en caso de producción de polímeros superabsorbentes o similares en el que se inhibe una reacción en la siguiente producción de un derivado por el inhibidor de la polimerización.

35 En la presente invención, la temperatura de la disolución acuosa de ácido (met)acrílico no está limitada particularmente, pero es preferiblemente menor que 40°C. Puede ajustarse la temperatura mediante enfriamiento indirecto o calentamiento indirecto con un intercambiador de calor, enfriamiento mediante suministro de agua, o similar.

40 A continuación en el presente documento, se describirá en más detalle la disolución acuosa de ácido (met)acrílico formada por cada dispositivo.

<Eyector de vapor de agua>

45 En el eyector de vapor de agua usado para reducir la presión de una columna de destilación o evaporador instantáneo usado para la vaporización de un líquido, se descarga un vapor usado para reducir la presión junto con aire o el gas mixto aspirado, y ácido (met)acrílico. El vapor descargado del eyector se enfría habitualmente con el fin de condensación sola, y por tanto, la temperatura del agua condensada es de aproximadamente 45 a 55°C. Para suprimir la polimerización de ácido (met)acrílico en la disolución acuosa de ácido (met)acrílico y el aumento de las impurezas, es eficaz ajustar la temperatura de la disolución acuosa a menos de 40°C.

<Bomba de vacío>

50 En un agua de sellado usada para la bomba de vacío, se atrapa ácido (met)acrílico que se arrastra con el aire o el gas mixto aspirado. Una alta concentración de ácido (met)acrílico en el agua produce fácilmente polimerización, y por tanto, el agua de sellado se suministra preferiblemente de manera suficiente. La concentración de ácido (met)acrílico en el agua es preferiblemente inferior al 20% en masa, más preferiblemente inferior al 10% en masa. La temperatura del agua se mantiene preferiblemente menor que 40°C para suprimir la polimerización y la formación de impurezas como en el caso del agua condensada del eyector.

## &lt;Dispositivo de desodorización&gt;

Se descarga del tanque el aire o el gas mixto suministrado a un tanque de almacenamiento para ácido (met)acrílico como gas de ventilación que contiene un vapor de ácido (met)acrílico. El gas de ventilación se guía entonces hacia el dispositivo de desodorización, y se atrapa en agua el ácido (met)acrílico en el gas en el dispositivo. Para impedir la fuga del gas de ventilación a la atmósfera antes de que se atrape el ácido (met)acrílico, puede atraparse en agua de manera forzada el ácido (met)acrílico en el gas de ventilación mediante un depurador o similar y esta agua puede suministrarse al dispositivo de desodorización. Para suprimir la polimerización y la formación de impurezas, y para reducir sustancialmente la concentración de ácido (met)acrílico no atrapado, la concentración de ácido (met)acrílico en el agua usada para el atrapamiento es preferiblemente inferior al 10% en masa y la temperatura del agua es preferiblemente menor que 40°C.

En la etapa de producción de ácido (met)acrílico, cuando se usa una bomba de vacío de tipo seco que no requiere agua para el funcionamiento de la bomba, se condensa parte del ácido (met)acrílico y se licua en una salida de la bomba. Sin embargo, el ácido (met)acrílico restante se incluye como gas en un gas de escape. Se atrapa el ácido (met)acrílico en el gas de escape de la misma manera que el gas de ventilación procedente del tanque de almacenamiento. El ácido (met)acrílico licuado está en una alta concentración, y por tanto se polimeriza fácilmente. Por tanto, puede suministrarse un disolvente tal como agua, preferiblemente un disolvente que contiene un inhibidor de la polimerización a la salida de la bomba o similar. En este caso, se atrapa el ácido (met)acrílico en el disolvente suministrado a la salida de la bomba, para formar de ese modo una disolución de ácido (met)acrílico (principalmente, disolución acuosa). La disolución de ácido (met)acrílico así obtenida también puede ser un objeto de la presente invención.

