

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 547 412**

51 Int. Cl.:

C07C 51/25 (2006.01)
B01D 3/14 (2006.01)
B01D 3/22 (2006.01)
B01D 3/24 (2006.01)
B01D 3/32 (2006.01)
B01J 8/22 (2006.01)
B01J 14/00 (2006.01)
B01J 19/00 (2006.01)
B01J 19/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.12.2002 E 10190825 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.07.2015 EP 2311790**

54 Título: **Procedimiento de producción de ácidos (met)acrílicos**

30 Prioridad:

04.12.2001 JP 2001369636
05.12.2001 JP 2001371608
18.12.2001 JP 2001385168
25.12.2001 JP 2001392058
16.05.2002 JP 2002141162
16.05.2002 JP 2002141194

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.10.2015

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

YADA, SHUHEI;
OGAWA, YASUSHI;
SUZUKI, YOSHIRO;
TAKAHASHI, KIYOSHI y
TAKASAKI, KENJI

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 547 412 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de producción de ácidos (met)acrílicos

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un procedimiento industrialmente ventajoso para producir ácidos (met)acrílicos a una tasa elevada de recuperación, reduciendo a la vez la cantidad de residuos industriales, descomponiendo subproductos tales como productos de la adición de Michael de ácido (met)acrílico o ésteres (met)acrílicos, subproducidos en una etapa para producir ácidos (met)acrílicos, y recuperando compuestos variables tales como ácido (met)acrílico, ésteres (met)acrílicos y alcoholes.

10 En esta memoria descriptiva, "ácido (met)acrílico" es un término general para ácido acrílico y ácido metacrílico, y puede ser cualquiera de ellos o ambos. Además, "ácidos (met)acrílicos es un término general para estos ácidos y los ésteres (met)acrílicos que se pueden obtener a partir de dichos ácidos y alcoholes, y se entiende que el término es para un sustantivo que comprenda al menos uno de ellos.

Antecedentes de la técnica

15 a. Como procedimiento para descomponer los productos de la adición de Michael subproducidos durante la producción de ácido acrílico o ésteres acrílicos, es habitual emplear un procedimiento de descomposición térmica sin catalizadores en el caso de un procedimiento para producir ácido acrílico (documento JP A-11-12222), mientras que en el caso de un procedimiento para producir un éster acrílico, se conoce un procedimiento para llevar a cabo la descomposición calentando en presencia de un ácido de Lewis o una base de Lewis (documentos JP-A-49-55614, JP-B-7-68168, JP-A-9-110791, JP-A-9-124552, JP-A-10-45670). Además, como sistema reactivo de descomposición para los productos de adición de Michael, es habitual emplear un sistema de destilación con reacción en el que el producto de la reacción descompuesto deseado se destila mediante destilación mientras se efectúa la reacción de descomposición. Además, se conoce también un procedimiento en el que los productos de adición de Michael subproducidos en una etapa para producir ácido acrílico, y los productos de adición de Michael subproducidos en una etapa para producir un éster acrílico, se combinan, seguido por la descomposición térmica. Existe un procedimiento de descomposición térmica mediante un sistema de destilación reactiva en ausencia de cualquier catalizador (documento JP- A-8-225486) y un procedimiento para la descomposición por medio de catalizadores ácidos muy concentrados (documento JP-A-9-183753). A fin de aumentar la tasa de recuperación del ácido acrílico, un éster acrílico o un alcohol útil como producto o como materia prima de una reacción, en la parte superior de dicha columna de reacción de descomposición, es necesario aumentar la temperatura de descomposición y suprimir la cantidad de descarga de la parte inferior, lo cual ha sido hasta el momento un problema porque el líquido de la parte inferior tiende a ser un líquido muy viscoso; como la temperatura de descomposición es elevada, es probable que se forme un oligómero o polímero de ácido acrílico o un éster acrílico que sea una sustancia fácilmente polimerizable; y algunas de las sustancias contenidas en la materia prima para la reacción tiende a precipitar, por lo cual se depositará un sólido en la parte inferior de la columna de la reacción de descomposición, se forma un polímero debido al líquido contenido en el depósito, y dicho depósito fluirá por línea de descarga de líquido en el momento de un cambio operativo por lo cual se origina una obturación súbita de la línea de descarga de líquido; y, de este modo, no existe un procedimiento adecuado con el cual la columna de reacción de descomposición pueda funcionar constantemente durante un largo periodo. Especialmente una vez que el sólido se ha depositado en la parte inferior de la columna de la reacción de descomposición, un líquido fácilmente polimerizable ocluido en el sólido depositado tiende a ser extremadamente polimerizable debido a que no puede fluir, y la temperatura de reacción de descomposición es relativamente elevada, conduciendo de esta manera a un fenómeno en el que la cantidad del depósito aumentará además por dicha polimerización. Por tanto, se ha deseado resolver este problema.

45 b. Como ejemplo para resolver este problema, se puede diseñar un procedimiento en el que el diámetro de una tubería que transfiere el líquido de la parte inferior se reduce para transferir el líquido a un caudal elevado, pero ha sido imposible adoptar dicho procedimiento, ya que se requiere que la bomba de dicha transferencia sea una bomba de alta presión, siendo esto poco ventajosa como procedimiento de producción industrial. Además, también se puede diseñar un procedimiento en el que para disminuir la viscosidad del líquido de la parte inferior, se puede añadir líquido residual procedente de la etapa de producción o bien se puede añadir agua limpia, pero esto producirá una disminución de la temperatura del líquido, por lo que la oclusión tiende más bien a acelerarse, o tiende a requerirse añadir dicha agua en una gran cantidad. Por consiguiente, ha sido prácticamente imposible adoptar dicho procedimiento.

