

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 470 567**

51 Int. Cl.:

C07C 231/14 (2006.01)

C07C 253/00 (2006.01)

C07C 231/06 (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 07820002 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.04.2014 EP 2099744**

54 Título: **Un tratamiento por destilación de cianhidrina de acetona y unos procedimientos para la preparación de ésteres de ácido metacrílico y de productos subsiguientes**

30 Prioridad:

14.12.2006 DE 102006059512

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

24.06.2014

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 2 470 567 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

Un tratamiento por destilación de cianhidrina de acetona y unos procedimientos para la preparación de ésteres de ácido metacrílico y de productos subsiguientes

5 El presente invento se refiere en general a un procedimiento para la preparación de cianhidrina de acetona, a un procedimiento para la preparación de un éster alquílico, a un procedimiento para la preparación de ácido metacrílico, a un dispositivo para la preparación de ésteres alquílicos de ácido metacrílico, a un procedimiento para la preparación de unos polímeros que se basan por lo menos parcialmente en unos ésteres alquílicos de ácido metacrílico, a la utilización de los ésteres alquílicos de ácido metacrílico, obtenibles a partir del procedimiento conforme al invento, en unos productos químicos, así como a los productos químicos que se basan en los ésteres alquílicos de ácido metacrílico, que son obtenibles según los procedimientos conformes al invento.

15 La cianhidrina de acetona es uno de los importantes componentes de partida en el caso de la preparación de ácido metacrílico y de ésteres alquílicos de ácido metacrílico. Estos dos tipos de compuestos son unos monómeros que tienen una gran importancia para una serie de materiales sintéticos de producción a gran escala y cuyo consumo, por medio del aumento creciente de la utilización de estos materiales sintéticos de producción a gran escala, crece constantemente, de modo que también el producto de partida, cianhidrina de acetona, se necesita en unas cantidades cada vez mayores. La cianhidrina de acetona se obtiene por ejemplo a partir de ácido cianhídrico y de acetona o también a partir de acetona y de sales de ácido cianhídrico.

20 Tradicionalmente, tal como se describe, entre otros documentos de patentes, en el de la República Democrática Alemana DD 273 058 A1, y en los de patentes de los EE.UU. US 4.130.580 o US 3.742.016, el tratamiento de la cianhidrina de acetona formada en la precedente reacción, se efectúa mediante una destilación realizada en dos o más etapas. La acetona resultante en el caso de este tratamiento se aporta de nuevo, por lo menos en parte, a la reacción para la formación de la cianhidrina de acetona, y la cianhidrina de acetona purificada se transforma ulteriormente en unos ésteres alquílicos de ácido metacrílico o respectivamente en el ácido metacrílico.

25 Por lo general, el presente invento se basó en la misión de eliminar, por lo menos en parte o incluso totalmente, las desventajas que se establecen a partir del estado de la técnica.

Además de ello, el presente invento se basó en la misión de proporcionar un procedimiento para la preparación de cianhidrina de acetona o respectivamente para la preparación de ácido metacrílico o para la preparación de unos ésteres alquílicos de ácido metacrílico, que ponga a disposición de una manera rentable y con unos altos rendimientos una cianhidrina de acetona que tenga una alta pureza.

30 Por lo demás, al invento se basó en la misión de poner a disposición una cianhidrina de acetona que sea adecuada lo mejor posible para las conversiones químicas ulteriores.

Además una misión conforme al invento consistió en poner a disposición un dispositivo con el que se pueda preparar de una manera rentable y con unos buenos rendimientos una cianhidrina de acetona. que tenga una alta pureza

35 Una contribución a la resolución de por lo menos una de las precedentes misiones la ofrecen los objetos de las reivindicaciones que forman unas categorías, constituyendo las reivindicaciones secundarias unas formas preferidas de realización del presente invento.

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

- 40 A. poner en contacto acetona y ácido cianhídrico en un reactor para dar una mezcla de reacción, circulando la mezcla de reacción y obteniéndose una cianhidrina de acetona,
- B. enfriar por lo menos una parte de la mezcla de reacción, de manera preferida por circulación a través de una zona de enfriamiento de un dispositivo enfriador, conteniendo el dispositivo enfriador un elemento de enfriamiento o por lo menos dos elementos de enfriamiento;
- 45 C. retirar desde el reactor por lo menos una parte de la cianhidrina de acetona producida;
- D. destilar continuamente la cianhidrina de acetona retirada, mediando obtención de un producto de colas con cianhidrina de acetona y de un producto de cabezas con acetona, en una columna de destilación;
- E. devolver por lo menos una parte, de manera preferida por lo menos un 20 % en peso, de manera más preferida por lo menos un 50 % en peso, y de manera especialmente preferida por lo menos un 80 % en peso del producto de cabezas con acetona a la etapa A.,

50 siendo el producto de cabezas con acetona mantenido, preferiblemente enfriado, durante la devolución, a menos que 60 °C, de manera preferida a menos que 50 °C, de manera más preferida a menos que 40 °C y de manera especialmente preferida a menos que 35 °C así como de manera aun más preferida a menos que 30 °C y de manera todavía más preferida a menos que 20 °C o a menos que 10 °C,. Las temperaturas precedentes se generan de

manera preferida por enfriamiento. Por debajo del punto de fusión, con frecuencia 1 °C o más, éste no se efectúa por regla general.

5 La puesta en contacto de acetona y ácido cianhídrico puede efectuarse en cualquier reactor que sea conocido por un experto en la especialidad y apropiado para esta finalidad. Es especialmente preferida la realización en un reactor equipado con un elemento de enfriamiento, que trabaja de manera preferida de un modo continuo. Dentro de este concepto entran en particular unos reactores de bucle que tienen un elemento de enfriamiento o bien integrado en el bucle o como una derivación. La mezcla de reacción se puede hacer circular de cualquier manera que sea conocida por un experto en la especialidad y que aparezca como apropiada. Esto puede efectuarse, por una parte, mediante el recurso de que se emplean unos correspondientes mecanismos de agitación. Por lo demás, existe la posibilidad de que la circulación se efectúe mediante la conducción de la mezcla de reacción en un bucle de reactor, en el que la mezcla de reacción es conducida en circuito. Estas medidas técnicas sirven para que la mezcla de reacción tenga un período de tiempo de permanencia en el reactor que sea lo suficientemente largo para que la reacción de acetona y ácido cianhídrico o respectivamente de acetona y unas sales de ácido cianhídrico se efectúe de una manera correspondientemente completa.

15 La retirada de por lo menos una parte de la cianhidrina de acetona a partir del reactor se efectúa usualmente después de que la mezcla de reacción, con la cianhidrina de acetona formada a partir de ella, haya circulado a través del dispositivo enfriador. En este caso puede ser ventajoso añadir uno o varios agentes estabilizadores, de manera preferida ácido sulfúrico. La cantidad de la cianhidrina de acetona que se ha de retirar se ajusta al grado de conversión de los eductos (productos de partida) contenidos en la mezcla de reacción, en cianhidrina de acetona, efectuándose la retirada con unos grados de conversión lo más altos que sean posibles.

25 Por el concepto de la destilación "continua" de la etapa D. se entiende conforme al invento el hecho de que la destilación no se efectúa en porciones sino, en lo posible, con poca o incluso ninguna interrupción durante un período de tiempo más largo. Este período de tiempo puede ser de por lo menos un día, de manera preferida de por lo menos 7 días y de manera especialmente preferida de por lo menos un mes. Por lo general, la destilación se interrumpe solamente cuando, por una parte, la reacción en el reactor o la destilación en la columna tenga que ser interrumpida por trabajos de limpieza, purificación y conservación o mediante una terminación de la producción. Junto con la destilación continua en la etapa D. puede ser ventajoso por lo demás conforme al invento realizar continuamente el procedimiento en por lo menos una de las otras etapas, junto a la etapa D., siendo especialmente preferido que el procedimiento conforme al invento se efectúe de un modo continuo en las etapas A. hasta E. Además la destilación puede efectuarse como una denominada destilación por arrastre, En este caso las sustancias designadas como compuestos que hierven a bajas temperaturas, que poseen un punto de ebullición más bajo que la cianhidrina de acetona. De manera preferida el punto de ebullición de los compuestos que hierven a bajas temperaturas está situado por lo menos a 2, de manera preferida por lo menos a 5 y de manera especialmente preferida por lo menos a 10 °C por debajo del punto de ebullición de la cianhidrina de acetona. Al contrario que en una destilación típica, en el caso de la destilación por arrastre se ajusta, si es que ajusta, solamente una relación de reflujo muy pequeña. Ésta se puede conseguir mediante unos períodos de tiempo de permanencia apropiadamente cortos de la cianhidrina de acetona que se ha de liberar de los compuestos que hierven a bajas temperaturas. Los períodos de tiempo de permanencia pueden estar situados en un intervalo de desde aproximadamente 0,01 hasta aproximadamente 20 minutos, situado de manera preferida entre 0,1 y 10 minutos, de manera especial en un intervalo de desde aproximadamente 0,5 hasta aproximadamente 5 minutos y de manera más aún preferida en un intervalo de desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 2 minutos.

45 Por lo demás, puede ser preferido conforme al invento el hecho de que en la etapa E. se devuelva a la etapa A. por lo menos un 20, de manera preferida por lo menos un 30 y de manera más aun preferida un 60 % en peso del producto de cabezas con acetona. El producto de cabezas con acetona, puede contener junto a la acetona también todavía ácido cianhídrico. En general, el producto de cabezas con acetona contiene menos que 50 % en peso, de manera preferida menos que 25 % en peso, de manera especialmente preferida menos que 10 % en peso así como de manera más aun preferida menos que 7 % en peso de cianhidrina de acetona. En una serie de casos no se queda por debajo de 0,1 o 2, algunas veces también de 3 % en peso de cianhidrina de acetona en el producto de cabezas de la columna de destilación por arrastre.

50 Además puede ser preferido en el procedimiento conforme al invento que la cianhidrina de acetona retirada sea calentada por el producto de colas con cianhidrina de acetona. Esto se efectúa de manera preferida mediante el recurso de que la cianhidrina de acetona retirada y el producto de colas con cianhidrina de acetona estén en contacto térmico a través de un intercambiador de calor.

55 De acuerdo con otra forma de realización conforme al invento, se prefiere que la columna de destilación se componga de una mitad superior y de una mitad inferior y que la cianhidrina de acetona retirada sea alimentada en la superficie. En este caso puede ser preferido que la alimentación se efectúe en la mitad m.s baja de la mitad superior de la columna de destilación.

Corresponde a otra forma de realización conforme al invento el hecho de que la cianhidrina de acetona alimentada tenga una temperatura situada en un intervalo de desde aproximadamente 40 hasta aproximadamente 100 °C, de manera preferida en un intervalo de desde aproximadamente 50 hasta aproximadamente 80 °C y de manera especialmente preferida en un intervalo de desde aproximadamente 65 hasta aproximadamente 70 °C.

5 De acuerdo con otra forma de realización conforme al invento, se prefiere que una parte de la mitad inferior sea mantenida a una temperatura situada en un intervalo de desde aproximadamente 80 hasta aproximadamente 140 °C, de manera preferida en un intervalo de desde aproximadamente 100 °C hasta aproximadamente 130 °C y de manera especialmente preferida en un intervalo de desde 110 °C hasta aproximadamente 120 °C. De manera
10 preferida, esta zona parcial en la mitad está situada en la mitad más baja de la mitad inferior, de manera preferida allí donde durante el funcionamiento de la columna se encuentra el sumidero de la columna.

En otra forma de realización del presente invento se prefiere que el producto de colas con cianhidrina de acetona tenga una temperatura situada en un intervalo de desde aproximadamente 80 hasta aproximadamente 120 °C, de manera preferida en un intervalo de desde aproximadamente 85 hasta aproximadamente 115 °C de manera especialmente preferida en un intervalo de desde aproximadamente 87 hasta aproximadamente 110 °C. Además de
15 ello, puede ser preferido conforme al invento el hecho de que por lo menos junto a la columna se aplique una presión situada en un intervalo de desde aproximadamente 10 hasta aproximadamente 250 mbar, de manera preferida en un intervalo de desde aproximadamente 20 hasta aproximadamente 200 mbar y de manera especialmente preferida en un intervalo de desde aproximadamente 50 hasta aproximadamente 150 mbar.

De acuerdo con otra forma de realización conforme al invento, se prefiere que la depresión sea generada mediante una bomba que funciona en seco. En este caso entran en consideración unas bombas conocidas por un experto en la especialidad y que aparecen como apropiadas para ello, siendo mencionadas por ejemplo las bombas de membrana, las bombas de pistón giratorio y las bombas de desplazamiento de voluta.

Una contribución adicional a la resolución de por lo menos uno de los problemas planteados conforme al invento la ofrece un procedimiento para la preparación de un éster alquílico de ácido metacrílico, que contiene como etapas las de
25 de

- b. preparar una cianhidrina de acetona de acuerdo con un procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes;
 - c. poner en contacto la cianhidrina de acetona con un ácido inorgánico mediando obtención de una metacrilamida;
 - 30 d. poner en contacto la metacrilamida con un alcohol mediando obtención de un éster alquílico de ácido metacrílico;
- eventualmente, purificar el éster alquílico de ácido metacrílico.

Otra contribución a la resolución de por lo menos uno de los problemas planteados conforme al invento la ofrece un procedimiento para la preparación de ácido metacrílico, que contiene como etapas las de:

- α) preparar una cianhidrina de acetona de acuerdo con un procedimiento conforme al invento;
- 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 ácido metacrílico.

Además de ello, ofrece una contribución a la resolución de por lo menos uno de los problemas planteados conforme al invento un dispositivo para la preparación de ésteres alquílicos de ácido metacrílico que contiene unidos entre sí conduciendo fluidos;

- un elemento de instalación para la preparación de cianhidrina de acetona, seguido por;
 - un elemento de instalación para la preparación de metacrilamida, seguido por
 - 45 - un elemento de instalación para la preparación de un éster alquílico de ácido metacrílico, seguido eventualmente por
 - un elemento de instalación para la purificación del éster alquílico de ácido metacrílico, seguido eventualmente por;
 - un elemento de instalación para la polimerización, seguido eventualmente por;
 - 50 - un elemento de instalación para la confección,
- conteniendo el elemento de instalación para la preparación de la cianhidrina de acetona
- un reactor que contiene un dispositivo enfriador, seguido por;
 - una columna de destilación unida con el reactor a través de una conducción para productos, que contiene
 - 55 --- una zona de sumidero y una conducción de salida unida con la zona de sumidero,
 - una zona de cabeza unida con el reactor a través de una conducción de retorno libre de elementos de calentamiento, de manera preferida a través de un elemento de enfriamiento,

- un intercambiador de calor unido con la conducción para productos y con la conducción de salida.