La disolución acuosa de ácido (met)acrílico obtenida a través del método mencionado anteriormente puede suministrarse directamente a una etapa para producir el derivado, o puede almacenarse en un tambor o tanque una vez. La temperatura de la disolución acuosa durante el almacenamiento es preferiblemente menor que 40°C, más preferiblemente menor que 30°C. La temperatura de la disolución acuosa de ácido (met)acrílico durante el almacenamiento no está limitada particularmente siempre que la disolución acuosa de ácido (met)acrílico pueda mantener un estado líquido, y se determina dependiendo del punto de congelación de la disolución acuosa de ácido (met)acrílico. El punto de congelación de la disolución acuosa de ácido (met)acrílico se determina dependiendo del contenido de agua en la disolución acuosa de ácido (met)acrílico. Por ejemplo, el punto de congelación de la disolución acuosa de ácido acrílico es de 5,5°C cuando el contenido en agua es del 5% en masa y de -10,3°C cuando el contenido en agua es del 30% en masa.

En la presente invención, al menos un filtro está previsto preferiblemente en una posición en la que la disolución acuosa de ácido (met)acrílico se suministra desde el dispositivo que atrapa el ácido (met)acrílico en el gas en agua a un dispositivo para producir el derivado desde el punto de vista de eliminar los productos polimerizados, las impurezas y los productos sólidos tales como herrumbre en la disolución acuosa de ácido (met)acrílico. El filtro que va a usarse no está limitado particularmente, y puede usarse una tela metálica o una membrana de fibra hueca de resina como filtro, por ejemplo. El filtro se usa preferiblemente en un modo que permite el cambio o el lavado del filtro sin detener la operación del procedimiento. Un ejemplo específico del modo es uno cualquiera de: un modo que tiene un conducto de derivación; un modo en el que está prevista una pluralidad de filtros en paralelo; y un modo que tiene un conducto para lavado.

En la presente invención, se mide preferiblemente la concentración de ácido (met)acrílico en la disolución acuosa de ácido (met)acrílico antes de que se suministre la disolución acuosa de ácido (met)acrílico a la etapa para producir el derivado. Un método para medir la concentración no está limitado particularmente, pero es eficaz el uso de valoración de neutralización o cromatografía de gases. La medición de la concentración también puede realizarse automáticamente en línea.

En la presente invención, se produce el derivado de ácido (met)acrílico usando la disolución acuosa de ácido (met)acrílico como materia prima. El derivado que va a producirse se selecciona de (met)acrilato y un producto polimerizado tal como un homopolímero o un copolímero que comprende ácido (met)acrílico como monómero.

Se combina la disolución acuosa de ácido (met)acrílico con ácido (met)acrílico no en la disolución acuosa de ácido (met)acrílico o una composición que contiene el mismo tal como ácido (met)acrílico purificado y ácido (met)acrílico procedente de otra planta. La disolución acuosa puede suministrarse al dispositivo para producir el derivado desde 1 posición de suministro o desde 2 o más posiciones de suministro. Cuando se combina el ácido (met)acrílico purificado, la posición de suministro de la disolución acuosa de ácido (met)acrílico y la posición de suministro del ácido (met)acrílico purificado pueden ser iguales o diferentes entre sí.

Tal como se describió anteriormente, la disolución acuosa de ácido (met)acrílico obtenida a partir de la etapa de producción y/o la etapa de almacenamiento de ácido (met)acrílico se suministra a la etapa para producir el derivado, para permitir de ese modo la reducción en la pérdida de ácido (met)acrílico y la reducción en volumen de tratamiento de aguas residuales incluso cuando se detiene la producción de ácido (met)acrílico.

## Ejemplos

A continuación en el presente documento, se describirá la presente invención en más detalle basándose en los ejemplos, pero la presente invención no se limita a los mismos.

<Preparación de disolución acuosa de ácido acrílico>

5 Se obtuvo una disolución acuosa de ácido acrílico usada en los presentes ejemplos a través del siguiente procedimiento.