55 c. Por otra parte, como es bien conocido, existe un procedimiento de oxidación del propileno en fase vapor como reacción para formar ácido acrílico. Para dicho procedimiento de obtención de ácido acrílico por oxidación del propileno, existe un procedimiento de oxidación en dos etapas en el que la oxidación a acroleína y una etapa posterior de oxidación a ácido acrílico se llevan a cabo en reactores separados, respectivamente, debido a que las condiciones de oxidación son diferentes, y un procedimiento en el que la oxidación a ácido acrílico se llevan a cabo directamente por oxidación en una etapa.

60 La Fig. 9 muestra un ejemplo de un diagrama de flujo para la formación de ácido acrílico en una oxidación en dos etapas, seguido por una reacción con un alcohol para formar un éster acrílico. Concretamente, propileno, vapor y

aire se someten a una oxidación en dos etapas con el primer y segundo reactores empaquetados, por ejemplo, con un catalizador de tipo molibdeno para formar un gas que contiene ácido acrílico. Este gas que contiene ácido acrílico se pone en contacto con agua en una columna de recogida para obtener una solución acuosa de ácido acrílico, que se extrae en una columna de extracción añadiendo un disolvente de extracción adecuado, después de lo cual, el disolvente de extracción se separa en una columna de separación de disolventes. Después, el ácido acético se separa en una columna de separación de ácido acético para obtener el ácido acrílico bruto, y en una columna de fraccionamiento, se separa un subproducto de este ácido acrílico bruto para obtener un producto purificado de ácido acrílico. Además, este ácido acrílico (producto purificado) se esterifica en una columna de reacción de esterificación, y a continuación, mediante una columna de extracción y una columna de separación del componente ligero, se obtiene un éster acrílico bruto. A partir de este éster acrílico bruto se separa un subproducto (producto con un punto de ebullición elevado) en una columna de fraccionamiento para obtener un producto purificado de un éster acrílico.

Aquí, dependiendo del tipo del éster acrílico, puede darse un caso en el que la lámina de flujo sea como se muestra en la Fig. 10. En este caso, el subproducto se obtiene como la parte inferior de una columna de separación acrílica.

En el procedimiento para producir un éster acrílico de la Fig. 10, ácido acrílico, un alcohol, ácido acrílico recuperado y un alcohol recuperado se suministran respectivamente a un reactor de esterificación. Este reactor de esterificación se empaqueta con un catalizador tal como una resina de intercambio iónico fuertemente ácida. Se suministrará una mezcla de reacción de esterificación que comprende un éster formado, ácido acrílico sin reaccionar, un alcohol sin reaccionar, agua formada, etc., extraídos de este reactor, a una columna de separación de ácido acrílico.

Desde la parte inferior de esta columna de separación de ácido acrílico, el líquido de la parte inferior que contiene ácido acrílico sin reaccionar se extrae y recircula a un reactor de esterificación. Una parte de este líquido de la parte inferior se suministra a una columna de separación de componentes de elevado punto de ebullición, por lo cual un componente de elevado punto de ebullición se separa de la parte inferior, y se suministra y se descompone en un reactor de descomposición de componentes de elevado punto de ebullición (no se muestra). El producto de la descomposición que contiene una sustancia valiosa formada por la descomposición se recirculará al procedimiento. El punto del procedimiento al que se recircula el producto de descomposición varía dependiendo de las condiciones del procedimiento. Impurezas de elevado punto de ebullición tales como polímeros se descargarán del reactor de descomposición de elevado punto de ebullición al exterior del sistema.

Desde la parte superior de esta columna de separación de ácido acrílico se destilan un éster acrílico, un alcohol sin reaccionar y agua formada. Una parte del destilado se recircula como líquido de reflujo a la columna de separación del ácido acrílico, y el resto se suministra a una columna de extracción.

A esta columna de extracción se suministra agua para la extracción de un alcohol. El agua que contiene alcohol, fluyendo desde la parte inferior, se suministrará a una columna de recuperación de alcohol. El alcohol destilado se recirculará al reactor de esterificación.

Un éster acrílico bruto descargado de la parte superior de la columna de extracción se suministrará a la columna de separación de componentes de bajo punto de ebullición, y se extrae un material de bajo punto de ebullición de la parte superior y se recircula al procedimiento. El punto del procedimiento al que este se recircula varía dependiendo de las condiciones del procedimiento. El éster acrílico bruto del que se ha retirado el material de bajo punto de ebullición se suministrará a una columna de purificación para un producto de éster acrílico, por lo cual se obtendrá un éster acrílico de alta pureza de la parte superior. El líquido de la parte inferior contiene una gran cantidad de ácido acrílico y por tanto se recircula al procedimiento. El punto del procedimiento al que este se recircula varía dependiendo de las condiciones del procedimiento.

Además, en años recientes, en vez de un procedimiento de extracción con disolvente en el que la recuperación del ácido acrílico procedente de la solución acuosa de ácido acrílico anterior se lleva a cabo por medio de un disolvente de extracción, se lleva a cabo un procedimiento de separación azeotrópica en el que la destilación se lleva a cabo por medio de agua y un disolvente azeotrópico, de tal manera que desde la parte superior de la columna de separación azeotrópica se destila una mezcla azeotrópica que comprende agua y el disolvente azeotrópico, y de la parte inferior se recupera ácido acrílico.