5 Por el concepto de "unidos conduciendo fluidos" se entiende en el presente caso que se pueden conducir gases, líquidos y mezclas de gases y líquidos u otras sustancias capaces de fluir. Las partes componentes y los elementos del dispositivo se construyen a base de unos materiales conocidos por un experto en la especialidad para las respectivas finalidades y solicitudes y que parecen apropiados, tales como un acero inoxidable, materiales sintéticos resistentes a los ácidos y un material cerámico. Además, en conexión con las partes constructivas y las características del dispositivo conforme al invento, se hace referencia a las explicaciones precedentes y se completa con lo que sigue.

10 Como "libre de elementos de calentamiento" se entiende de manera preferida que en el transcurso de la conducción de retorno no se encuentran elementos de calentamiento de ningún tipo, que estén ejecutados de tal manera que ellos puedan calentar al producto de cabezas con acetona transportado en la conducción de retorno a 60 °C y más, de manera preferida a 50 °C y más, así como de manera especialmente preferida a 40 °C y más, y de manera más aun preferida a 35 °C y más. De acuerdo con otra forma de realización del dispositivo conforme al invento el concepto de libre de elementos de calentamiento significa que en el transcurso de la conducción de retorno no está prevista ninguna columna de destilación. En otra forma de realización, se prefiere que en el transcurso de la conducción de retorno estén previstos uno, dos o más de dos elementos de enfriamiento. Como elementos de enfriamiento entran en consideración todos los intercambiadores de calor que son apropiados para un experto en la especialidad y están ejecutados y estructurados para la finalidad del enfriamiento.

20 En otra forma de realización del dispositivo conforme al invento, se prefiere que la columna de destilación contenga por lo menos una construcción interna de columna, de manera preferible dos y más de ellas. Como "construcciones internas de columna" entran en consideración fundamentalmente todas las construcciones internas conocidas por un experto en la especialidad y que aparecen como apropiadas. En este caso se han de mencionar en particular los platos de separación. Como platos de separación entran en consideración asimismo fundamentalmente todos los platos apropiados para un experto en la especialidad para efectuar la destilación por arrastre de compuestos que hierven a bajas temperaturas. Por este concepto se pueden preferir los platos de campana y de tambor, siendo especialmente preferidos los platos de tambor. La columna puede estar estructurada también como una columna de destilación por arrastre de acuerdo con una forma de realización conforme al invento. Como una columna de destilación por arrastre entran en consideración fundamentalmente todas las columnas que son apropiadas para un experto en la especialidad para la destilación por arrastre de compuestos que hierven a bajas temperaturas. Unas preferidas columnas de destilación por arrastre pueden tener desde 1 hasta 25, de manera preferida desde 2 hasta 20, de manera especialmente preferida desde 3 hasta 17 y de manera aun más preferida desde 6 hasta 14 platos de separación, de manera preferida de los tipos precedentemente mencionados.

35 Se prefiere conforme al invento además que el procedimiento conforme al invento para la preparación de un éster alquílico de ácido metacrílico se efectúe en un dispositivo conforme al 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 de ácido metacrílico, que comprende las etapas de:

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

45 Como comonomeros entran en consideración todos los conocidos por un experto en la especialidad y que aparecen como apropiados, siendo especialmente preferidos los monómeros polimerizables por radicales. Dentro de éstos hay que mencionar sobre todo al estireno, acrilato de butilo o acrilonitrilo. La polimerización se puede llevar a cabo como polimerización en solución, en perlas, en emulsión o en suspensión, y se puede llevar a cabo también como polimerización en sustancia (conocida también como polimerización en masa). El tratamiento del material polimerizado se efectúa por ejemplo por precipitación del material polimerizado que contiene el disolvente, en un agente que no es disolvente para el polímero, como agente de precipitación. Así, por ejemplo, un material polimerizado que contiene acetona como disolvente y un poli(metacrilato de metilo), es precipitado en un agente de precipitación constituido a base de metanol y agua, es separado del agente de precipitación y luego es secado.

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

55 Además de ello, el invento se refiere a fibras, películas, barnices, masas de moldeo, cuerpos moldeados, agentes auxiliares para el papel, agentes auxiliares para el cuero, agentes de floculación y aditivos para perforación como

productos químicos preferidos, que se basan en un éster de ácido metacrílico puro, que es obtenible de acuerdo con el procedimiento conforme al invento.

5 Seguidamente se explican diferentes elementos de procedimiento y partes de instalaciones, que fundamentalmente se pueden reunir con el presente invento individualmente o como un conjunto a base de dos o más de los mencionados elementos de procedimiento. Eventualmente puede ser ventajoso que los elementos de procedimiento expuestos en el marco del presente texto se combinen con el presente invento de tal manera que ellos en común se combinen para dar un procedimiento para la preparación de ésteres de ácido metacrílico o para dar un procedimiento para la preparación de ácido metacrílico. Sin embargo se ha de mencionar también el hecho de que se pueden conseguir unos efectos ventajosos en la mayor parte de los casos también cuando el objeto del presente invento se emplea también como tal en otro entorno técnico o se combina solamente con una parte de los elementos de procedimiento que aquí se exponen.

Preparación de cianhidrina de acetona

15 En este elemento de 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 química técnica], 4ª edición, tomo 7). Con frecuencia se emplean en tal caso acetona y ácido cianhídrico como partícipes en la reacción. En el caso de la conversión química 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 la reacción se evacua mediante un dispositivo apropiado. La conversión química se puede llevar a cabo en tal caso fundamentalmente como un proceso discontinuo (por tandas) o como un modo funcionamiento continuo, siempre y cuando que se prefiera un modo continuo de funcionamiento, la conversión química se lleva a cabo frecuentemente en un reactor de bucle, que está organizado de un modo correspondiente.

20 Una característica principal de un modo de funcionamiento que conduce al producto deseado en altos rendimientos consiste con frecuencia en el hecho de que en el caso de presentarse un suficiente período de tiempo de reacción, el producto de la reacción es enfriado y el equilibrio de la reacción es desplazado en dirección al producto de la reacción. Además de ello, el producto de la reacción se reúne, con ventaja para el rendimiento global, frecuentemente con un correspondiente agente estabilizador, con el fin de prevenir una descomposición al realizar el posterior tratamiento en las sustancias de partida.

25 La mezclado de los partícipes en la reacción acetona y ácido cianhídrico puede efectuarse fundamentalmente de un modo esencialmente arbitrario. El modo de realizar la mezclado depende en particular de sí 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.

30 Fundamentalmente puede ser ventajoso que la acetona sea alimentada a la reacción a través de un recipiente para cargas previas, que dispone de una torre de lavado. Unas conducciones de ventilación, que conducen el aire de salida que contiene acetona y ácido cianhídrico, se pueden guiar de esta manera por ejemplo a través de este recipiente para cargas previas. En la torre de lavado, que está conectada al recipiente para cargas previas, el aire de salida que se desprende desde el recipiente para cargas previas se puede lavar con acetona, con lo cual el ácido cianhídrico se puede eliminar a partir del aire de salida y devolver al proceso. Para esto, por ejemplo una parte de la cantidad de acetona introducida en la reacción desde el recipiente para cargas previas se conduce en una corriente parcial, a través de un dispositivo enfriador, preferiblemente a través de un dispositivo enfriador por salmuera, a la cabeza de la torre de lavado y de esta manera se consigue el resultado deseado.

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

40 La temperatura de la acetona en el recipiente para cargas previas puede situarse fundamentalmente dentro de una zona esencialmente arbitraria, siempre y cuando que la acetona se encuentre en el estado líquido a la correspondiente temperatura. De manera ventajosa, la temperatura en el recipiente para cargas previas es sin embargo desde aproximadamente 0 hasta aproximadamente 20 °C.

45 En la torre de lavado, la acetona empleada para el lavado es enfriada a través de un dispositivo enfriador correspondiente, por ejemplo a través de un dispositivo enfriador de placas con salmuera, a una temperatura de desde aproximadamente 0 hasta aproximadamente 10 °C. La temperatura de la acetona a la entrada en la torre de lavado es por lo tanto de manera preferida por ejemplo de desde aproximadamente 2 hasta aproximadamente 6 °C.

El ácido cianhídrico necesario en el marco de la reacción se puede introducir en el reactor o bien en forma líquida o en forma gaseosa. En tal caso puede tratarse por ejemplo de un gas en bruto procedente del proceso BMA o del proceso de Andrussov.

5 El cianuro de hidrógeno puede por ejemplo ser licuado, por ejemplo mediante el empleo de una correspondiente salmuera de enfriamiento. En lugar de un ácido cianhídrico licuado se puede emplear un gas de coquería. Así, por ejemplo unos gases de coquería que contienen cianuro de hidrógeno se lavan, después de una operación de lavado con carbonato de potasio, continuamente en contracorriente con una acetona que contiene 10 % de agua, y la reacción para formar cianhidrina de acetona se puede llevar a cabo en presencia de un catalizador de carácter básico en dos columnas de lavado de gases conectadas una tras de otra.

10 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 BMA o del proceso de Andrussov se convierte químicamente con acetona en presencia de un catalizador de carácter básico y de cianhidrina de acetona en un reactor del tipo de gas-líquido.

15 En el marco del procedimiento que aquí se describe se emplea de manera preferida un gas en bruto del proceso BMA o un gas en bruto del proceso 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 como tal o después de un lavado con un ácido. El gas en bruto procedente del proceso 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 Andrussov, a partir de metano y amoníaco y oxígeno del aire se forman ácido cianhídrico y agua. El gas en bruto del proceso de Andrussov 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.

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

35 El cianuro de hidrógeno en forma gaseosa o en forma líquida o respectivamente una mezcla gaseosa que contiene cianuro de hidrógeno, y la acetona se aportan con el marco de un modo de procedimiento continuo de manera constante a un reactor de bucle. El reactor de bucle comprende en tal 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.

40 Como catalizador se adecuan fundamentalmente cualesquiera compuestos alcalinos arbitrarios, tales como amoníaco, una lejía de sosa o una lejía de potasa, que pueden catalizar la conversión química de acetona y ácido cianhídrico en cianhidrina de acetona. Sin embargo se ha comprobado como ventajoso que como catalizador se emplee un catalizador de carácter orgánico, en particular una amina. Son apropiadas por ejemplo aminas secundarias o terciarias, tales como dietilamina, dipropilamina, trietilamina, tri-n-propilamina y compuestos similares.

45 Un reactor de bucle, que se puede emplear en el marco del elemento de procedimiento que se ha descrito, tiene además de ello 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.

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

50 Como tales dispositivos mezcladores son apropiados tanto unos dispositivos mezcladores que tienen elementos móviles como también los denominados mezcladores estáticos, en los cuales están previstas unas resistencias inmóviles a la circulación. En el caso del empleo de unos mezcladores estáticos, son apropiados por ejemplo aquellos que permiten una transferencia en funcionamiento de por lo menos aproximadamente 10 bares, por ejemplo por lo menos aproximadamente 15 o por lo menos aproximadamente 20 bares en condiciones de funcionamiento, sin restricciones esenciales de la capacidad de funcionamiento. Unos correspondientes mezcladores se pueden componer de un material sintético o de un metal. Como tal material sintético se adecuan por ejemplo PVC, PP, HDPE, PVDF, PFA o PTFE. Los mezcladores metálicos pueden componerse por ejemplo a base

de aleaciones de níquel, o de zirconio, titanio y otros similares. Asimismo son apropiados por ejemplo los mezcladores rectangulares.

5 La adición del catalizador se efectúa de manera preferida en el reactor de bucle detrás de la bomba y delante de un elemento mezclador que está presente en el reactor de bucle. Unos 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 en el caso de la reacción fluctúe dentro de un marco de desde aproximadamente 6,5 hasta aproximadamente 7,5,, por ejemplo de desde aproximadamente 6,8 hasta aproximadamente 7,2.

10 En el 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 posible también alimentar el catalizador en común con la acetona en el reactor de bucle. En uno de tales casos puede ser ventajoso que se procure una correspondiente mezcla de la acetona y del catalizador antes de la alimentación en el reactor de bucle. Una correspondiente mezcla puede efectuarse por ejemplo mediante el empleo de un mezclador con partes móviles o mediante el empleo de un mezclador estático.

15 Cuando en el marco del procedimiento descrito se escoge un modo de funcionamiento continuo en un reactor de bucle como modo de funcionamiento, puede ser conveniente investigar el estado de la mezcla de reacción mediante análisis puntuales o ininterrumpidos. Esto ofrece la ventaja de que eventualmente se puede reaccionar con rapidez también a unas modificaciones del estado en la mezcla de reacción. Además de ello, de esta manera los participantes en la reacción se pueden dosificar con la mayor exactitud que sea posible, con el fin de reducir al mínimo las pérdidas de rendimiento.

20 Una correspondiente analítica puede efectuarse por ejemplo mediante una toma de muestras en el bucle del reactor. Unos apropiados procedimientos de análisis son p.ej. los de medición de pH, de medición de la tonalidad térmica o de medición de la composición de la mezcla de reacción mediante unos apropiados procedimientos espectroscópicos.

25 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 desde la mezcla de reacción y compararlo con el calor que teóricamente se libera.

30 La reacción propiamente dicha se puede efectuar, en el caso de una elección apropiada del reactor de bucle, fundamentalmente en los sistemas tubulares dispuestos dentro del reactor de bucle. Sin embargo, puesto que la reacción es exotérmica, con el fin de evitar una pérdida de rendimiento, debería prestarse atención a realizar un enfriamiento suficiente o respectivamente a una suficiente evacuación 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 haces de tubos. Según sea la cantidad de productos que se ha de producir, se puede escoger de manera diversa la capacidad de un intercambiador de calor correspondiente. Para unos procedimientos realizados a gran escala técnica se han manifestado como especialmente apropiados en particular unos intercambiadores de calor que tienen un volumen de desde aproximadamente 10 hasta aproximadamente 40 m³. En el caso de los intercambiadores de calor de haces de tubos que se emplean de manera preferente, se trata de unos intercambiadores de calor que tienen una haz de tubos recorrido por una corriente de líquido, dentro de una camisa envolvente recorrida por una corriente de líquido. Según sean el diámetro de los tubos, la densidad de empaquetamiento etc, la transmisión de calor entre los dos líquidos se puede ajustar de una manera correspondiente. En el marco del procedimiento descrito es posible fundamentalmente realizar la reacción en el sentido de que la mezcla de reacción sea desplazada 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 al líquido de la camisa.