Se obtuvo la disolución acuosa de ácido acrílico usada en los presentes ejemplos durante la purificación a través de destilación del ácido acrílico producido a través de una reacción catalítica en fase de vapor y durante el almacenamiento de ácido acrílico purificado. Un dispositivo usado para la purificación a través de destilación de ácido acrílico comprende: una columna de destilación; un condensador para enfriar un vapor de ácido acrílico destilado desde la columna de destilación; un tanque de reflujo para alojar el ácido acrílico condensado en el condensador; un condensador de gas de ventilación para enfriar adicionalmente un componente gaseoso en el tanque de reflujo; y un eyector de vapor de agua para llevar una atmósfera de destilación a presión reducida.

10 Se conecta una bomba al tanque de reflujo, y se conecta a la bomba un tubo conectado a la parte superior de la columna de destilación. Otro tubo se ramifica desde este tubo. Se devuelve parte del ácido acrílico alojado en el tanque de reflujo a la columna de destilación, y se aloja parte del mismo como ácido acrílico purificado en un tanque para almacenamiento.

Mientras tanto, se suministraron un gas de ventilación descargado del eyector de vapor de agua y un gas en el tanque a un dispositivo de desodorización dotado de: un recipiente para alojar agua; y un tubo de introducción para introducir el gas en el agua alojada en el recipiente. En el dispositivo de desodorización, se extrae una disolución acuosa y se suministra agua, para ajustar de ese modo la concentración de ácido acrílico en la disolución acuosa en el recipiente dentro de un intervalo predeterminado.

20 Se preparó una disolución acuosa de ácido acrílico que tenía una concentración de ácido acrílico del 3% en masa mediante: recoger un líquido condensado de un vapor de agua usado para reducir la presión de la atmósfera de destilación en el eyector de vapor de agua; mezclar la disolución acuosa extraída del dispositivo de desodorización; y añadir adicionalmente agua según se requiera.

<Ejemplo 1>

Se produjo acrilato usando la disolución acuosa de ácido acrílico preparada y ácido acrílico purificado como materias primas. Se describe a continuación la constitución de un dispositivo de producción usado para la producción de acrilato.

El dispositivo de producción para producir acrilato está dotado de: un reactor; una columna de destilación conectada a la parte superior del reactor; un condensador para enfriar un vapor de mezcla azeotrópica destilada desde la columna de destilación; un tanque de separación para alojar la mezcla azeotrópica condensada en el condensador y separar la mezcla en una fase acuosa y una fase de aceite; un conducto de circulación de líquido de reacción para extraer un líquido en el reactor del reactor y suministrar el líquido a la columna de destilación; y un primer conducto de extracción para extraer parte del líquido en el conducto de circulación de líquido de reacción.

El tanque de separación comprende: un conducto de extracción de fase acuosa; y un conducto de reflujo para una fase de aceite para devolver la fase de aceite separada en el tanque de separación a la columna de destilación. Un segundo conducto de extracción que se ramifica desde el conducto de reflujo para una fase de aceite se conecta al conducto de reflujo para una fase de aceite, y se usa según se requiera.

Se disolvieron 3.000 kg de ácido acrílico purificado, 4.036 kg de alcohol n-butílico, 1,4 kg de hidroquinona como inhibidor de la polimerización y 70 kg de ácido p-toluenosulfónico como catalizador en 675 kg de una disolución acuosa al 3% en masa de ácido acrílico preparada por adelantado. Entonces, se suministró la disolución al reactor en el dispositivo de producción.

45 Mientras que se hacía circular el líquido de reacción que contenía las materias primas y los productos mediante el conducto de circulación de líquido de reacción, se continuó con la reacción. Se condensó un vapor destilado desde la parte superior de la columna de destilación en el condensador, y se alojó el líquido condensado obtenido en el tanque de separación.