Además, se usa también en la práctica un procedimiento en el que se obtiene ácido acrílico utilizando propano en vez de propileno y utilizando un catalizador de óxido compuesto de tipo Mo-V-Te o un catalizador de óxido compuesto de tipo Mo-V-Sb. En el caso de ácido metacrílico y un éster metacrílico, se emplea isobutileno o un alcohol t-butílico en vez de propileno, y se obtienen un producto purificado de ácido metacrílico y un producto purificado de un éster metacrílico mediante un procedimiento de oxidación similar y el posterior procedimiento de esterificación.

Además, como procedimiento para formar un éster (met)acrílico (un éster acrílico o un éster metacrílico), se utiliza en la práctica un procedimiento en el que un éster (met)acrílico de un alcohol inferior y un alcohol superior se someten a una reacción de transesterificación utilizando, por ejemplo, un ácido como catalizador, para producir un éster (met)acrílico del alcohol superior. El éster (met)acrílico bruto obtenido mediante esta reacción de transesterificación se somete a etapas tales como separación del catalizador, concentración y fraccionamiento para obtener un éster (met)acrílico purificado.

Un subproducto útil tal como un producto de adición de Michael, está contenido en la fracción separada por destilación y purificación del ácido acrílico puro anteriormente mencionado, el ácido metacrílico bruto, el éster acrílico bruto o el éster metacrílico bruto. Por consiguiente, este subproducto se descompone para recuperar el

ácido (met)acrílico o su éster, o el alcohol bruto.

Hasta ahora, los procedimientos que se han descrito anteriormente han sido conocidos como procedimientos para descomponer un producto de adición de Michael subproducido durante la producción de ácido acrílico o un éster acrílico. Por tanto, hasta ahora, ha sido habitual descomponer un producto de adición de Michael subproducido durante la producción de un éster acrílico para recuperar de este modo una sustancia valiosa tal como ácido acrílico, un éster acrílico o un alcohol. Como tal descomposición y procedimiento de recuperación, ha sido habitual emplear un sistema de destilación reactiva en el que la destilación se lleva a cabo a la vez que se realiza una reacción de descomposición.

Para llevar a cabo el sistema de destilación reactiva se emplea un reactor que tiene en su parte superior una columna de destilación, como tal columna de destilación es habitual emplear una columna de placas a las que se han proporcionado internamente diversos platos, o una columna empaquetada que tenga diversos materiales de empaquetamiento empaquetados, a fin de llevar a cabo efectos de fraccionamiento. Las placas, por ejemplo, pueden ser platos de campana, platos uníflux, platos flexibles, platos de lastre platos perforados (platos con tamices) platos con chimenea, platos ondulados, platos de flujo doble o platos deflectores. El material de empaquetamiento, por ejemplo, puede ser un material de empaquetamiento de tipo anillo tal como los anillos Raschig, anillos en espiral o anillos de tipo pall, o un material de empaquetamiento de tipo silla de montar tal como silla de montar Berl o silla de montar con enclavamiento, u otros como el empaquetamiento Goodloe, anillos Dixon, o el empaquetamiento MacMahon, o un material de empaquetamiento regulado de tipo placa vertical uniforme.

Sin embargo, en ambos procedimientos de producción de ácido acrílico y éster acrílico, la materia prima que se va a suministrar a la etapa de descomposición del subproducto es una fracción obtenida mediante concentración de un componente de punto de ebullición elevado formado en el sistema de reacción o el sistema de purificación. Además, el ácido acrílico y los ésteres acrílicos son materiales muy fácilmente polimerizables, y por consiguiente, la materia prima de la reacción de descomposición contiene los polímeros formados. Además, la reacción de descomposición se lleva a cabo a una temperatura elevada, y por tanto, se formará polímero durante la reacción de descomposición. Por consiguiente, es probable que una sustancia sólida esté ya presente en la materia prima que se va a someter a descomposición, e incluso cuando no está presente sustancia sólida en la materia prima, esta puede precipitar de nuevo, o puede existir una sustancia sólida que se forme durante la operación de separación por destilación o en la etapa de descomposición en la que se lleva a cabo simultáneamente una reacción química. Y, la adhesión, deposición o acumulación de dicha sustancia sólida tiene lugar en los platos o en los espacios vacío del material de empaquetamiento en la columna de destilación, por lo cual se puede producir, por ejemplo un aumento de la presión diferencia, un deterioro del estado de contacto gas/líquido y puede aparecer, por ejemplo, una obturación adicional. En consecuencia, existe el problema de que esto tienda a impedir la obtención de una elevada tasa de recuperación de una sustancia valiosa o tienda a impedir una operación continua constante.

Por consiguiente, en ambos procedimientos para producir ácido acrílico y el éster, se desean resolver los anteriores problemas y desarrollar un procedimiento para descomponer un producto de adición de Michael con el que se pueda obtener de forma constante una elevada tasa de recuperación.

d. Además, en un procedimiento para recuperar ácido (met)acrílico o un éster (met)acrílico llevando a cabo la reacción de descomposición de un producto de reacción de la adición de Michael subproducido durante el procedimiento para producir ácido (met)acrílico o un éster (met)acrílico, si la temperatura de la reacción de descomposición se eleva para obtener una alta recuperación de dicho ácido (met)acrílico, se formará un éster (met)acrílico o un alcohol, un oligómero o polímero de ácido (met)acrílico o un éster (met)acrílico que sea una sustancia fácilmente polimerizable. Para evitar dicha polimerización se sugiere añadir oxígeno molecular además de un inhibidor de la polimerización tal como hidroquinona, metoxihidroquinona, fenotiazina o hidroxilamina, al reactor de descomposición (por ejemplo, el documento JP-A-10-45670 anteriormente mencionado, párrafos 0012 y 0019).