45 Sin embargo, se ha manifestado asimismo como practicable, y en muchos casos como conveniente, conducir la mezcla de reacción a través de la camisa del intercambiador de calor, mientras que el líquido empleado para el enfriamiento circula dentro del haz de tubos. En tal caso se ha manifestado como ventajoso en muchos casos que la mezcla de reacción sea distribuida en la camisa para la consecución de una duración de permanencia más alta y de una mejor mezcla a fondo a través de unas resistencias a la circulación, de manera preferida unas chapas de desviación.

50 La relación del volumen de la camisa al volumen del haz de tubos puede ser, dependiendo de la forma de ejecución del reactor, de desde aproximadamente 10 por 1 hasta aproximadamente 1 por 10, de manera preferida el volumen de la camisa es mayor que el volumen del haz de tubos (referido al contenido de los tubos).

55 La evacuación de calor desde el reactor es ajustado con un correspondiente medio de enfriamiento, por ejemplo con agua, de tal manera que la temperatura de reacción se sitúe dentro de un corredor de desde aproximadamente 25

hasta aproximadamente 45 °C, en particular en el de desde aproximadamente 30 hasta aproximadamente 38, en particular en el de desde aproximadamente 33 hasta aproximadamente 35 °C.

5 A partir del reactor de bucle se evacúa de un modo continuo un producto. El producto tiene una temperatura situada en el marco de las temperaturas de reacción más arriba mencionadas, por ejemplo una temperatura de aproximadamente 35 °C. El producto es enfriado a través de uno o varios intercambiadores de calor, en particular a través de uno o varios intercambiadores de calor del tipo de placas. En tal caso pasa a emplearse por ejemplo un enfriamiento por salmuera. La temperatura del producto después del enfriamiento debe ser de desde aproximadamente 0 hasta 10, en particular de desde 1 hasta aproximadamente 5 °C. El producto es transferido de manera preferida a un recipiente de almacenamiento, que tiene una función de amortiguación. Adicionalmente, el
10 producto puede ser enfriado aun más en el recipiente de almacenamiento por ejemplo por evacuación constante de una corriente parcial desde el recipiente de almacenamiento a un apropiado intercambiador de calor, por ejemplo a un intercambiador de calor de placas, o respectivamente se puede mantener a una apropiada temperatura de almacenamiento. Es perfectamente posible que en el recipiente de almacenamiento pueda tener lugar una reacción posterior.

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

20 Desde el recipiente de almacenamiento se evacúa por lo demás de un modo continuo un producto a un recipiente de estabilización. Allí el producto es reunido con un apropiado ácido, por ejemplo con H₂SO₄. En tal caso el catalizador se desactiva y la mezcla de reacción se ajusta a un valor de pH de desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 3, en particular de aproximadamente 2. Como tal ácido es apropiado en particular un ácido sulfúrico, por ejemplo un ácido sulfúrico que tiene un contenido de desde aproximadamente 90 hasta aproximadamente 105 %, en particular de desde aproximadamente 93 hasta aproximadamente 98 % de H₂SO₄.

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

Tratamiento de ACH

30 En el marco de otro elemento del, procedimiento, que se puede emplear en conexión con el presente invento, una cianhidrina de acetona, que se había obtenido en una etapa dispuesta delante, por ejemplo procedente de la reacción de acetona con ácido cianhídrico, se somete a un tratamiento por destilación. En este caso la cianhidrina de acetona en bruto estabilizada se libera de componentes que hierven a bajas temperaturas a través de una correspondiente columna. Un apropiado procedimiento de destilación se puede realizar por ejemplo a través de
35 solamente una columna. Sin embargo, asimismo es 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.

40 La cianhidrina en bruto sale por regla general con una temperatura de desde aproximadamente 0 hasta aproximadamente 15 °C, por ejemplo a una temperatura de desde aproximadamente 5 hasta aproximadamente 10 °C desde el almacenamiento hacia la destilación. Fundamentalmente, la cianhidrina de acetona en bruto puede ser introducida directamente en la columna. Sin embargo, se ha acreditado en algunos casos que en primer lugar la cianhidrina de acetona fría en bruto reciba a través de un intercambiador de calor una parte del calor del producto que ya ha sido purificado por destilación. Por lo tanto, en el marco de otra forma de realización del
45 procedimiento que aquí se describe, la cianhidrina de acetona en bruto es calentada a través de un intercambiador de calor a una temperatura de desde aproximadamente 60 hasta 80 °C.

La purificación por destilación de la cianhidrina de acetona se efectúa a través de una columna de destilación, que tiene de manera preferida más de 10 platos o a través de una cascada de dos o más columnas de destilación correspondientemente apropiadas. El calentamiento del sumidero de la columna se efectúa de manera preferida con vapor de agua. Se ha comprobado que es 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 tal caso a la temperatura de las paredes del sumidero de la columna.

55 La cianhidrina de acetona en bruto es aportada al cuerpo de la columna en el tercio superior de la columna. La destilación se lleva a cabo de manera preferida a una presión reducida, por ejemplo a una presión de desde

aproximadamente 50 hasta aproximadamente 900 mbar, en particular de desde aproximadamente 50 hasta aproximadamente 250 mbar y con buenos resultados entre aproximadamente 50 y aproximadamente 150 mbar.

5 Por la cabeza de la columna se sacan unas impurezas gaseosas, en particular acetona y ácido cianhídrico, las sustancias gaseosas separadas se enfrían a través de un intercambiador de calor o de una cascada de dos o más intercambiadores de calor. En este caso se emplea de manera preferida un enfriamiento por salmuera con una temperatura de desde aproximadamente 0 hasta aproximadamente 10 °C. En este caso, a las sustancias constituyentes gaseosas de los vapores de destilación se les da la ocasión de condensarse. La primera etapa de condensación, puede tener lugar por ejemplo a la presión normal. Sin embargo, es asimismo posible, y en algunos casos se ha manifestado como ventajoso, 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 enfriado y allí es reunido a una temperatura de desde aproximadamente 0 hasta aproximadamente 15 °C, en particular a desde aproximadamente 5 hasta aproximadamente 10 °C.

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

20 La corriente gaseosa que se separa desde el lado de presión de la bomba es conducida a través de otro intercambiador de calor, que es enfriado de manera preferida con una salmuera a una temperatura de desde aproximadamente 0 hasta aproximadamente 15 °C. Las sustancias constituyentes que en este caso se condensan, son reunidas asimismo en el recipiente colector, que recoge los materiales condensados que ya se han obtenido en unas condiciones de vacío. La condensación llevada a cabo por el lado de presión de la bomba de vacío, se puede efectuar por efecto por medio de un intercambiador de calor pero también por una cascada de dos o más intercambiadores de calor dispuestos paralelamente en serie. Las sustancias en forma gaseosa que quedan después de esta etapa de condensación son evacuadas y aportadas a un aprovechamiento ulterior arbitrario, por ejemplo a un aprovechamiento térmico.

30 Los materiales condensados recogidos pueden ser aprovechados ulteriormente asimismo de una manera arbitraria. Sin embargo, desde unos puntos de vista económicos se ha manifestado como extremadamente ventajoso devolver los materiales condensados a la reacción para la preparación de cianhidrina de acetona. Esto se efectúa de manera preferida en uno o más sitios, 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, la cantidad predominante del material condensado se compondrá sin embargo de acetona y ácido cianhídrico, por ejemplo en una relación molar de desde aproximadamente 2:1 hasta aproximadamente 1:2, con frecuencia en una relación de aproximadamente 1:1.

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

Amidación

45 En el marco de otro elemento del procedimiento, tal como está previsto con frecuencia en el caso de la preparación de ácido metacrílico o de ésteres de ácido metacrílico, la cianhidrina de acetona se somete a una hidrólisis. En este caso se forma en diferentes escalones de temperatura como producto metacrilamida, después de una serie de reacciones.

La conversión química se realiza de un modo conocido por un experto en la especialidad mediante una reacción entre un ácido sulfúrico concentrado y una cianhidrina de acetona. La conversión química es exotérmica, de manera tal que de modo ventajoso se evacua calor de reacción desde el sistema.

50 La conversión química se puede llevar a cabo aquí de nuevo en un procedimiento discontinuo o en un procedimiento continuo. Este último se ha manifestado como ventajoso en muchos casos. Si es que la conversión química se lleva a cabo en el marco de un procedimiento continuo, entonces se ha acreditado el empleo de reactores de bucle. La conversión química se puede efectuar por ejemplo en solamente un reactor de bucle. Sin embargo, puede ser ventajoso que la conversión química se lleve 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 varios sitios de aportación para la cianhidrina de acetona, uno o varios sitios de aportación el para 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.

- 5 La hidrólisis de la cianhidrina de acetona con el ácido sulfúrico para formar metacrilamida es, tal como ya se ha descrito, exotérmica. El calor de reacción que resulta en el marco de la reacción debe de ser abstraído del sistema sin embargo por lo menos de una manera amplia, puesto que con una temperatura creciente al realizar la conversión química disminuye el rendimiento. Ciertamente es posible fundamentalmente conseguir con unos correspondientes intercambiadores de calor una evacuación rápida y amplia del calor de reacción. Sin embargo, también puede ser desventajoso enfriar demasiado la mezcla, puesto que para obtener un adecuado intercambio en los intercambiadores de calor es necesaria una transmisión suficiente de calor. Puesto que con una temperatura descendente aumenta grandemente la viscosidad de la mezcla, de esta manera se dificulta por un lado la circulación en el reactor de bucle o respectivamente la circulación a través del reactor de bucle, por otro lado ya no se puede garantizar una suficiente evacuación de la energía de reacción desde el sistema.
- 10
- 15 Además de ello 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 empeora aun más la transferencia 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 suma sufre menoscabo la eficiencia del procedimiento.
- 20 En el marco de una forma de realización del invento, a partir de una corriente de cianhidrina de acetona se introduce una parte, de manera preferida aproximadamente desde dos tercios hasta aproximadamente tres cuartas partes de la corriente volumétrica, 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 de recirculación que recorren el primer reactor de bucle están situados de manera preferida en el intervalo de desde aproximadamente 50 hasta 650 m³/h, de manera preferida en un intervalo de desde 100 hasta 500 m³/h y de manera más aun preferida en un intervalo de desde aproximadamente 150 hasta 450 m³/h. En por lo menos otro reactor de bucle que sigue al primer reactor de bucle los caudales de recirculación están situados de manera preferida en un intervalo de desde aproximadamente 40 hasta 650 m³/h, de manera preferida en un intervalo de desde 50 hasta 500 m³/h y de manera más aun preferida en un intervalo de desde aproximadamente 60 hasta 350 m³/h. Por lo demás, como diferencia de temperaturas a través de los intercambiadores de calor se prefiere una de aproximadamente 1 hasta 20 °C siendo especialmente preferida una de desde aproximadamente 2 hasta 7 °C.
- 25
- 30

La aportación de la cianhidrina de acetona puede efectuarse fundamentalmente en cualquier lugar dentro del reactor de bucle. Sin embargo se ha manifestado como ventajoso que la aportación se efectúe en un elemento de mezcladura, por ejemplo en un mezclador con partes móviles o en un mezclador estático o en un sitio en donde se efectúa una buena entremezcladura. La aportación del ácido sulfúrico se efectúa de 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 en el reactor de bucle.

35

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

40

En algunos casos se ha manifestado como ventajoso realizar la reacción en el reactor de bucle con uno de tales excesos de ácido sulfúrico. Aquí, el ácido sulfúrico puede servir por ejemplo como disolvente y puede mantener baja la viscosidad de la mezcla de reacción, con lo cual se pueden garantizar una evacuación más alta del calor de la reacción y una temperatura más baja de la mezcla de reacción. Esto puede traer consigo unas manifiestas ventajas para el rendimiento. La temperatura en la mezcla de reacción es de desde aproximadamente 90 hasta aproximadamente 120 °C.

45

La evacuación del calor es garantizada mediante uno o varios intercambiadores de calor en el reactor de bucle. En tal caso se ha manifestado como ventajoso que los intercambiadores de calor dispongan de un apropiado sistema sensor para realizar el ajuste del rendimiento de enfriamiento, con el fin de impedir un enfriamiento demasiado fuerte de la mezcla de reacción por los motivos más arriba mencionados. Así, por ejemplo, puede ser ventajoso medir de forma puntual o continua la transferencia de calor en el intercambiador de calor o en los intercambiadores de calor y adaptar a ella la potencia de enfriamiento de los intercambiadores de calor. Esto puede ocurrir por ejemplo a través del propio medio de enfriamiento. También es asimismo posible, mediante una correspondiente variación de la adición de los partícipes 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 esto, de por lo menos un dispositivo separador de

50

55

gases. A través de los dispositivos separadores de gases se retira del reactor de bucle por un lado de manera continua el producto formado. Por otro lado, los gases formados en el marco de la reacción pueden retirarse de esta manera desde el recinto de reacción. Como uno de tales gases se forma principalmente monóxido de carbono. El producto sacado desde el reactor de bucle es transferido de manera preferida a un segundo reactor de bucle. En este segundo reactor de bucle, la mezcla de reacción que contiene ácido sulfúrico y una amida de ácido metacrílico, tal como se había obtenido mediante la reacción en el primer reactor de bucle, es convertida químicamente con la corriente parcial de cianhidrina de acetona remanente. 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 de 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 pueden mejorar la capacidad para el bombeo de la mezcla de reacción y por consiguiente la transferencia de calor y a fin de cuentas el rendimiento. En el segundo reactor de bucle se disponen 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 desde aproximadamente 90 hasta aproximadamente 120 °C.

El problema de la capacidad de bombeo de la mezcla de reacción de la transmisión de calor y de una temperatura de reacción lo más pequeña que sea posible se ajusta en cada uno de los otros reactores de bucle de un modo exactamente igual que en el primero. Por lo tanto, de una manera ventajosa, también el segundo reactor de bucle dispone de un intercambiador de calor, cuya potencia de enfriamiento se puede regular mediante un sistema sensor correspondiente.

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 sitio en donde se efectúa una buena entremezcladura.

Desde el dispositivo separador, en particular desde el dispositivo separador de gases, del segundo reactor de bucle se saca el producto y para la compleción de la reacción y para la formación de la amida de ácido metacrílico se calienta a una temperatura de desde aproximadamente 130 hasta aproximadamente 180 °C.

El calentamiento se lleva a cabo preferiblemente de tal manera que la temperatura máxima se alcanza solamente durante un período de tiempo lo más corto que sea posible, por ejemplo durante un período de tiempo de desde aproximadamente un minuto hasta aproximadamente 30 minutos, en particular durante un período de tiempo de desde aproximadamente dos hasta aproximadamente ocho o desde aproximadamente tres hasta aproximadamente cinco minutos. Esto puede efectuarse fundamentalmente en unos equipos arbitrarios destinados a la consecución de una tal temperatura durante un período de tiempo tan corto. Por ejemplo, la aportación de energía puede efectuarse por una vía convencional mediante energía eléctrica o mediante vapor de agua. 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 de dos o más escalones de tubos en espiral, que pueden presentarse de manera preferida en una disposición doble con circulación en sentidos opuestos. En este caso la mezcla de reacción es calentada con rapidez hasta una temperatura de desde aproximadamente 130 hasta 180 °C.