La fase de aceite en el tanque de separación contenía parcialmente el acrilato de butilo formado. Sin embargo, la fase de aceite contenía mucho alcohol n-butílico que es una materia prima, y por tanto se suministró al reactor como parte de una materia prima para una reacción de esterificación en el reactor a través del conducto de reflujo para una fase de aceite, para mantener de ese modo un volumen constante de la fase de aceite en el tanque de separación. Mientras tanto, se extrajo de manera continua la fase acuosa en la columna de separación fuera del sistema de modo que se mantuviera un volumen de agua constante de la fase acuosa.

Se analizó el líquido de reacción mediante cromatografía de gases para observar la tasa de conversión de ácido acrílico. Cuando la tasa de conversión alcanzó el 99%, se detuvo el calentamiento. Se extrajo el líquido de reacción obtenido del primer conducto de extracción a través del conducto de circulación de líquido de reacción. Se lavó el líquido de reacción extraído con agua y una disolución acuosa de hidróxido de sodio, y se suministró entonces como acrilato de butilo en bruto a una etapa de destilación para purificación.

En la etapa de destilación, se destiló el acrilato de butilo en bruto, para obtener de ese modo acrilato de butilo purificado. Se realizó la determinación de la pureza del acrilato de butilo purificado obtenido o la determinación cuantitativa de las impurezas. El resultado reveló que el acrilato de butilo purificado tiene la misma calidad que la del acrilato de butilo obtenido a través de la reacción de esterificación usando ácido acrílico purificado para ácido acrílico como materia prima.

<Ejemplo 2>

Se mezclaron la disolución acuosa de ácido acrílico preparada, ácido acrílico purificado y agua, para preparar de ese modo una disolución acuosa de ácido acrílico que tenía una concentración del 75% en masa. Mientras que se enfriaba la disolución acuosa de ácido acrílico, se añadió una disolución acuosa al 25% en masa de hidróxido de sodio para neutralizar el 80% de ácido acrílico. Se añadieron diglicidil éter de etilenglicol (DENACOL EX810, disponible de Nagase ChemteX Corporation), hipofosfito de sodio monohidratado y persulfato de potasio a y se disolvieron en la disolución, para preparar de ese modo una disolución monomérica acuosa.

A la disolución monomérica acuosa así preparada, se añadieron octil fenil eterfosfato de polioxietileno (PLYSURF (una marca comercial de Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.) A210G, disponible de Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd., un grado de polimerización promedio del grupo oxietileno de aproximadamente 7) y ciclohexano, y se emulsionó la disolución monomérica acuosa a 15.000 revoluciones durante 3 minutos usando un emulsionante mecánico (Phycotron, fabricado por Nition Irika Kikai Seisakusyo Co., Ltd.), para preparar de ese modo un líquido monomérico emulsionado.

Se puso ciclohexano en un matraz de fondo redondo de cuatro bocas equipado con un agitador, un condensador de reflujo, un termómetro y un tubo de introducción de gas de nitrógeno. A lo resultante, se le añadió octil fenil eterfosfato de polioxietileno resultante (PLYSURF (una marca comercial de Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.) A210G, disponible de Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd., un grado de polimerización promedio del grupo oxietileno de aproximadamente 7), y se agitó la mezcla a 420 rpm para su dispersión. Tras sustituirse la atmósfera en el interior del matraz por nitrógeno, se calentó el matraz hasta 80°C para el reflujo de ciclohexano. Se añadió por goteo parte del líquido monomérico emulsionado al matraz. Tras completarse la adición por goteo, se dejó lo resultante en reposo durante 10 minutos a la misma temperatura, y se añadió por goteo el líquido monomérico emulsionado restante al mismo. Tras completarse la adición por goteo, se mantuvo lo resultante a 75°C durante 30 minutos y se deshidrató has que el contenido de agua en las partículas de resina formadas a través de destilación azeotrópica con ciclohexano alcanzó el 7%.

Tras completarse la deshidratación, se detuvo la agitación. Se separaron las partículas de resina en las que las partículas de resina sedimentaron en el fondo del matraz y el ciclohexano a través de decantación. Se calentaron las partículas de resina obtenidas hasta 90°C para eliminar el ciclohexano y la ligera cantidad de agua adherida en el mismo, para obtener de ese modo polímeros superabsorbentes.