Sin embargo, si se emplea dicho procedimiento, puede haber algunas veces en las que no solo se obtenga un efecto adecuado para prevenir la polimerización del ácido (met)acrílico o del éster (met)acrílico en el producto de descomposición por el oxígeno, sino que también se puede acelerar la polimerización, y de esta manera puede haber existir un caso en el que la anterior reacción de descomposición no se pueda continuar de forma constante durante un periodo de tiempo largo.

e. Además un gas que contiene ácido acrílico obtenido por oxidación catalítica en fase vapor mediante oxígeno molecular de propileno y/o acroleína contiene usualmente ácido maleico como uno de los subproductos, en una cantidad de entre aproximadamente 0,2 a 1,6 % en peso, basada en ácido acrílico. El ácido maleico es un ácido dicarboxílico representado por $\text{HOCO-CH=CH-CO}_2\text{H}$ y está en un estado de equilibrio con un anhídrido carboxílico que en solución tiene una molécula de agua deshidratada en su molécula. A partir de ahora en el presente documento, salvo que se especifique otra cosa, ácido maleico y anhídrido maleico se representarán juntos por ácido maleico. Cuando un gas que contiene ácido acrílico se recoge por un disolvente en la forma de una solución que contiene ácido acrílico, el ácido maleico se recogerá al mismo tiempo. El punto de ebullición del ácido maleico es alto en comparación con el ácido acrílico, y en la etapa de purificación por destilación el ácido maleico se concentrará en la parte inferior. Cuando dos moléculas de ácido acrílico experimentan la adición de Michael, se formará un dímero de ácido acrílico. No existe forma de evitar la formación de dicho dímero de ácido acrílico en la solución de ácido acrílico, y la velocidad de la formación aumenta a medida que la temperatura aumenta. Además, se formará secuencialmente un oligómero superior tal como un trímero de ácido acrílico con un ácido acrílico y un dímero de ácido acrílico. En la etapa de purificación del ácido acrílico, se formará un

dímero (u oligómero) de ácido acrílico en la mayor parte de la columna de destilación en la que se lleva a cabo el calentamiento, particularmente en la porción de la parte inferior en la que la temperatura es alta, y el tiempo de retención es largo. Para aumentar la tasa de recuperación del ácido acrílico en la etapa de purificación es normal recuperar ácido acrílico a partir del oligómero de ácido acrílico formado

5 Como procedimiento de recuperación de un oligómero de ácido acrílico existe, por ejemplo, un procedimiento en el que se lleva a cabo la descomposición térmica a presión reducida en presencia o ausencia de un catalizador, y se recupera ácido acrílico como un gas destilado o un líquido destilado, como se describe en el documento JP-B-45-19281. En este caso, el gas destilado y el líquido destilado de ácido acrílico contiene una gran cantidad de compuestos con elevado punto de ebullición diferentes al ácido acrílico que se va a recuperar, tales como ácido

10 maleico. Si se aumenta la temperatura de funcionamiento para aumentar la tasa de recuperación de ácido acrílico, se aumentará también la concentración de ácido maleico en el ácido acrílico recuperado. Como procedimiento para reducir dicho ácido maleico, en un procedimiento que se describe en el documento JP-B-11-12222, un ácido acrílico bruto que contiene de 3 a 10 % en peso de ácido maleico u otros oligómeros de ácido acrílico se introduce en la columna de recuperación de ácido acrílico y se destila ácido acrílico desde la

15 parte superior, y el líquido de la parte inferior se descompone térmicamente, y dicho líquido de la parte inferior se recircula a la columna de recuperación, en la que se puede reducir el ácido maleico a un nivel de 0 a 3 % en peso. En dicho procedimiento de recuperación basado en descomposición térmica de un oligómero de ácido acrílico, el ácido maleico se dispone como una impureza como colas del equipo de reacción de la descomposición térmica o del equipo de destilación. En este momento, si la cantidad de ácido maleico contenida en el ácido acrílico

20 recuperado es grande, la cantidad de ácido maleico recirculada en el sistema aumentará, por lo cual los instrumentos y la carga de calor en la etapa de purificación aumentarán. El procedimiento más sencillo de evitar esto es reducir la cantidad de recuperación por descomposición térmica del oligómero de ácido acrílico, pero disminuirá por tanto la tasa de recuperación del ácido acrílico en la etapa de purificación, y se deteriorará la eficiencia económica. Para llevar a cabo la mejora de la tasa de recuperación del ácido acrílico y la reducción de la cantidad de ácido maleico en recirculación, existe el procedimiento de añadir una columna de destilación como en el procedimiento descrito en el documento JP-A-11-1222. Sin embargo, debido a que el ácido acrílico es un compuesto fácilmente

25 polimerizable, es habitual llevar a cabo la destilación a presión reducida para evitar la polimerización disminuyendo la temperatura de funcionamiento, pero como el punto de ebullición del ácido maleico es mayor que el del ácido acrílico, incluso si se disminuye la presión de funcionamiento, no se puede evitar un aumento de la temperatura de funcionamiento. Esto no solo facilita la obturación del equipo de destilación debido a la polimerización, sino que también tiende a acelerar la formación de un oligómero de ácido acrílico en el ácido acrílico recuperado mediante descomposición térmica. Además, para aumentar el grado de vacío de la

30 instalación de destilación, se aumenta el diámetro de la columna de destilación, por lo cual aumentará la carga durante la construcción y el funcionamiento. Además, se descarga ácido maleico de la parte inferior. Sin embargo, el ácido maleico es sólido a temperatura ambiente y por tanto tiene problemas de tal manera que la viscosidad del líquido tiende a ser elevada desde la porción inferior al calderín de la columna de destilación, y el deterioro en la capacidad de separación debido al

35 ensuciamiento, o es probable que dé como resultado la deposición de un polímero o la obturación. Dichos problemas dan como resultado ácido maleico, que es una impureza que se separa como una sustancia de alto punto de ebullición mediante destilación. Para no incluir una etapa de concentración del ácido maleico mediante destilación y aumentar la eficiencia de recuperación de la descomposición térmica del ácido acrílico, es necesario llevar a cabo, sin transmitir gran calor como destilación, bien ① reduciendo la concentración de ácido maleico en la solución de ácido acrílico que se va a suministrar al equipo de reacción de descomposición térmica, o bien ②, reduciendo el ácido maleico en la solución de ácido acrílico recuperada del equipo de reacción de la descomposición térmica.