El intercambiador de calor puede ser combinado por ejemplo con uno o varios dispositivos separadores de gases. Así, por ejemplo, es posible conducir la mezcla de reacción a través de un dispositivo separador de gases, después de haber abandonado el primer tubo en espiral en el intercambiador de calor. En este caso los componentes gaseosos, que resultan por ejemplo durante la reacción, pueden ser separados desde la mezcla de reacción. Es posible de igual manera tratar la mezcla de reacción con un dispositivo separador de gases después de haber abandonado el segundo tubo en espiral. Además de ello, se puede manifestar como ventajoso, en ambos lugares, tanto después de haber abandonado el primer tubo en espiral como también después de haber abandonado el segundo tubo en espiral, tratar la mezcla de reacción con un dispositivo separador de gases.

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

Los compuestos gaseosos que resultan en el marco de la amidación pueden ser evacuados como desechos de cualquier manera o ser aportados a un tratamiento ulterior. En algunos casos, sin embargo, puede ser ventajoso que los correspondientes gases sean conducidos conjuntamente en una conducción de transporte, de tal manera que ellos puedan ser cargados, continuamente o en caso necesario eventualmente, con una presión, por ejemplo con una presión de vapor de agua, y de esta manera puedan ser transportados adicionalmente.

Esterificación

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

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

En el marco del procedimiento que aquí se describe, por ejemplo una solución de la amida, tal como es obtenible a partir de la reacción de amidación que aquí se describe, puede ser alimentada a un primer recipiente. El recipiente es calentado por ejemplo con vapor de agua. La solución de la amida aportada tiene por regla general una temperatura elevada, por ejemplo una temperatura de desde aproximadamente 100 hasta aproximadamente 180 °C, que corresponde en lo esencial a la temperatura de salida de la solución de la amida desde la reacción de amidación más arriba expuesta.

A los recipientes se les aporta por lo demás un alcohol, que se puede emplear para la esterificación.

Fundamentalmente, son apropiados en este 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 de ácido metacrílico, lo cual es el caso en particular al realizar unas transesterificaciones.

El recipiente es cargado por lo demás con agua, de modo tal que en conjunto predomina una concentración de agua en el recipiente de desde aproximadamente 13 hasta aproximadamente 26 % en peso, en particular de desde aproximadamente 18 hasta aproximadamente 20 % en peso.

La cantidad de la solución de la amida y de un alcohol es regulada de tal modo que predomina una relación molar global de la amida al alcohol de desde aproximadamente 1:1,4 hasta 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 desde aproximadamente 1:1,1 hasta aproximadamente 1:1,4 y en los siguientes escalones de reacción se ajusten, referido a la corriente de la amida total, unas relaciones molares de desde aproximadamente 1:0,05 hasta aproximadamente 1:0,3. El alcohol aportado a la esterificación puede componerse de "un alcohol fresco" (de nueva aportación) así como de un alcohol procedente de unas corrientes de reciclado de los escalones de tratamiento y en caso necesario desde unas corrientes de reciclado de los procesos realizados corriente abajo del conjunto de producción.

La carga con agua del primer recipiente se puede efectuar fundamentalmente de un modo en que se aporta agua al recipiente a partir de una fuente arbitraria, siempre y cuando que este agua no contenga ningunas sustancias constituyentes que podrían influir desventajosamente sobre la reacción de esterificación o sobre las subsiguientes etapas del proceso. Por ejemplo, se puede aportar al recipiente un agua VE (totalmente desionizada) o un agua de pozo. Sin embargo, asimismo es posible aportar al recipiente una mezcla de agua y de unos compuestos orgánicos tales como los que resultan por ejemplo en el caso de la purificación del ácido metacrílico o de los ésteres de ácido metacrílico. En el marco de una forma preferida de realización del procedimiento que aquí se expone, se cargan los recipientes, por lo menos de una manera proporcional, 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, entonces las sustancias gaseosas resultantes, en particular el éster de ácido metacrílico, se pueden retirar fundamentalmente de modo individual a partir de cada recipiente y aportar 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 que salen del primer recipiente se alimentan en primer lugar al segundo recipiente de reacción, sin que los compuestos gaseosos que salen del primer recipiente sean aportados directamente a una purificación. Este modo de proceder ofrece la ventaja de que el desarrollo de espuma, con frecuencia intenso, en el primer recipiente no tiene que ser contrarrestado mediante una costosa eliminación de la espuma con aparatos. En el caso de un paso en cascada de las sustancias gaseosas procedentes del primer recipiente al segundo recipiente, la espuma formada en el primer recipiente y eventualmente arrastrada conjuntamente entra sencillamente en el recinto de reacción del segundo recipiente. Puesto que allí, por regla general, la formación de espuma es manifiestamente más pequeña, de esta manera no se tiene que eliminar la espuma con aparatos.

El segundo recipiente, dispuesto detrás del primer recipiente, recibe entonces por una parte el material que rebosa desde el primer recipiente y por otra parte es alimentado con las sustancias gaseosas formadas en el primer recipiente o que están presentes en este primer recipiente. El segundo recipiente y los que eventualmente le siguen son cargados asimismo con metanol. En este caso, se prefiere que la proporción de metanol de un recipiente a otro disminuya en por lo menos un 10 %, en cada caso referido al recipiente que le precede. La concentración de agua en el segundo recipiente, así como en los otros recipientes, puede diferenciarse de la del primer recipiente, y con frecuencia, sin embargo, las diferencias de concentración son pequeñas.

Los vapores que resultan en el segundo recipiente son evacuados desde el recipiente e introducidos en el sumidero de una columna de destilación.

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

15 Los vapores que se desprenden desde los recipientes son introducidos en una columna de destilación, efectuándose esto de manera preferida en la zona inferior de la columna de destilación. Los vapores comprenden una mezcla azeotrópica a base de un vapor de soporte, un éster de ácido metacrílico y un alcohol y, dependiendo del alcohol que se emplee, tienen una temperatura de desde aproximadamente 60 hasta aproximadamente 120 °C, por ejemplo de desde aproximadamente 70 hasta aproximadamente 90 °C en el caso del empleo de metanol. En la columna de
20 destilación, el éster de ácido metacrílico es separado en forma gaseosa desde los componentes de vapores que hierven a más altas temperaturas. Las porciones que hierven a altas temperaturas (principalmente ácido metacrílico, ésteres de ácido hidroxibutírico y agua) se conducen de retorno al primer recipiente de reacción. El éster de ácido metacrílico que se ha 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. En algunos casos se ha acreditado que el
25 enfriamiento del éster de ácido metacrílico se efectúa a través de por lo menos dos intercambiadores de calor, realizando un primer intercambiador de calor con agua la condensación y un enfriamiento hasta una temperatura de desde aproximadamente 60 hasta aproximadamente 30 °C, mientras que un segundo intercambiador de calor enfriado por salmuera lleva a cabo un enfriamiento hasta una temperatura de desde aproximadamente 5 hasta aproximadamente 15 °C. Del material condensado enfriado por agua, una corriente parcial se puede añadir como material de reflujo a las columnas destinadas a la regulación de la concentración de la columna. Sin embargo, asimismo es posible enfriar los ésteres de ácido metacrílico que se han formado a través de una cascada de más de
30 dos intercambiadores de calor. En este caso es posible por ejemplo llevar a cabo en primer lugar un enfriamiento a través de dos intercambiadores de calor enfriados por agua, conectados uno tras de otro, y a continuación conseguir un enfriamiento adicional por medio de un correspondiente intercambiador de calor enfriado por salmuera.

35 Así, por ejemplo, en el marco del procedimiento que aquí se expone, el éster de ácido metacrílico que se ha formado puede ser enfriado en estado gaseoso a través de un primer intercambiador de calor con enfriamiento por agua. Las sustancias tanto condensadas como también las no condensadas se transfieren a continuación a un segundo intercambiador de calor, donde tiene lugar una condensación ulterior por medio de un enfriamiento por agua. En este lugar, entonces por ejemplo las sustancias gaseosas formadas se pueden transferir a un intercambiador de calor
40 enfriado por salmuera, dispuesto por separado. El material condensado en este intercambiador de calor enfriado por salmuera es añadido a continuación a la corriente de material destilado, mientras que las sustancias gaseosas remanentes pueden ser aprovechadas ulteriormente o ser aportadas a una evacuación como desechos. El material condensado con un éster de ácido metacrílico procedente del segundo intercambiador de calor enfriado por agua es enfriado seguidamente en un intercambiador de calor enfriado por agua o por salmuera a una temperatura de menos
45 que 15 °C, de manera preferida de desde aproximadamente 8 hasta aproximadamente 12 °C. Esta etapa de enfriamiento puede conducir a que el éster de ácido metacrílico que se forma tenga un contenido manifiestamente más bajo de ácido fórmico, que lo que sería el caso sin la correspondiente etapa de enfriamiento. El material condensado enfriado es transferido a continuación a un separador de fases. Aquí, la fase orgánica (el éster de ácido metacrílico) es separada con respecto de la fase acuosa, la cual junto a agua puede tener todavía
50 un cierto contenido de compuestos orgánicos, en particular de un alcohol, procedentes de la etapa de destilación, se puede utilizar ulteriormente de un modo fundamentalmente arbitrario. Tal como ya se ha descrito sin embargo, puede ser preferido devolver a esta mezcla de agua y de compuestos orgánicos nuevamente al proceso de esterificación, efectuando una alimentación al primer recipiente de reacción.

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

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

5 En unas instalaciones para la separación de ácido metacrílico o de un éster de ácido metacrílico, una polimerización tiene lugar con frecuencia siempre que el ácido metacrílico o el éster de ácido metacrílico, por una parte, tenga una pequeña velocidad de circulación, de modo tal que puedan formarse localmente unas zonas en reposo, en las cuales a lo largo de un contacto que dura un período de tiempo más largo entre el ácido metacrílico o el éster de ácido metacrílico y un agente iniciador de la polimerización de pueda ajustar en las zonas de reposo, en las cuales se pueda ajustar un contacto que persista durante un prolongado período de tiempo entre el ácido metacrílico o el éster de ácido metacrílico y un agente iniciador de la polimerización, que a continuación puede conducir entonces a la polimerización.

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

20 Con esta finalidad, en el marco del procedimiento que aquí se expone, fundamentalmente las corrientes de sustancias se pueden reunir con unos agentes estabilizadores de manera tal que tenga lugar la menor cantidad posible de polimerización en el sistema propiamente dicho. Para esto, en particular la parte de la instalación es abastecida con unos correspondientes agentes estabilizadores, mediante el recurso de que el ácido metacrílico o respectivamente el éster de ácido metacrílico se presente en una alta concentración durante o después de la destilación.

25 Así, por ejemplo, se ha manifestado como conveniente aportar por la cabeza de la columna de destilación un agente estabilizador a la corriente allí retirada del éster de ácido metacrílico. Por lo demás, se ha manifestado como ventajoso enjuagar con una solución de un agente estabilizador en un éster de ácido metacrílico aquellas partes de la instalación en las que circula el ácido metacrílico o el éster de ácido metacrílico con una temperatura de más que aproximadamente 20 °C, de manera preferida con una temperatura situada en el intervalo de desde aproximadamente 20 hasta aproximadamente 120 °C. Así, por ejemplo, una parte del material condensado que resulta en los intercambiadores de calor, es conducida de retorno, en común con un agente estabilizador apropiado, a la cabeza de la columna de destilación, de manera tal que allí la cabeza de la columna sea rociada en su lado interno constantemente con el éster de ácido metacrílico estabilizado o el ácido metacrílico estabilizado. Esto se realiza preferiblemente de tal manera que en la cabeza de la columna no se puedan formar unas zonas en reposo en las que tenga que temer una polimerización del ácido metacrílico o del éster de ácido metacrílico. Los intercambiadores de calor propiamente dichos pueden ser cargados de un modo correspondiente asimismo con una solución estabilizada del ácido metacrílico o del éster de ácido metacrílico, de tal manera que tampoco en este caso puedan llegar a formarse unas zonas en reposo.

40 Por lo demás, se ha mostrado como una ventaja en el marco del procedimiento que aquí se expone, que por ejemplo los gases de salida que contienen monóxido de carbono, que salen de los procesos precedentes, en particular de la etapa de amidación, sean conducidos conjuntamente con vapor de agua 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 otro lado, éstos son recogidos y reunidos en un lugar central y pueden ser aportados al aprovechamiento ulterior o a la evacuación como desechos.

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

Purificación previa del éster o del ácido

50 En el marco del procedimiento que aquí se expone, el objeto del presente invento se puede emplear también en conexión con un procedimiento para la purificación previa de ácido metacrílico o de un éster de ácido metacrílico, tal como se describe éste en el subsiguiente elemento de procedimiento. Así, fundamentalmente, un ácido metacrílico en bruto o un éster de ácido metacrílico en bruto es sometido a una purificación ulterior, con el fin de llegar a obtener 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 comprobado que es ventajoso que una tal purificación comprenda por lo menos dos etapas, realizándose que en una primera purificación previa, tal como se describe en el presente contexto, se eliminan los componentes del producto, que hierven a bajas temperaturas. Para esto, un éster de ácido metacrílico en bruto o respectivamente un ácido metacrílico en bruto es transferido en primer

lugar a una columna de destilación, en la que pueden ser separados los componentes que hierven a bajas temperaturas y el agua. Para esto, el éster de ácido metacrílico en bruto es aportado a una columna de destilación, siendo llevada a cabo la adición por ejemplo en la mitad superior de la columna. El sumidero de la columna es calentado con vapor de agua por ejemplo de tal manera que se alcanza una temperatura de las paredes de desde aproximadamente 50 hasta aproximadamente 120 °C. La purificación se lleva a cabo bajo vacío. La presión en el interior de la columna es, en el caso del éster, de manera preferida de desde aproximadamente 100 hasta aproximadamente 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 retiran los componentes que hierven a bajas temperaturas. En particular, éstos pueden ser por ejemplo un éter, acetona y formiato de metilo. Los vapores se condensan a continuación a través de uno o varios intercambiadores de calor. Así, por ejemplo, en algunos casos se ha acreditado llevar a cabo en primer lugar una condensación a través de dos intercambiadores de calor enfriados por 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 se hacen funcionar preferiblemente en posición vertical con el fin de aumentar la velocidad de circulación y con el fin de impedir la formación de unas fases estacionarias, siendo preferido obtener una mojadura lo más completa que sea posible. Puede estar conectado, detrás del intercambiador de calor enfriado por agua o de los intercambiadores de calor enfriados por agua, un intercambiador de calor enfriado por salmuera, pero también es posible conectar posteriormente una cascada de dos o más intercambiadores de calor enfriados por salmuera. En la cascada de intercambiadores de calor, los vapores son condensados, provistos de un agente estabilizador y aportados por ejemplo a un separador de fases. Puesto que los vapores pueden contener también agua, una fase acuosa eventualmente resultante se evacua como desecho o se aporta a un aprovechamiento ulterior. Como aprovechamiento ulterior se aconseja por ejemplo la devolución a una reacción de esterificación, por ejemplo a una reacción de esterificación, tal como la que más arriba se ha descrito. En este caso, la fase acuosa es devuelta de manera preferida al primer recipiente de esterificación.