Se midieron propiedades de los polímeros superabsorbentes tales como capacidad de absorción de agua, tasa de absorción a presión, tamaño de partícula promedio, densidad aparente y capacidad de fijación de los polímeros absorbentes. Los resultados confirmaron que los polímeros superabsorbentes tienen las mismas propiedades que las de polímeros superabsorbentes producidos de manera similar usando el ácido acrílico purificado solo.

#### **Aplicabilidad industrial**

Según la presente invención, pueden reducirse la pérdida de ácido (met)acrílico en la etapa de producción y/o etapa de almacenamiento de ácido (met)acrílico y el volumen de tratamiento de aguas residuales.

**REIVINDICACIONES**

1. Método para producir un derivado de ácido (met)acrílico seleccionado de (met)acrilato o un producto polimerizado de ácido (met)acrílico,
- 5 comprendiendo el método usar como materia prima una disolución acuosa de ácido (met)acrílico sin purificación adicional;
- en el que la disolución se forma mediante uno o ambos de: un dispositivo que reduce la presión de un gas que comprende ácido (met)acrílico en la producción de ácido (met)acrílico; y un dispositivo que recoge ácido (met)acrílico a partir de un gas que comprende ácido (met)acrílico,
- 10 en el que la disolución acuosa de ácido (met)acrílico comprende al menos uno seleccionado de los siguientes:
- (1) un agua condensada de un vapor usado para un eyector de vapor de agua;
- (2) un agua de sellado de una bomba de vacío; y
- (3) un agua usada para recoger ácido (met)acrílico en un dispositivo de desodorización para recoger ácido (met)acrílico a partir de un gas para desodorizar el gas; y
- 15 en el que la disolución acuosa de ácido (met)acrílico y el ácido (met)acrílico purificado se usan como materias primas.
2. Método para producir un derivado de ácido (met)acrílico según la reivindicación 1, en el que la disolución acuosa de ácido (met)acrílico tiene un contenido de ácido (met)acrílico inferior al 20% en masa.
3. Método para producir un derivado de ácido (met)acrílico según la reivindicación 1 ó 2, en el que al menos uno seleccionado del grupo que consiste en: el agua condensada de un vapor usado para un eyector de vapor de agua, el agua de sellado de una bomba de vacío y el agua usada para recoger ácido (met)acrílico en el dispositivo de desodorización; se enfría hasta menos de 40°C, o se diluye con agua, o se somete a las operaciones tanto de enfriamiento como de dilución para usarse como materia prima.
- 20
4. Uso de al menos uno seleccionado de los siguientes como materia prima para la producción de un derivado de ácido (met)acrílico seleccionado de (met)acrilato o un producto polimerizado de ácido (met)acrílico:
- 25 (1) un agua condensada de un vapor usado para un eyector de vapor de agua, que se usa en la producción de ácido (met)acrílico;
- (2) un agua de sellado de una bomba de vacío, que se usa en la producción de ácido (met)acrílico; y
- (3) un agua usada para recoger ácido (met)acrílico en un dispositivo de desodorización para recoger ácido (met)acrílico a partir de un gas para desodorizar el gas;
- 30 en el que la disolución acuosa de ácido (met)acrílico se usa sin purificación adicional; y
- en el que la disolución acuosa de ácido (met)acrílico se combina con el ácido (met)acrílico purificado.
5. Uso según la reivindicación 4, en el que la disolución acuosa de ácido (met)acrílico tiene un contenido de ácido (met)acrílico inferior al 20% en masa.
- 35 6. Uso según la reivindicación 4 ó 5, en el que al menos uno seleccionado del grupo que consiste en: el agua condensada de un vapor usado para un eyector de vapor de agua, el agua de sellado de una bomba de vacío y el agua usada para recoger ácido (met)acrílico en el dispositivo de desodorización; se enfría hasta menos de 40°C, o se diluye con agua, o se somete a las operaciones tanto de enfriamiento como de dilución para usarse como materia prima.