40 f. Además, hasta ahora, en una instalación para producir ácido acrílico o similar, ha sido habitual llevar a cabo una medida de presión instalando una porción de detección en el lado de la presión alta de un medidor de nivel de líquido en conexión directa con el cuerpo principal del instrumento. Sin embargo, mediante un procedimiento convencional para la instalación de un medidor de nivel de líquido, se suministra un inhibidor de la polimerización que se va a usar para la preparación de un compuesto fácilmente polimerizable o un polímero formado a la porción de detección del lado de la presión alta del medidor de nivel de líquido, y es probable que se acumule una sustancia sólida, por lo cual se va a observar un error de funcionamiento del medidor del nivel de líquido

45 utilizado. Por consiguiente, solía ser difícil llevar a cabo una medida adecuada de forma continua mediante un medidor de nivel de líquido, por lo cual ha sido difícil llevar a cabo un funcionamiento constante de la instalación durante un periodo largo de tiempo.

Divulgación de la invención

50 a. Es un objeto de la presente invención superar los problemas de la reacción de descomposición convencional de un producto de adición de Michael de ácido acrílico o un éster acrílico no dejando que la deposición permanezca en la columna de reacción de descomposición, para evitar la formación de un polímero en la columna de la reacción de descomposición y para evitar una obturación súbita de la tubería de descarga, de tal manera que se presenta un procedimiento de funcionamiento estabilizado.

b. Además, es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para descomponer un subproducto durante la producción de ácidos (met)acrílicos, por lo cual en el momento de recuperar una sustancia valiosa por descomposición, mediante un sistema de destilación reactiva, de un producto de adición de Michael subproducido en el procedimiento para producir de ácido (met)acrílico o un éster (met)acrílico, se evita la adhesión, deposición o acumulación de dicha sustancia sólida, puede mantenerse de forma constante una tasa de recuperación elevada de ácido (met)acrílico, un éster (met)acrílico y un alcohol, y se puede llevar a cabo un funcionamiento continuo constante durante un periodo largo de tiempo.

c. Además, es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para eliminar la recirculación de ácido maleico en un sistema de purificación de ácido acrílico que implica la descomposición térmica y la recuperación de un oligómero de ácido acrílico formado en la etapa de purificación mediante destilación de un líquido que contiene ácido acrílico y para llevar a cabo fácilmente la purificación sin el problema de polimerización del ácido acrílico u obturación de un equipo en la etapa de purificación.

d. Además, es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para instalar un medidor de nivel de líquido en una instalación para producir un compuesto fácilmente polimerizable, por lo cual puede llevarse a cabo la medida precisa de forma continua evitando la formación y la acumulación de una sustancia sólida del líquido que se va a medir en una porción de detección del lado de presión alta del medidor de nivel de líquido.

Los presentes inventores han llevado a cabo diversos estudios para realizar los objetos anteriores, y como resultado, han obtenido la presente invención que en esencial es siguiente.

(1) Un procedimiento para producir ácidos (met)acrílicos, que comprende un procedimiento de descomponer en un reactor de descomposición una mezcla de alto punto de ebullición formada como subproducto durante la producción de ácidos (met)acrílicos, caracterizado por que la mezcla de alto punto de ebullición contiene un producto de adición de Michael que tiene agua, un alcohol o ácido (met)acrílico añadido a un grupo (metil)acrilóilo; transmitiendo a la vez de forma forzada un flujo de líquido en la dirección perimetral a un resto de reacción líquido en el reactor de descomposición, el resto de reacción líquido se descarga; y se recupera ácido (met)acrílico o un éster (met)acrílico.

(2) El procedimiento de acuerdo con el (1) anterior, caracterizado por que el flujo de líquido en la dirección perimetral se transmite por vanos de agitación instalados en el reactor de descomposición.

(3) El procedimiento de acuerdo con el (1) anterior, caracterizado por que el flujo de líquido en la dirección perimetral se transmite por un líquido suministrado desde el exterior del reactor de descomposición.

(4) El procedimiento de acuerdo con el (3) anterior, caracterizado por que el líquido suministrado desde el exterior del reactor de descomposición es el material de alto punto de ebullición suministrado como materia prima, o un residuo del líquido de retorno del residuo de reacción líquido descargado desde el reactor de descomposición.

(5) El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de los anteriores (1) a (4), caracterizado por que el residuo de reacción líquido se descarga de manera intermitente desde el reactor de descomposición.

(6) El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de los anteriores (1) a (5), caracterizado por que en el momento de recuperar una sustancia valiosa llevando a cabo tanto la destilación como la descomposición térmica de la mezcla de alto punto de ebullición, la destilación se lleva a cabo por medio de una columna de destilación provista internamente con platos de tipo disco y donut.

(7) El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de los anteriores (1) a (6), caracterizado por que se añade un gas que contiene oxígeno a un destilado procedente del reactor de descomposición.