La fase orgánica separada es alimentada como material de reflujo a la cabeza de la columna. Una parte de la fase orgánica se puede emplear por su parte para el rociado 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 está mezclada con un agente estabilizador, de esta manera se puede evitar eficazmente, por una parte, la formación de zonas en reposo. Por otra parte, la presencia del agente estabilizador da lugar a una represión ulterior de la tendencia a la polimerización de los vapores separados.

La corriente de material condensado, obtenida a partir de los intercambiadores de calor, es reunida además de ello de manera preferida con 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, de manera preferida mediante unos radiadores de vapor de agua como generadores de depresión, pueden ser sometidos nuevamente a una condensación a través de uno o varios otros intercambiadores de calor. En tal caso, se ha manifestado como ventajoso desde puntos de vista económicos 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, tales como las que resultan de la purificación principal del éster de ácido metacrílico. La ventaja de tal modo de proceder se encuentra por ejemplo en el hecho de que de esta manera una parte del éster de ácido metacrílico, que no se había condensado, en el marco de la purificación previa pueda ser transferida nuevamente a través del dispositivo separador de fases a la columna de purificación. Así, por ejemplo, se garantiza que pueda tener lugar una maximización del rendimiento y que aparezcan unas pérdidas lo más pequeñas que sean posibles del éster de ácido metacrílico. Por lo demás, mediante la elección apropiada de la estructuración y del funcionamiento de estos otros intercambiadores de calor, se puede ajustar la composición del gas de salida que abandona estos intercambiadores de calor, en particular se puede ajustar el contenido de compuestos que hierven a bajas temperaturas.

A causa de la aportación de agua en el marco de la purificación previa del éster de 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 puede aumentar continuamente en suma. Con el fin de evitar esto, puede ser ventajoso retirar desde el sistema de manera preferida continuamente una parte del agua aportada al sistema. 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. Por lo tanto, puede ser ventajoso aportar este agua a una forma de la evacuación como desechos, que aproveche este contenido de sustancias orgánicas.

Así, por ejemplo, puede ser ventajoso que un agua cargada de esta manera con sustancias orgánicas, en el marco de un procedimiento de separación de ácido sulfúrico, sea añadida a la mezcla presente en el recinto de combustión. A causa de las sustancias constituyentes oxidables, de esta manera se puede aprovechar todavía, por

lo menos parcialmente, su poder calorífico. Además de ello, de esta manera se evita con frecuencia una posiblemente costosa evacuación como desecho del agua cargada con sustancias orgánicas.

Purificación fina del éster de ácido metacrílico

5 Para la purificación fina del éster de ácido metacrílico, el éster de ácido metacrílico en bruto, previamente purificado, es sometido a una renovada destilación. En este caso, el éster de ácido metacrílico en bruto es liberado, con ayuda de una columna de destilación, de sus componentes que hierven a altas temperaturas y de esta manera se obtiene un éster de ácido metacrílico puro. Para esto, el éster de ácido metacrílico en bruto es incorporado en una columna de destilación, de vez en cuando en la mitad superior, de una manera conocida por un experto en la especialidad.

10 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, se ha comprobado en muchos casos que es ventajoso para la pureza del producto obtenido, que la columna de destilación se haga funcionar con una o varias empaquetaduras, lo que corresponda por ejemplo a las siguientes condiciones previas.

15 Por un lado, en las columnas, exactamente igual que en las otras conducciones recorridas por la corriente del éster de 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 de ácido metacrílico, lo que favorece su polimerización. Esto conduce a su vez a unas costosas interrupciones de la producción y a unas purificaciones de las correspondientes partes que están contaminadas con polímeros. La formación de espacios muertos puede ser contrarrestada, entre otras formas, mediante el recurso de que tanto por la estructuración como también por medio de un apropiado modo de funcionamiento de las columnas, éstas sean cargadas con una cantidad suficiente de líquido, de manera tal que se consiga un enjuague circundante constante de las columnas y en particular de las construcciones internas de las columnas tales como unas empaquetaduras. Así, las columnas pueden tener unos dispositivos de rociado que estén estructurados para rociar las construcciones internas de las columnas. Por lo demás, las construcciones internas de las columnas pueden estar unidas entre sí de una manera tal que apenas se forme algún espacio muerto o mejor no se forme ninguno de ellos. Para esto, las construcciones internas de las columnas pueden estar unidas unas con otras 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 una longitud de costura adhesiva de 1 m. 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 más que un 95 % de la longitud de la costura adhesiva. Otra medida constructiva puede consistir en que en las zonas internas de las columnas, en particular en las que entran en contacto con el éster de ácido metacrílico, transcurran horizontalmente menos de aproximadamente un 50 %, de manera preferida menos de aproximadamente un 25 % y de manera especialmente preferida menos de 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 una forma cónica o respectivamente con superficies oblicuas. Además, una medida técnica puede consistir en mantener tan pequeña como sea posible la cantidad líquida del éster de ácido metacrílico que se encuentre en el sumidero de la columna y por otro lado en evitar un sobrecalentamiento de esta cantidad a pesar de unas moderadas temperaturas y unas grandes superficies de evaporación durante la evaporación. En este caso, puede ser ventajoso que la cantidad de material líquido en el sumidero de la columna constituya en el intervalo de desde aproximadamente 0,1 hasta 15 % y de manera preferida de desde aproximadamente 1 hasta 10 % de la cantidad total del éster de ácido metacrílico en la columna. Las medidas técnicas propuestas en este tramo pueden encontrar aplicación también en el caso de la destilación de ácido metacrílico.

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

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

55 Este material, que predominantemente contiene el éster de ácido metacrílico, el éster de ácido hidroxiisobutírico, el ácido metacrílico y los componentes agentes estabilizadores, a continuación pasando por un recipiente de almacenamiento, por ejemplo se evacua como desechos o se aporta a una utilización en otro lugar. En muchos casos, se ha manifestado como ventajoso que el material obtenido en el sumidero de la columna sea conducido de

5 retorno a la reacción de esterificación. Por ejemplo, en tal caso el material es devuelto desde el sumidero de la columna al primer recipiente de esterificación. A partir de esto se establece la ventaja de que, con vistas a conseguir un modo de funcionamiento lo más rentable que sea posible y un rendimiento lo más alto que sea posible, se devuelvan a la reacción de esterificación los compuestos que hierven a más altas temperaturas, que están contenidos en el sumidero de la columna.

10 Por la cabeza de la columna se saca el éster de ácido metacrílico que ha sido purificado por destilación y se enfría 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 enfriados por agua o mediante unos intercambiadores de calor enfriados por salmuera o mediante una combinación de ambos. En algunos casos se ha acreditado el recurso de que los vapores que salen de la columna de destilación sean transferidos a dos o más intercambiadores de calor conectados en paralelo, que se hacen funcionar mediante enfriamiento por agua. Las porciones no condensadas, que salen de los intercambiadores de calor enfriados por agua, pueden ser introducidas por ejemplo en un intercambiador de calor enfriado por salmuera o en una cascada de dos o más intercambiadores de calor enfriados por salmuera, que pueden estar dispuestos en serie o en paralelo. Los materiales condensados obtenibles a partir de los intercambiadores de calor se introducen en un recipiente colector y se aportan por medio de una bomba, a través de otro intercambiador de calor o de una cascada de dos o más otros intercambiadores de calor, a un recipiente de amortiguación. La corriente de material condensado es enfriada en este caso, por ejemplo a través de una cascada de uno o dos intercambiadores de calor enfriados por agua y de uno o dos intercambiadores de calor enfriados por salmuera, hasta una temperatura situada en un intervalo de desde aproximadamente 0 hasta aproximadamente 20 °C, de manera preferida desde aproximadamente 0 hasta aproximadamente 15 °C y de manera especialmente preferida en un intervalo de desde aproximadamente 2 hasta 10 °C.

25 De la corriente de material condensado se saca una corriente parcial, que se devuelve, a través de la cabeza de la columna, a la columna de destilación. La alimentación de la corriente de material condensado a la cabeza de la columna puede efectuarse en este 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 se alimente, por ejemplo se introduzca por rociado, 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.

30 Otra corriente parcial del material condensado que está previsto para su devolución a la columna se puede derivar, por ejemplo antes de la introducción en la conducción para vapores, e introducir directamente en la cabeza de la columna. También en este caso, es preferido que con esta alimentación se introduzca un agente estabilizador en la cabeza de la columna. La introducción en la cabeza de la columna puede realizarse por ejemplo de tal manera que el interior de la cabeza de la columna sea rociado con el material condensado, de forma tal no puedan formarse en la cabeza de la columna unas zonas en reposo, en las que pueda efectuarse una polimerización del éster de ácido metacrílico. Además de ello, puede ser ventajoso que a una corriente parcial de material condensado, que es devuelta a la columna, se le aporte un agente estabilizador para evitar la polimerización. Esto puede realizarse, por ejemplo de tal manera que a la corriente parcial de material condensado, que está 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, en algunos casos se ha manifestado como ventajoso que la corriente parcial del material condensado, después de la adición del agente estabilizador pero antes de la entrada en la cabeza de la columna, atravesase 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.

45 Las sustancias gaseosas no condensadas, que resultan en el marco del procedimiento de purificación, se aportan por ejemplo a la evacuación como desechos.

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

50 Con el fin de eliminar desde el producto eventualmente otras impurezas y de llegar a conseguir unos ésteres de ácido metacrílico purísimos, el producto puede ser sometido todavía a una etapa de purificación por absorción. En tal contexto se ha acreditado por ejemplo que se purifique aún más, con ayuda de un tamices moleculares, el producto puro en su totalidad o por lo menos una parte del producto puro. Especialmente, las impurezas de carácter ácido, en particular el ácido fórmico que se ha formado en el marco del procedimiento de preparación, se puede eliminar de este modo de una manera sencilla desde la corriente de productos. En este caso se ha acreditado además de ello en algunos casos, que la corriente de productos, después de haber atravesado la etapa de purificación por adsorción, atravesase de nuevo todavía uno o varios filtros, con el fin de eliminar los materiales sólidos que eventualmente están contenidos en el producto.

Las corrientes de sustancias que resultan en el marco del tratamiento comprenden de manera preferida unos compuestos polimerizables. Con el fin de reprimir la formación de zonas en reposo, tal como ya se ha descrito varias veces en el marco de este texto, se ha comprobado que es ventajoso también en el caso del procedimiento que aquí se describe, que las partes de la instalación, que entran en contacto con unos ésteres de ácido metacrílico, sean inundadas constantemente con los ésteres de ácido metacrílico. En el caso de otra forma de realización del procedimiento que aquí se expone, por lo tanto una corriente parcial de un éster de ácido metacrílico es sacada detrás del recipiente de amortiguación pero antes de la etapa de purificación por absorción, con el fin de enjuagar superiormente las zonas de cabeza de aquellos intercambiadores de calor que reciben a los vapores que proceden de la columna de destilación.

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

Separación por arrastre del ácido gastado

En el marco del procedimiento que aquí se expone puede ser conveniente, por ejemplo en otro elemento del procedimiento, someter a una purificación al ácido sulfúrico gastado, que se forma en el caso del procedimiento, con el fin de devolverlo a continuación nuevamente al procedimiento. En este caso, por ejemplo una corriente con ácido sulfúrico gastado, tal como se puede obtener a partir de la esterificación, puede ser cargada con vapor de agua en un recipiente de flotación. En este caso se puede separar por lo menos una parte de los materiales sólidos contenidos por encima de la superficie del material líquido, pudiendo ser eliminados desde el circuito estos materiales sólidos separados. Los vapores a continuación en un intercambiador de calor, que tiene de manera referida un enfriamiento por agua, se condensan, se enfrían y se devuelven a la reacción de esterificación.

En este contexto, se ha manifestado como ventajoso en algunos casos que para la disminución de la corrosión en los intercambiadores de calor y para el mejoramiento adicional del efecto de enfriamiento, una mezcla de agua y de compuestos orgánicos, tal como se obtiene en el marco de la esterificación, en la purificación por lavado del éster de ácido metacrílico que se ha preparado, se introduzca en los intercambiadores de calor, de tal manera que las cabezas de los intercambiadores de calor sean rociadas con esta mezcla. Junto al efecto de disminución de la corrosión y del enfriamiento del ácido en un intercambiador de calor, este modo de proceder tiene otra ventaja más. El material que procede de la esterificación (una mezcla de agua y predominantemente metanol), en común con el ácido metacrílico y el éster de ácido metacrílico que procede precisamente de este proceso, es devuelto al proceso de esterificación. En el dispositivo separador por arrastre se obtienen, mediante la operación de flotación más arriba descrita, unas mezclas de un ácido y de materiales sólidos. Éstas, después de su separación son aportadas a otra utilización arbitraria o a la evacuación como desechos. Es posible, por ejemplo, quemar la mezcla obtenida en una instalación de disociación y de este modo producir de nuevo ácido sulfúrico, y con el fin de recuperar una parte de la energía consumida en el proceso.

Los compuestos gaseosos no condensables que resultan al efectuar la separación por arrastre, se aportan a una utilización ulterior arbitraria o se evacúan como desechos.

La instalación que aquí se describe para la eliminación de materiales sólidos procedentes del ácido gastado así como para la devolución de un material desde el proceso de esterificación precisamente a este proceso, puede realizarse también por ejemplo por duplicado, por motivos de la seguridad del funcionamiento. Así, los dos o más recipientes de flotación se pueden emplear de manera desfasada en el tiempo. Puesto que en estos recipientes se pueden sedimentar unos materiales sólidos, es ventajoso eliminar a éstos, cuando el respectivo recipiente de flotación no se encuentre en empleo.

Lo que antecede se explica ahora seguidamente con mayor detalle con ayuda de unos dibujos y ejemplos no limitativos. Muestran de manera esquemática:

- La Fig. 1: un conjunto de instalaciones para la preparación y el tratamiento de ácido metacrílico o respectivamente de metacrilato de metilo,
- la Fig. 2: una instalación para la preparación de cianhidrina de acetona,
- la Fig. 3: una instalación de 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, y
- la Fig. 7: una instalación para la purificación fina del éster.