(8) El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de los anteriores (1) a (7), caracterizado por que se precipita y separa de un líquido que se va a suministrar al reactor de descomposición térmica o de un líquido recuperado del reactor de descomposición térmica el ácido maleico contenido en dicho líquido.

(9) El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de los anteriores (1) a (8), caracterizado por que se instala un medidor de nivel de líquido en el reactor de descomposición térmica, y se conecta una línea de detección del lado de presión alta del medidor de nivel de líquido a una línea de descarga de líquido del reactor de descomposición.

La presente invención anterior tiene las siguientes realizaciones preferidas (a) a (f).

a1. Un procedimiento para producir ácidos (met)acrílicos, cuyo procedimiento para producir ácido acrílico o ácido (met)acrílico (estos se denominan generalmente a partir de ahora en el presente documento también como (ácido(met)acrílico) o un éster (met)acrílico del ácido ((met)acrílico y un éster (met)acrílico pueden denominarse generalmente a partir de ahora en el presente documento también (ácidos (met)acrílicos), mediante una etapa de reacción que comprende la oxidación catalítica en fase vapor del propileno, propano o isobutileno, y, en caso necesario, además mediante una etapa de reacción que comprende una etapa de esterificación, caracterizado por que en el momento en el que una mezcla de alto punto de ebullición (denominada a partir de ahora en el presente documento como material de alto punto de ebullición) que contiene un producto de adición de Michael se descompone en un reactor de descomposición para recuperar ácidos (met)acrílicos, transmitiendo a la vez de forma forzada un flujo de líquido en la dirección perimetral a un resto de reacción líquido en el reactor de descomposición, el resto de reacción líquido se descarga.

a2. El procedimiento de acuerdo con el a1 anterior, en el que el flujo de líquido en la dirección perimetral se transmite por álabes de agitación instaladas en el reactor de descomposición.

- a3. El procedimiento de acuerdo con el a1 o a2 anteriores, en el que los álabes de agitación son álabes de anclaje, álabes de paleta multietapas, álabes de paleta inclinados multietapas o álabes en celosía.
- 5 a4. El procedimiento de acuerdo con el a1 o a2 anteriores, en el que la estructura de los álabes de agitación es tal que, en un eje rotatorio verticalmente instalado en la porción central del reactor, álabes de tipo flujo radial están unidos en dos o más etapas en la dirección del eje de rotación, de tal manera que los álabes adyacentes en la dirección del eje de rotación están en una relación de posición a la dirección del eje de rotación de tal manera que sus fases están desplazadas entre sí en no más de 90° y la porción más inferior de la etapa superior uno de los álabes adyacentes en la dirección del eje de rotación se localiza por debajo de la porción más elevada de la etapa inferior uno.
- 10 a5. El procedimiento de acuerdo con el a1 anterior, en el que el flujo de líquido en la dirección perimetral se transmite por un líquido suministrado desde el exterior del reactor de descomposición.
- a6. El procedimiento de acuerdo con el anterior a1 o a5, en el que el líquido suministrado desde el exterior del reactor de descomposición es el material de alto punto de ebullición suministrado como materia prima, o un residuo del líquido de retorno del residuo de reacción líquido descargado desde el reactor de descomposición.
- 15 b1. Un procedimiento para producir ácidos (met)acrílicos, que es un procedimiento para producir ácido acrílico, ácido metacrílico o un éster (met)acrílico mediante una etapa de reacción que comprende la oxidación catalítica en fase vapor del propileno, propano o isobutileno, y, en caso necesario, además mediante una etapa de reacción que comprende una etapa de esterificación, caracterizado por que en el momento en el que una mezcla de alto punto de ebullición (denominada a partir de ahora en el presente documento como material de alto punto
- 20 de ebullición) que contiene un producto de adición de Michael se descompone en un reactor de descomposición para recuperar ácidos (met)acrílicos, un residuo de reacción líquido se descarga de manera intermitente desde el reactor de descomposición.
- b2. El procedimiento de acuerdo con el b1 anterior, en el que el tiempo de detención de la descarga es de 5 segundos a 5 minutos, y el tiempo de descarga es de 2 segundos a 5 minutos.
- 25 b3. El procedimiento de acuerdo con el b1 o b2 anteriores, en el que el material líquido de alto punto de ebullición se suministra de forma continua al reactor de descomposición, y los ácidos (met)acrílicos se descargan de forma continua desde la fase vapor.
- c1. En un procedimiento que comprende introducir un subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico y/o un subproducto formado durante la producción de un éster (met)acrílico en un reactor provisto de una columna de destilación para descomponer así térmicamente el subproducto y al mismo tiempo llevar a cabo la destilación para recuperar una sustancia valiosa, un procedimiento para descomponer el subproducto formado durante la producción de ácidos (met)acrílicos, caracterizado por que como dicha columna de destilación, se usa una columna de destilación provista internamente con platos de tipo disco y donut.
- 30 c2. El procedimiento de acuerdo con el c1 anterior, en el que el subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico es el líquido de la parte inferior de una columna de fraccionamiento en la etapa final para producir ácido (met)acrílico, y el subproducto formado durante la producción del éster (met)acrílico es el líquido de la parte inferior de una columna de fraccionamiento para separar una fracción de alto punto de ebullición en la etapa de purificación del éster (met)acrílico.
- 35 c3. El procedimiento de acuerdo con el c1 o c2 anteriores, en el que el subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico y/o el subproducto formado durante la producción de un éster (met)acrílico contiene un producto de adición de Michael que tiene agua, un alcohol o ácido (met)acrílico añadido a un grupo (met)acrilóilo.
- 40 c4. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los c1 o c3 anteriores, en el que la temperatura de la reacción de descomposición térmica es de 120 a 280 °C, y el tiempo de reacción de la descomposición térmica es de 0,5 a 50 horas.
- 45 d1. Un procedimiento para descomponer un subproducto formado durante la producción de ácidos (met)acrílicos, que comprende descomponer en un reactor de descomposición un subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico y/o un subproducto formado durante la producción de un éster (met)acrílico, y destilar el producto descompuesto procedente del reactor de descomposición, caracterizado por que se añade oxígeno o un gas que contiene oxígeno a un destilado procedente del reactor de descomposición.
- 50 d2. El procedimiento de acuerdo con el d1 anterior, en el que el subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico es el líquido de la parte inferior de una columna de fraccionamiento en la etapa final para producir ácido (met)acrílico, y el subproducto formado durante la producción del éster (met)acrílico es el líquido de la parte inferior de una columna de fraccionamiento en la etapa final para producir el éster (met)acrílico, o las colas de una columna de separación de ácido (met)acrílico.
- 55 d3. El procedimiento de acuerdo con el d1 o d2 anteriores, en el que el subproducto que se va a descomponer contiene un producto de adición de Michael.
- d4. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los d1 o d3 anteriores, en el que el gas que contiene el oxígeno es aire u oxígeno diluido con un gas inerte.
- 60 d5. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los d1 o d4 anteriores, en el que el gas que contiene oxígeno se añade a una línea de descarga para un destilado procedente del reactor de descomposición, o a la porción superior del reactor de descomposición.
- 65 e1. En un procedimiento para producir ácido acrílico, que comprende poner en contacto con un disolvente un gas que contiene ácido acrílico obtenido mediante oxidación catalítica de propano o propileno, recoger ácido acrílico en la forma de una solución que contiene ácido acrílico, y purificar el ácido acrílico mediante destilación de la solución que contiene ácido acrílico obtenida, un procedimiento para recuperar ácido acrílico, caracterizado por

que las colas obtenidas de la parte inferior de una columna de fraccionamiento de ácido acrílico, o un líquido obtenido calentando y concentrando dichas colas, se suministra a un reactor de descomposición térmica para descomponer un oligómero de ácido acrílico en el líquido, y el ácido acrílico obtenido se recupera en una etapa de purificación, en la que el líquido que se va a suministrar al reactor de descomposición térmica o desde el

líquido recuperado del reactor de descomposición térmica, se precipita y separa el ácido maleico contenido en el líquido.
 e2. El procedimiento de acuerdo con el e1 anterior, en el que la composición del líquido que se va a suministrar al reactor de descomposición térmica o el líquido recuperado del reactor de descomposición térmica se ajusta para convertirse en una solución que comprende al menos un 70 % en peso de ácido acrílico, de 1,6 a 28 % en peso de ácido maleico y/o anhídrido maleico y agua, teniendo una relación molar de:

$$\frac{\text{Agua}}{\text{Ácido maleico} + \text{Anhídrido maleico} \times 2} (\text{relación molar}) = \leq 1,0$$

y se precipita ácido maleico a entre 20 y 70 °C en un intervalo de 0,5 a 5 horas, seguido por filtración y separación.

e3. El procedimiento de acuerdo con el e1 o e2 anteriores, en el que en el momento de la operación de separación de ácido maleico, un hidrocarburo alifático o aromático se añade en una relación de volumen de entre 1/2 a 4 veces.

e4. El procedimiento de acuerdo con el e3 anterior, en el que el hidrocarburo que se va a añadir es un disolvente que se va a usar para recoger el gas que contiene ácido acrílico, o un agente azeotrópico que se va a usar para la purificación mediante deshidratación destilación de ácido acrílico.

f1. Un procedimiento para instalar un medidor de nivel de líquido en un caso en el que el medidor de nivel de líquido se instala en un lugar en el que se almacena un líquido que contiene un compuesto fácilmente polimerizable, en una instalación para la producción del compuesto fácilmente polimerizable, caracterizado por que una línea de detección del lado de presión alta del medidor de nivel de líquido se conecta a una línea de descarga del líquido almacenado.

f2. El procedimiento de acuerdo con el f1 anterior, en el que el ángulo de conexión α entre la línea de detección del lado de presión alta y la línea de descarga de líquido es de 5 a 90°.

f3. El procedimiento de acuerdo con el f1 anterior, en el que la relación dimensional D_2/D_1 es de 1 a 20 en el que D_1 es el diámetro de la tubería de la línea de detección del lado de la presión alta y D_2 es el diámetro de la tubería de la línea de descarga de líquido.

f4. El procedimiento de acuerdo con el f1 anterior, en el que la línea de descarga de líquido se conecta a una columna de destilación, un depósito a reflujo de la columna de destilación, una columna de reacción de descomposición, un evaporador de película fina, un depósito de gas condensado líquido en la parte superior de la columna, un depósito de almacenamiento vertical, un depósito de almacenamiento horizontal o un depósito.

f5. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los f1 o f4 anteriores, en el que la línea de detección del lado de la presión elevada y/o la línea de detección del lado de presión baja del medidor de nivel de líquido se calienta o atempera.

f6. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los f1 o f5 anteriores, en el que la línea de detección del lado de la presión elevada y/o la línea de detección del lado de presión baja del medidor de nivel de líquido se conecta con una entrada de gas y/o un líquido.

f7. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los f1 o f6 anteriores, en el que el compuesto fácilmente polimerizable es ácido (met)acrílico o su éster, y el líquido que se va a medir mediante el medidor de nivel de líquido, contiene al menos un miembro seleccionado entre un dímero de ácido acrílico, ésteres del ácido β -(met)acriloxipropiónico, ésteres del ácido β -alcoxipropiónico, ácido β -hidroxipropiónico y ésteres del ácido β -hidroxipropiónico.