En la Fig. 1 se muestran los elementos preferidos de un conjunto de instalaciones 1 destinado a la preparación de ácido metacrílico o respectivamente de ésteres de ácido metacrílico y de sus productos de tratamiento ulterior. El conjunto de instalaciones 1 tiene diferentes instalaciones, unidas entre ellas en la mayor parte de los casos conduciendo fluidos, como elementos de este conjunto. A este conjunto de instalaciones pertenece la instalación de preparación de cianhidrina de acetona 20, seguida por la instalación de tratamiento de cianhidrina de acetona 30, seguida por una instalación de amidación 40, seguida por una instalación de esterificación/hidrólisis 50/50a), seguida por una instalación de tratamiento de un éster o de ácido metacrílico 60, seguida a su vez por una instalación de purificación fina 70, después de la cual se presenta el éster, en la mayor parte de los casos metacrilato de metilo, o ácido metacrílico. El éster puro / el ácido puro se puede aportar a una instalación de tratamiento ulterior 80. Como instalaciones de tratamiento ulterior 80 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 poli(metacrilatos), y en los reactores para reacciones orgánicas, los monómeros puros aquí obtenidos se pueden convertir químicamente en otros compuestos orgánicos. A la instalación de tratamiento ulterior o a las instalaciones de tratamiento ulterior 80 les sigue una instalación de confección 90. Si es que en el caso de los productos de tratamiento ulterior se trata de unos polímeros a base del ácido metacrílico o de un éster de ácido metacrílico, en particular metacrilato de metilo, éstos se convierten ulteriormente en fibras, masas de moldeo, en particular un material granulado, láminas, planchas, piezas de automóviles y otros cuerpos moldeados mediante unos apropiados aparatos, tales como extrusoras, extrusoras con soplado, aparatos de moldeo por inyección, toberas de hilatura y otros similares. Por lo demás el conjunto de instalaciones 1 contiene en muchos casos una instalación para ácido sulfúrico 100. En este caso entran en consideración fundamentalmente todas las instalaciones para ácido sulfúrico que aparezca como apropiadas para esto. A modo de ejemplo, se remitirá en este contexto a lo que se dice en el capítulo 4, páginas 89 y siguientes de la publicación "Integrated Pollution Prevention and Control - Draft Reference Document on Best Available Techniques for the Manufacture of Large Volume Inorganic Chemicals – Ammonia Acids and Fertilizers" ["Prevención y control de la contaminación integrados - proyecto de documento de referencia acerca de las mejores técnicas disponibles para la producción de productos químicos inorgánicos en gran volumen – amoníaco, ácidos y fertilizantes"], obtenibles a través de la Comisión Europea. La instalación para ácido sulfúrico 100 está unida con una serie de otras instalaciones. Así, la instalación de producción de cianhidrina de acetona 20 es abastecida con ácido sulfúrico a través de una conducción para ácido sulfúrico 2. Además, existe otra conducción para ácido sulfúrico 3 entre la instalación para ácido sulfúrico 100 y la instalación de amidación 40. El ácido sulfúrico diluido, designado como "ácido gastado" procedente de la instalación de esterificación 50 (de hidrólisis 50a) es transferido a la instalación para ácido sulfúrico 100 a través de las conducciones 4 y respectivamente 5 para ácido sulfúrico gastado. En la instalación para ácido sulfúrico 100 el ácido sulfúrico diluido puede ser sometido a tratamiento. El tratamiento del ácido sulfúrico diluido puede efectuarse por ejemplo tal como se ha descrito en los documentos de solicitudes de patentes internacionales WO 02/23088 A1 o WO 02/23089 A1. Por lo general, las instalaciones están ejecutadas de una manera habitual para un experto en la especialidad y que aparezca como apropiada para las respectivas exigencias. En la mayor parte de los casos se trata en este contexto de un acero inoxidable que debe de poseer en particular una especial resistencia a los ácidos. Las zonas de las instalaciones, que deben de trabajar con ácido sulfúrico y en particular con ácido sulfúrico concentrado, están además de ello revestidas y protegidas con materiales cerámicos o materiales sintéticos. Por lo demás, el ácido metacrílico obtenido en la instalación para ácido metacrílico 50a se puede aportar a través de una conducción 6 para ácido metacrílico a la instalación de purificación previa 60. Por lo demás, se ha acreditado el recurso de añadir un agente estabilizador caracterizado con "S" a las instalaciones de preparación de cianhidrina de acetona 20, de amidación 40, de esterificación 50, de hidrólisis 50a, de purificación previa 60 y también de purificación 70.

En la instalación de preparación de cianhidrina de acetona 20 que se representa en la Figura 2, la acetona se pone a disposición en un recipiente 21 para acetona y el ácido cianhídrico se pone a disposición para ácido cianhídrico 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 enfriamiento 24. En la torre de lavado 23 desembocan una serie de conducciones para gases de salida 25, que proceden de diferentes instalaciones del conjunto de instalaciones 1. En un reactor de bucle 26 se alimenta la acetona a través de la conducción de aportación de acetona 27 y el ácido cianhídrico a través de la conducción de aportación de ácido cianhídrico 28, corriente debajo de la conducción de aportación de ácido cianhídrico 28 se encuentra una bomba 29, seguida a su vez por una disposición de alimentación de catalizador 210 a la que le sigue un mezclador estático 211. Después de esto sigue un intercambiador de calor 212, que tiene una serie de resistencias a la circulación 213 y por lo menos una conducción de enfriamiento 214. En el reactor de bucle 26, la mezcla de reacción, que se compone de acetona, ácido cianhídrico y un catalizador, es conducida en una parte considerable a un circuito, que es caracterizado por líneas gruesas. Desde el intercambiador de calor 212, la mezcla de reacción es conducida a través de las resistencias a la circulación a lo largo de las conducciones de enfriamiento 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 una parte de un circuito de enfriamiento 218 provisto de un intercambiador de calor 219, con lo que el producto de reacción es por una parte mantenido en movimiento y por otra parte mantenido frío. A través de una conducción de salida 220 que sigue al recipiente colector 216 está conectado un recipiente para agente estabilizador 221 en el que desemboca una conducción de aportación del ácido sulfúrico 222 y desde la que la cianhidrina de acetona en bruto es conducida a través de la conducción de salida 223 a la instalación de tratamiento de cianhidrina de acetona 30.

En la Figura 3, procediendo de la instalación de preparación de cianhidrina 20 la conducción de salida 223 desemboca en un intercambiador de calor 31, en el que es calentada la corriente que procede de la instalación de preparación de cianhidrina 20. Al intercambiador de calor 31 le sigue una conducción de aportación de vapores 32, que desemboca en la zona superior, de manera preferida en la zona de cabeza, de una columna 33. La columna 33 tiene un gran número de empaquetaduras 34, que en la mayor parte de los casos están ejecutadas como platos. En la zona inferior de la columna 33 se encuentra el sumidero 35 de la columna, a partir del cual una conducción de salida del sumidero 36 conduce al intercambiador de calor 31 y que calienta las corrientes conducidas a través de la conducción de salida 233 hasta el intercambiador de calor 31. A los intercambiadores de calor 31 les sigue también una conducción para productos puros 37, 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 de salida 38 desde 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 comunicados a través de unas conducciones con un recipiente de enfriamiento 312, al que le sigue una conducción de retorno 313, que está unida con el reactor de bucle 26 en la instalación de preparación de cianhidrina de acetona 20.

La instalación de amidación 40 reproducida en la Fig. 4 tiene, en primer lugar, una conducción de aportación de cianhidrina de acetona 41 y una conducción de aportación de ácido sulfúrico 42, que desembocan en un reactor de bucle 43. La conducción de aportación de cianhidrina de acetona 41 unida con la instalación de tratamiento de cianhidrina de acetona 30 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 de aportación de ácido sulfúrico 42. Corriente abajo del mezclador 45 sigue un intercambiador de calor 46, que a su vez desemboca en un dispositivo separador de gases 47, desde que, por un lado, salen una conducción de salida de gases 48 y una conducción de aportación 49 a otro reactor de bucle 410. El otro reactor de bucle 410 o un tercero de ellos está construido de una manera comparable al primer reactor de bucle 43. Desde el otro reactor de bucle 410 sales una conducción de aportación 411 a un intercambiador de calor 412, al que le sigue un dispositivo separador de gases 413, desde el que salen, por un lado, una conducción de salida de gases 414 y una conducción para amidas 415, que conducen a una instalación de esterificación y saponificación 50 / de MAS 50a.

La Figura 5 muestra la instalación de esterificación 50, en la que una conducción para disolventes 51, que conduce agua y disolventes orgánicos, y una conducción 52 para amidas, unida con la instalación de amidación 40, desembocan en un recipiente 53, que puede ser calentado mediante un sistema de calentamiento de recipientes 54. En el recipiente 53 desemboca por lo demás una conducción para alcohol 55 dibujada de trazos. La conducción para alcohol 55 desemboca tanto en la zona superior como también en la zona inferior del recipiente 53. A través de una conducción para vapores de éster 56, caracterizada con puntos y rayas, el primer recipiente 53 está comunicado con otro recipiente 53', que tiene otro sistema de calentamiento de recipientes 54'. También este otro recipiente 53' está comunicado tanto desde abajo como también desde arriba con la conducción para alcohol 55. A la zona superior del recipiente 53' le sigue la conducción para vapores de éster 56, que desemboca en un sumidero 57 de una columna 58. Por lo demás, en la zona superior del recipiente 53' se encuentra una conducción para ácido sulfúrico diluido 59. Una unidad de recipiente 510, enmarcada dentro de la elipse dibujada de puntos, está formada a partir de unos recipientes 53 y 54 calentables con una conducción para alcohol 55 y una conducción para vapores de éster 56. Pueden seguirse unos a otros, a modo de una cascada, una, dos o más de estas unidades de recipientes, estando unida cada una de estas unidades de recipientes 510, a través de la conducción para vapores de éster 56, con el sumidero 57 de la columna 58. A partir del sumidero 57 de la columna 58 por lo demás, una conducción para compuestos que hierven difícilmente 511 conduce al recipiente 53, con el fin de aportar de nuevo a la esterificación agua y disolventes orgánicos. En la zona superior, de manera preferida en la cabeza, de la columna 58, sigue a través de una conducción apropiada un primer intercambiador de calor 512, seguido por otro dispositivo separador de fases 513. Tanto por la cabeza de la columna 58 como también en el primer intercambiador de calor 512 pueden estar previstas unas primera conducción de aportación para el agente estabilizador 514 (el agente estabilizador es caracterizado con "S") así como otra conducción de aportación para el agente estabilizador 515, con el fin de aportar un agente inhibidor o respectivamente estabilizador, que impide una polimerización indeseada. Al otro dispositivo separador de fases 513 le sigue un dispositivo lavador 516, de cuya zona inferior sale una conducción para disolvente 517, que desemboca a través de un intercambiador de calor 521 en la conducción para disolvente 51. Desde la zona superior del dispositivo lavador 516 sale una conducción para el éster en bruto, que desemboca en la instalación de tratamiento del éster 60. La conducción para el ácido gastado 59, que sale desde la zona superior del recipiente 53' o del recipiente de la última unidad de recipientes 510, desemboca en un recipiente de flotación 519 para efectuar la separación de los materiales sólidos o respectivamente de los componentes no solubles en el ácido gastado. A partir del recipiente de flotación 519 sale una conducción de salida del ácido gastado 520 a la instalación de tratamiento de ácido sulfúrico 100 así como una conducción para vapores que hierven a bajas temperaturas 522 que conduce los componentes que hierven a bajas temperaturas hasta el tratamiento ulterior y la devolución a la esterificación.

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

En la Figura 7 la conducción de salida de ésteres 65, que procede de la instalación de tratamiento del éster 60, 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 de calentamiento 73 del sumidero de la columna. Desde la zona de cabeza de la columna de destilación 71 una conducción para vapores del éster puro 74 lleva a un primer intercambiador de calor 75 al que siguen uno (o varios) otro(s) intercambiadores de calor 76, los cuales están comunicados con un generador de depresión 717. La salida del otro intercambiador de calor 76 tiene una conducción, desde la que, por una parte, una conducción de retorno del éster 77 desemboca en la zona superior de la columna de destilación 71 o respectivamente en la cabeza de esta columna de destilación. La conducción de retorno del éster 77 tiene un sistema de adición dosificada de agentes estabilizadores 79, que está dispuesto en la conducción de retorno del éster 77 delante de un mezclador 78. Por otro lado, de la conducción del otro intercambiador de calor 76 sale una conducción de salida del éster puro 710. A ésta les sigue, en una conexión en serie, un intercambiador de calor 711 adicional y otro intercambiador de calor 712. A éste le sigue un recipiente de tamices moleculares 713, que tiene unas empaquetaduras de tamices moleculares 714. Purificado adicionalmente a través del tamices moleculares, el éster purísimo es transferido a través de la conducción de salida del éster purísimo, que sigue al recipiente de tamices moleculares, a la instalación de tratamiento ulterior 80.

Lista de signos de referencia

	1	conjunto de instalaciones
30	2	conducción para el ácido sulfúrico
	3	otra conducción para el ácido sulfúrico
	4	conducción para el ácido sulfúrico gastado y el éster
	5	conducción para el ácido sulfúrico gastado y el ácido
	6	conducción para el ácido metacrílico
35	20	instalación de preparación de cianhidrina de acetona
	30	instalación de tratamiento de cianhidrina de acetona
	40	instalación de amidación
	50	instalación de esterificación
	50a	instalación de hidrólisis
40	60	instalación de purificación previa
	70	instalación de purificación fina
	80	instalación de tratamiento ulterior
	90	instalación de confección
	100	instalación para ácido sulfúrico
45	21	recipiente para acetona
	22	recipiente para ácido cianhídrico
	23	torre de lavado
	24	elementos de enfriamiento
	25	conducciones para gas de salida
50	26	reactor de bucle
	27	conducción de aportación de acetona
	28	conducción de aportación de ácido cianhídrico
	29	bomba
	210	conducción de aportación de catalizador
55	211	mezclador
	212	intercambiador de calor
	213	resistencia a la circulación
	214	conducciones de enfriamiento
	215	intercambiadores de calor
60	216	recipientes colectores
	217	tobera
	218	circuito de enfriamiento

	219	intercambiador de calor
	220	conducción de salida
	221	recipiente para agentes estabilizadores
	222	conducción de aportación de ácido sulfúrico
5	223	conducción de salida
	31	intercambiador de calor
	32	conducción de aportación de vapores
	33	columna
	34	empaquetaduras
10	35	sumidero de la columna con un intercambiador de calor
	36	conducción de salida desde el sumidero
	37	conducción para productos puros
	38	conducción de salida desde la cabeza
	39	intercambiador de calor
15	310	bomba de vacío
	311	intercambiador de calor
	312	recipiente de enfriamiento
	313	conducción de retorno
	41	conducción de aportación de cianhidrina de acetona
20	42	conducción de aportación de ácido sulfúrico
	43	reactor de bucle
	44	bomba
	45	mezclador
	46	intercambiador de calor
25	47	dispositivo separador de gases
	48	conducción de salida de gases
	49	conducción de aportación
	410	otro reactor de bucle
	411	conducción de aportación
30	412	intercambiador de calor
	413	dispositivo separador de gases
	414	conducción de salida de gases
	415	conducción para la amida
	51	conducción para los disolventes
35	52	conducción para la amida
	53	primer recipiente
	54	primer dispositivo de calentamiento de recipiente
	53'	otro recipiente
	54'	otro dispositivo de calentamiento de recipiente
40	55	conducción para el alcohol
	56	conducción para vapores de ésteres
	57	sumidero de la columna
	58	columna
	59	conducción para ácido gastado
45	510	unidad de recipiente
	511	conducción para compuestos que hierven difícilmente
	512	intercambiador de calor
	513	dispositivo separador de fases
	514	conducción de aportación de agente estabilizador
50	515	otra conducción de aportación de agente estabilizador
	516	columna de extracción
	517	solución para disolventes
	518	conducción para el éster en bruto
	519	recipiente de flotación
55	520	conducción de salida del ácido gastado
	521	intercambiador de calor
	522	conducción para vapores de compuestos que hierven a baja temperatura
	61	conducción de aportación del éster en bruto
	62	columna de destilación en vacío
60	63	construcciones internas de la columna
	64	dispositivo de calentamiento de sumidero
	65	conducción de salida del éster
	66	intercambiador de calor
	67	intercambiador de calor
65	68	conducción de aportación de agua
	69	dispositivo separador de fases

	610	conducción de salida de agua
	611	conducción de retorno
	612	conducción a depresión
	613	generador de depresión
5	71	columna de destilación
	72	construcciones internas de la columna
	73	dispositivo de calentamiento del sumidero de la columna
	74	conducción para vapores del éster puro
	75	primer intercambiador de calor
10	76	otro intercambiador de calor
	77	conducción de retorno del éster
	78	mezclador
	79	dispositivo de adición dosificada de agentes estabilizadores
	710	conducción de salida del éster puro
15	711	intercambiador de calor adicional
	712	otros intercambiadores de calor
	713	recipiente de tamices moleculares
	714	empaquetaduras de tamices moleculares
	715	conducción de salida del éster purísimo
20	716	conducción para compuestos que hierven difícilmente
	717	generador de depresión

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de cianhidrina de acetona que contiene como etapas las de:
 - A. poner en contacto acetona y ácido cianhídrico en un reactor para formar una mezcla de reacción, circulando la mezcla de reacción y obteniéndose cianhidrina de acetona,
 - 5 B. enfriar por lo menos a una parte de la mezcla de reacción,
 - C. dejar salir desde el reactor por lo menos a una parte de la cianhidrina de acetona producida;
 - D. destilar continuamente la cianhidrina de acetona producida retirada mediando obtención de un producto de colas con cianhidrina de acetona y un producto de cabezas con acetona en una columna de destilación;
 - E. devolver por lo menos una parte del producto de cabezas con acetona a la etapa A.,
 - 10 siendo mantenido el producto de cabezas con acetona, durante la devolución, a menos de 60 °C.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la cianhidrina de acetona retirada es calentada mediante el producto de colas con cianhidrina de acetona.

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2 en el que la columna de destilación se compone de una mitad superior y de una mitad inferior, y la cianhidrina de acetona retirada es alimentada en la mitad superior.

- 15 4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la cianhidrina de acetona alimentada tiene una temperatura situada en un intervalo de desde aproximadamente 40 hasta aproximadamente 100 °C.

5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3 o 4, en la que por lo menos una parte de la zona inferior es mantenida a una temperatura situada en un intervalo de desde aproximadamente 80 hasta aproximadamente 140 °C.

- 20 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, en el que el producto de colas con cianhidrina de acetona tiene una temperatura situada en un intervalo de desde aproximadamente 80 hasta aproximadamente 120 °C.

7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, en el que por lo menos a las columnas se aplica una presión situada en un intervalo de desde aproximadamente 10 hasta aproximadamente 250 mbar.

- 25 8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la depresión es generada mediante una bomba que funciona en seco.

9. Un procedimiento para la preparación de un éster alquílico de ácido metacrílico que contiene como etapas las de:
 - a. preparar una cianhidrina de acetona de acuerdo con un procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes;
 - 30 b. poner en contacto la cianhidrina de acetona con un ácido inorgánico mediando obtención de una metacrilamida;
 - c. poner en contacto la metacrilamida con un alcohol mediando obtención de un éster alquílico de ácido metacrílico;
 - d. eventualmente purificar el éster alquílico de ácido metacrílico.

- 35 10. Un procedimiento para la preparación de ácido metacrílico, que contiene como etapas las de:
 - α) preparar una cianhidrina de acetona de acuerdo con un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 8;
 - β) poner en contacto la cianhidrina de acetona con un ácido inorgánico mediando obtención de una metacrilamida;
 - 40 γ) hacer reaccionar la metacrilamida con agua para dar el ácido metacrílico.

11. Un dispositivo para la preparación de ésteres alquílicos de ácido metacrílico, que comprende, unidos entre sí conduciendo fluidos;
 - un elemento de instalación para la preparación de cianhidrina de acetona, seguido por;
 - un elemento de instalación para la preparación de metacrilamida, seguido por;
 - 45 - un elemento de instalación para la preparación de un éster alquílico de ácido metacrílico, seguido eventualmente por;
 - un elemento de instalación para la purificación del éster alquílico de ácido metacrílico, seguido eventualmente por;
 - un elemento de instalación para la polimerización, seguido eventualmente por;
 - 50 - un elemento de instalación para la confección,
 conteniendo el elemento de instalación para la preparación de cianhidrina de acetona

- un reactor que contiene un dispositivo de enfriamiento;
 - una columna unida con el reactor a través de una conducción para productos, que contiene
 - una zona de sumidero y una conducción de salida unida con la zona de sumidero,
 - una zona de cabeza unida con el reactor de modo libre de elementos de calentamiento a través de una conducción de retorno,
 - 5 -- un intercambiador de calor unido con la conducción para productos y con la conducción de salida.
12. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 11, componiéndose la columna de destilación de una mitad superior y de una mitad inferior y desembocando la conducción para productos en la mitad superior.
- 10 13. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 11 ó 12, conteniendo la columna de destilación unas construcciones internas de columna.
14. Dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 11 hasta 13, estando unida la columna de destilación con un generador de depresión.
15. Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 14, siendo el generador de depresión una bomba que funciona en seco.
- 15 16. Dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 11 hasta 15, componiéndose la columna de destilación de una mitad superior y de una mitad inferior y estando unida la mitad superior con el reactor.
17. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9 o 10, efectuándose el procedimiento en un dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 11 hasta 16.
- 20 18. Un procedimiento para la preparación de unos polímeros que se basan por lo menos parcialmente en ésteres alquílicos de ácido metacrílico, que contiene las etapas de:
 - A1) preparar un éster alquílico de ácido metacrílico de acuerdo con un procedimiento según las reivindicaciones 9 o 17;
 - A2) polimerizar el éster alquílico de ácido metacrílico y eventualmente un comonomero;
 - A3) tratar el éster alquílico de ácido metacrílico.
- 25 19. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 18, efectuándose la polimerización mediante una polimerización catalizada por radicales.

Fig. 1

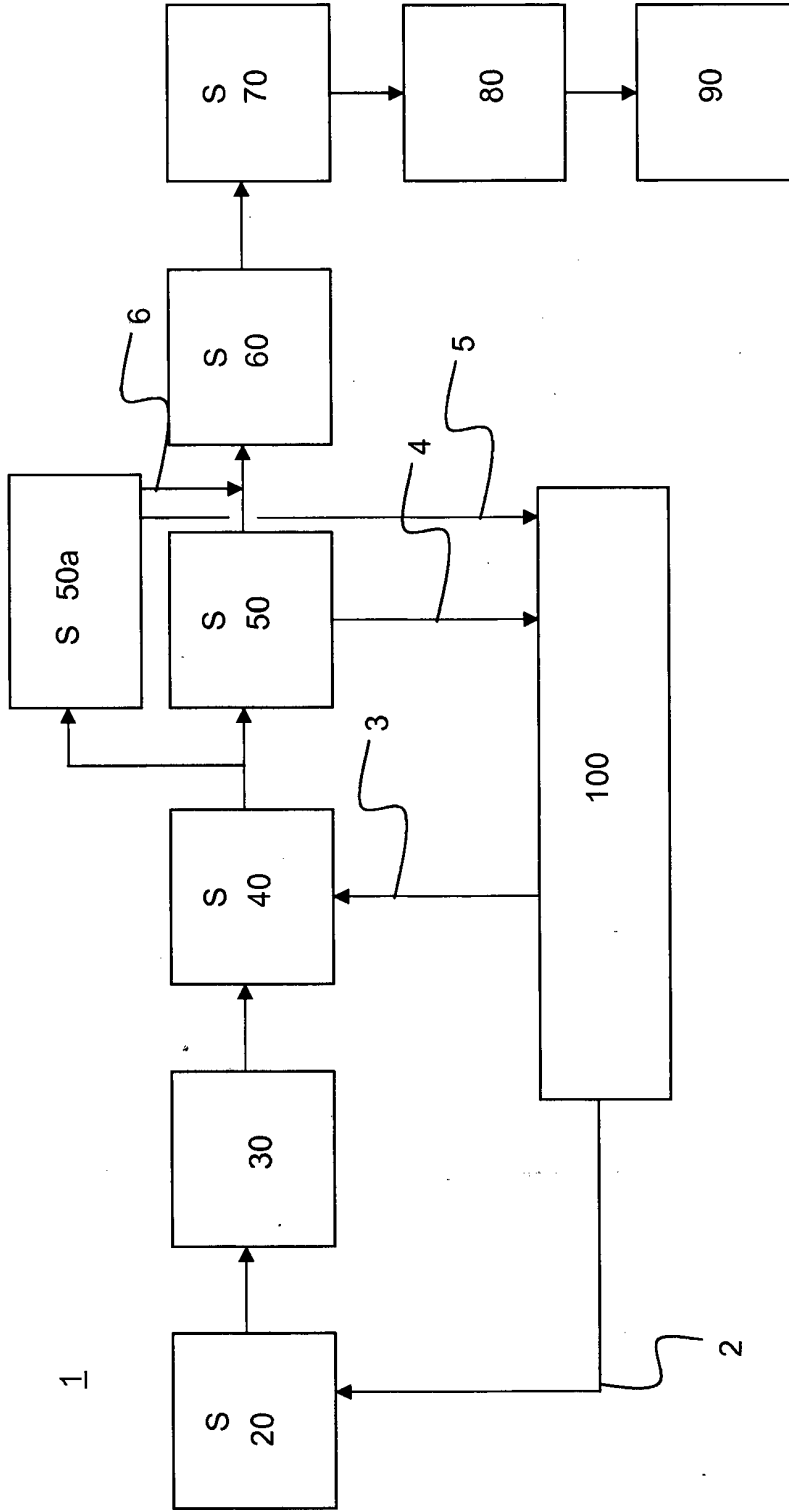


Fig. 2

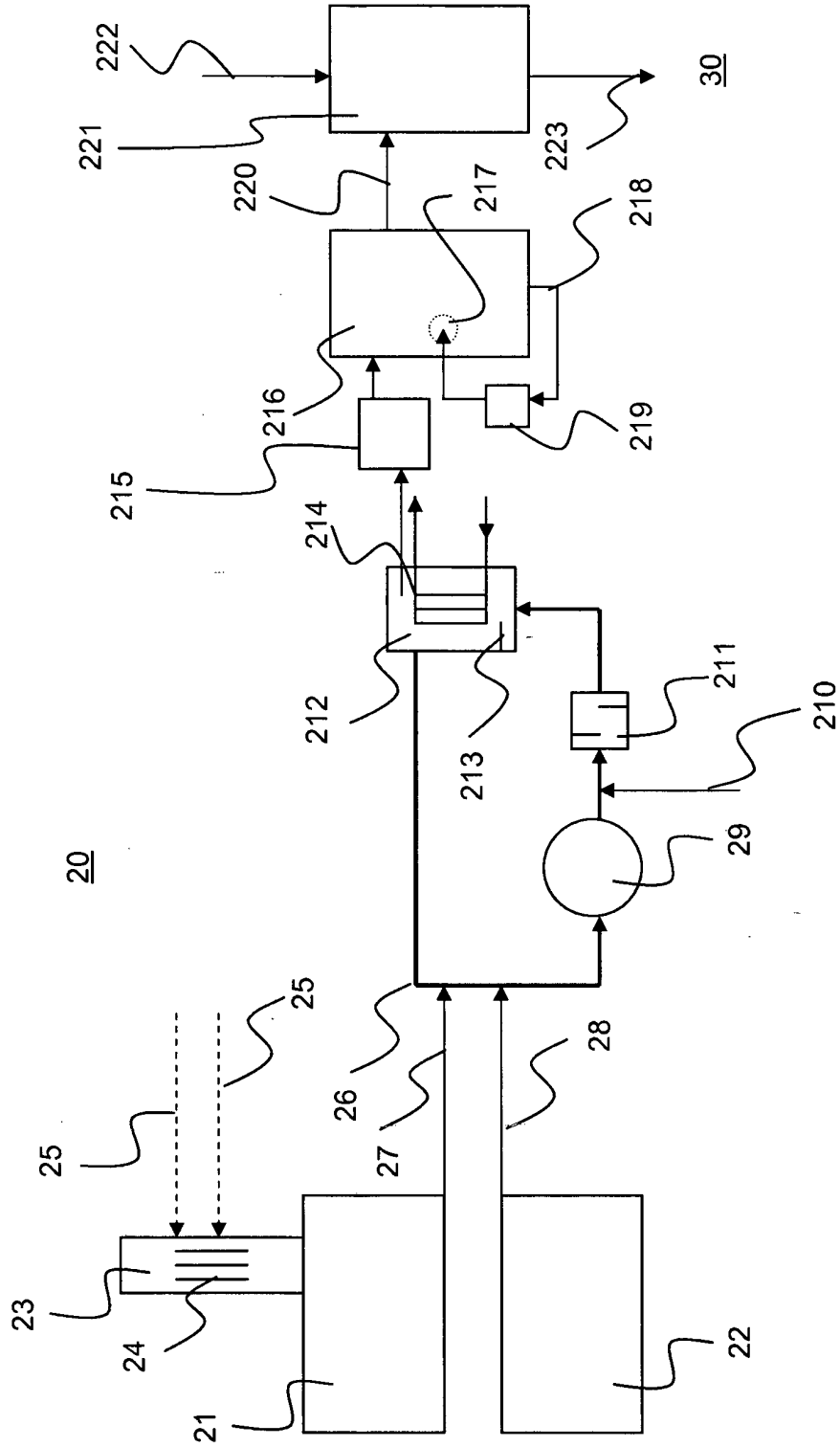


Fig. 3

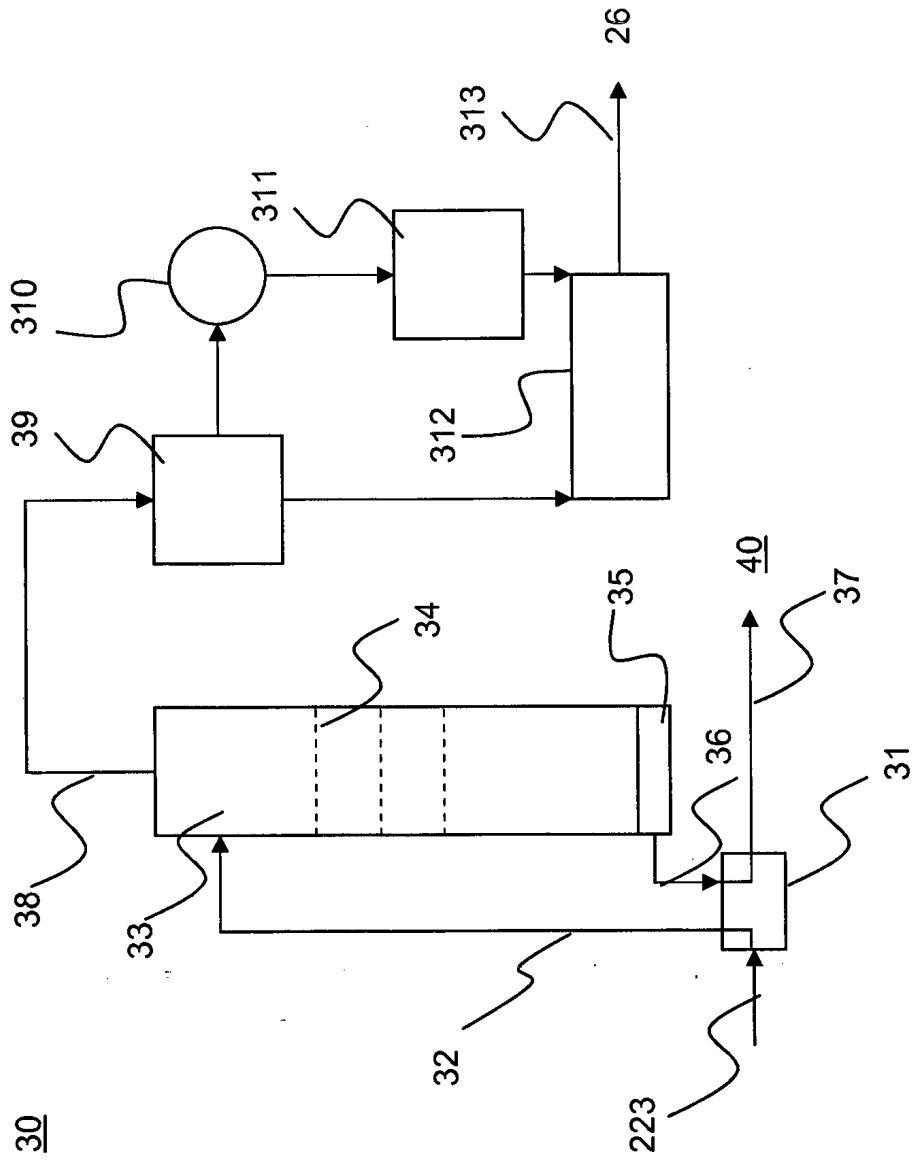


Fig. 4

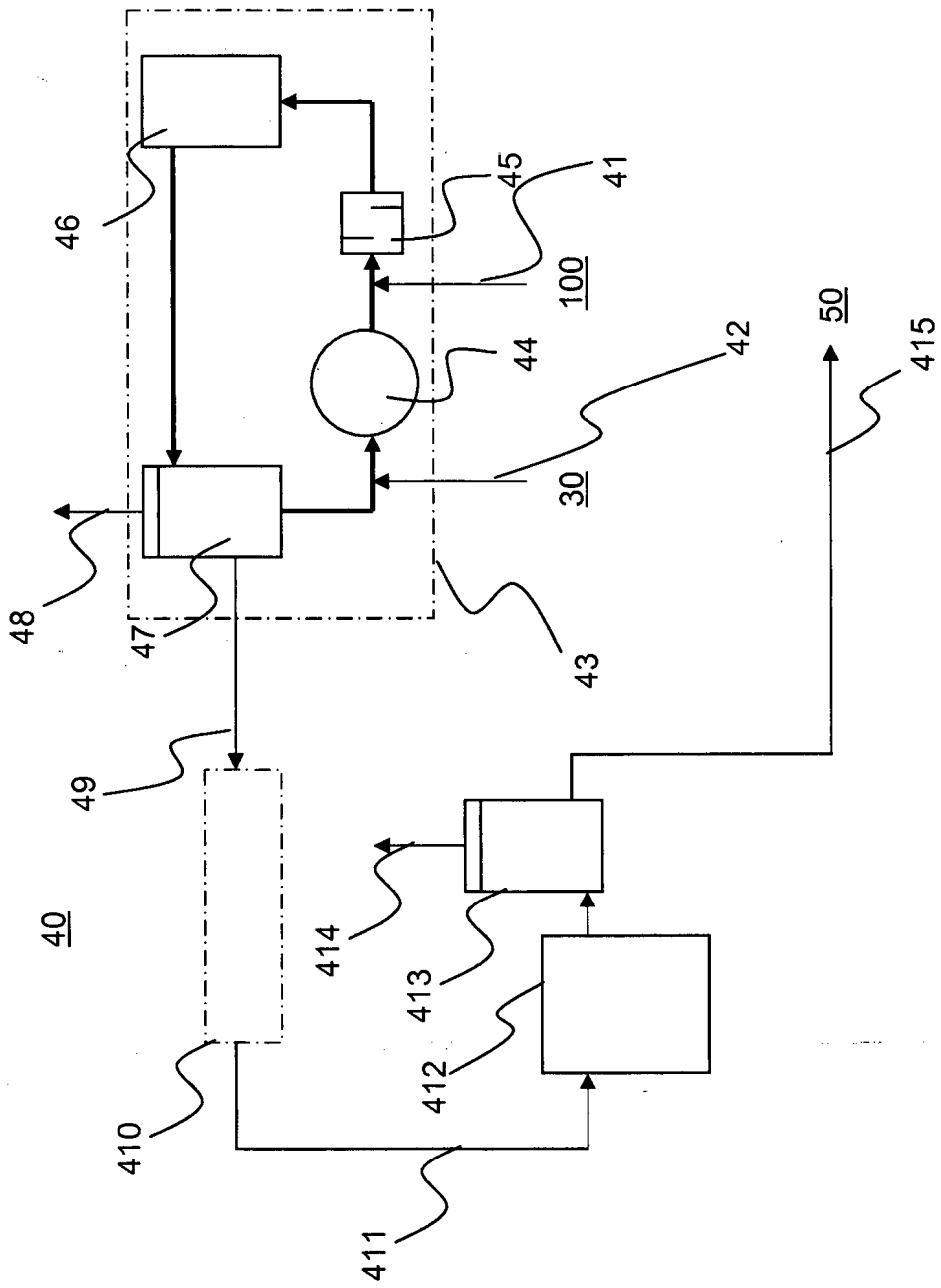


Fig. 5

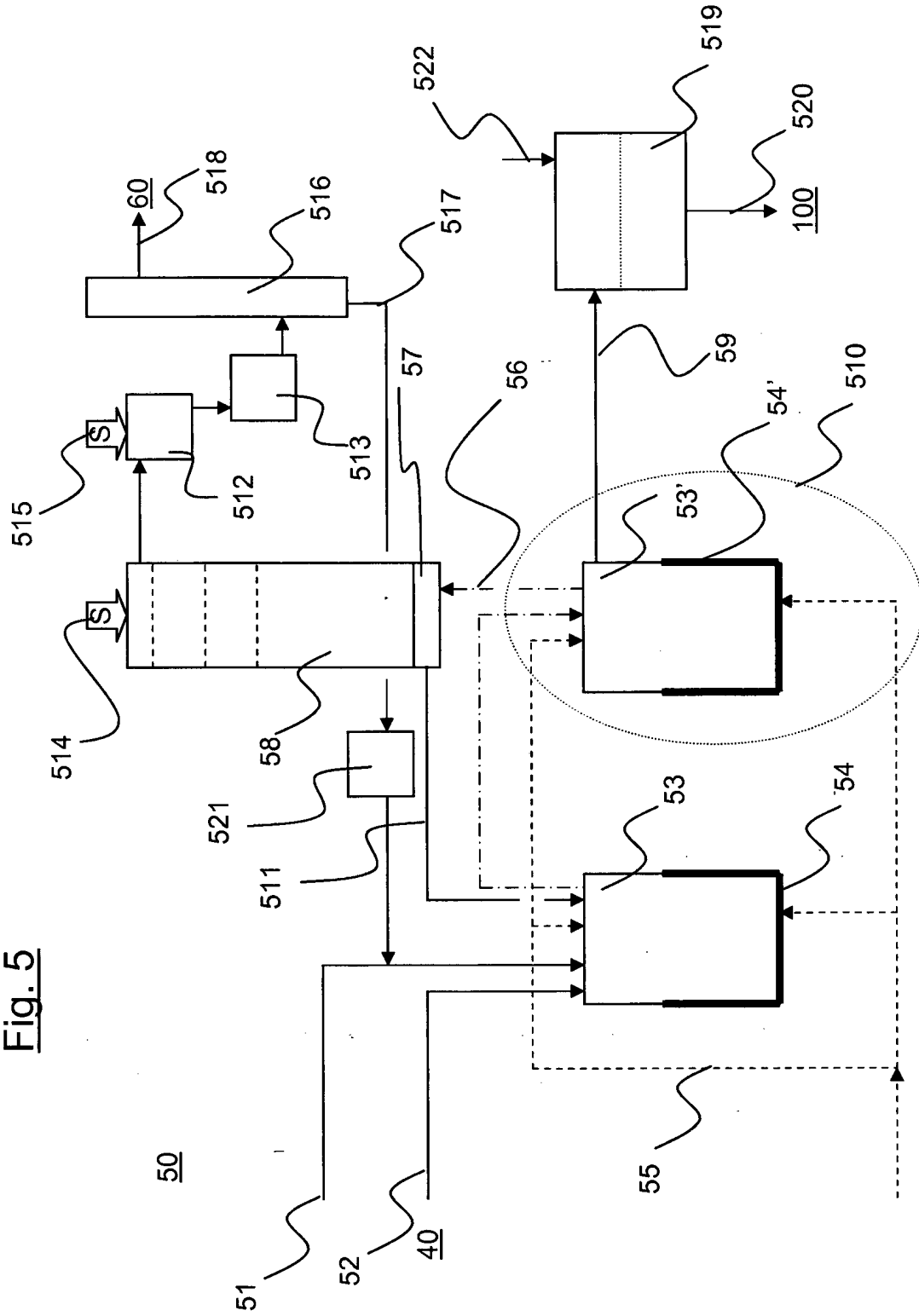


Fig. 6

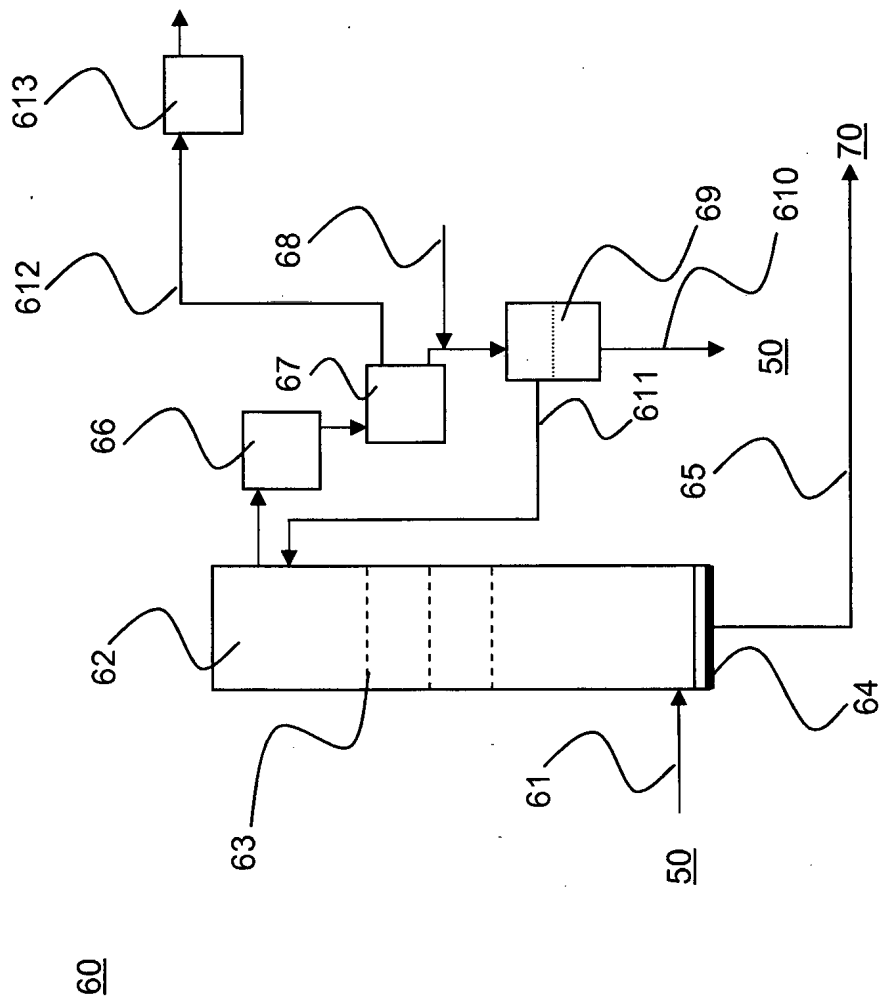


Fig. 7