45 Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 muestra un ejemplo de la línea de producción por la reacción de descomposición térmica (se forma el flujo en espiral debido al líquido de retorno en el reactor de descomposición).

La Fig. 2 muestra un ejemplo de la línea de producción por la reacción de descomposición térmica (se forma el flujo en espiral debido al líquido de la materia prima suministrado al reactor de descomposición).

50 La Fig. 3 muestra un ejemplo de la línea de producción por la reacción de descomposición térmica (se forma el flujo en espiral debido a los álabes de agitación).

La Fig. 4 es una vista que muestra la sección transversal en una dirección horizontal del reactor de descomposición A y la relación de posición para la conexión con las líneas para formar el flujo en espiral.

La Fig. 5 es una vista esquemática que muestra una sustancia sólida acumulada en la parte inferior del reactor de descomposición A (una vista en sección transversal en la dirección longitudinal de la columna).

La Fig. 6 muestra un ejemplo de la línea de producción mediante la reacción de descomposición térmica.

La Fig. 7(a) es una vista esquemática de la sección transversal que muestra una columna de destilación provista de discos de placas planas y con forma toroidal adecuados para llevar a cabo el procedimiento para descomponer un subproducto formado durante la producción de ácidos (met)acrílicos de acuerdo con la presente invención.

La Fig. 7(b) es una vista en perspectiva de las porciones esenciales de la Fig. 7(a).

La Fig. 8(a) es una vista esquemática de la sección transversal que muestra una columna de destilación que se ha proporcionado con discos de placas inclinadas y con forma toroidal, adecuados para llevar a cabo el procedimiento para descomponer un subproducto formado durante la producción de ácidos (met)acrílicos de acuerdo con la presente invención.

La Fig. 8(b) es una vista alargada de las porciones esenciales de la Fig. 8(a).

La Fig. 9 es un ejemplo del diagrama de flujo para la producción de ácido acrílico y un éster acrílico.

La Fig. 10 es otro ejemplo del diagrama de flujo para la producción de un éster acrílico. La Fig. 11 es un diagrama de flujo para la descomposición de un líquido de alto punto de ebullición.

La Fig. 12 es una vista que muestra la instalación completa en la que el procedimiento para instalar un medidor de nivel de líquido de la presente invención se aplica a una columna de reacción de descomposición (material con un alto punto de ebullición) y un depósito de líquido enfriado por gas en la parte superior en la producción de ácido acrílico.

La Fig. 13 es una vista parcialmente ampliada que muestra un medidor de nivel de líquido instalado en la columna de reacción de descomposición (material con un alto punto de ebullición) de la Fig. 11.

La Fig. 14 es una vista parcialmente ampliada que muestra un medidor de nivel de líquido instalado en el depósito de líquido enfriado con gas de la parte superior de la Fig. 11.

Explicación de los símbolos de referencia

A: Reactor de descomposición B: Bomba de la parte inferior
C: Intercambiador de calor para calentar D: Medios de agitación
E: Depósito F: Válvula de control de descarga intermitente

1: Línea de suministro del material con alto punto de ebullición

2: Línea de descarga de líquido de la parte inferior

2-1, 2-2: Líneas residuales de descarga de líquidos

3: Línea de suministro del intercambiador de calor para calentamiento

3-2: Línea de retorno del calentamiento

4: Línea de descarga del residuo de reacción

5: Línea de retorno de formación del flujo en espiral

6: Línea de recuperación de sustancias valiosas

7: Línea de suministro del medio de calentamiento

8: Línea de descarga del medio de calentamiento

31, 33: Columnas de destilación

31D, 33D: Puertos de descarga de las colas

32A, 34A: Platos de disco 32B 34B: Platos con forma toroidal

35: Distribuidor

41: Columna de reacción de descomposición 42 46: Bombas

43: Intercambiador de calor para calentamiento

44a: Línea de gas de la parte superior de la columna

44, 47: Intercambiadores de calor 45: Depósito de líquido enfriado

6A: Columna de reacción de descomposición (material de alto punto de ebullición)

6E: Depósito de líquido enfriado con gas en la parte superior de la columna

H₁, H₂: Medidores de nivel de líquido

62: Línea de descarga de líquido de la parte inferior

62a: Tubería corta de descarga de líquido de la parte inferior

62b: Conducto de descarga de líquido de la parte inferior

65: Línea de descarga de líquido de la parte inferior

65a: Tubería corta de descarga de líquido de la parte inferior

65b: Conducto de descarga de líquido de la parte inferior

11, 13: Línea de detección del lado de la presión alta

11a, 13a: Tuberías cortas de detección del lado de la presión alta

11b, 13b: Conductos de detección del lado de la presión alta

12, 14: Línea de detección del lado de la presión baja

12a, 14a: Tubería corta de detección del lado de la presión baja

12b, 14a: Conductos de detección del lado de la presión baja

α: Ángulo de conexión entre la línea de detección del lado de la presión alta y la línea de descarga de líquido.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

Realización a

Esta realización se ha llevado a cabo sobre la base del descubrimiento de que en una reacción de descomposición de un producto de adición de Michael de ácido acrílico o un éster acrílico es muy eficaz hacer que el líquido de la parte inferior de la columna fluya en dirección perimetral para evitar la acumulación de sustancia sólida en la parte inferior de la columna de reacción de descomposición y evitar por lo tanto la polimerización debida a dicha

acumulación.

1. ácido (met)acrílico y éster (met)acrílico

La presente invención se puede aplicar al tratamiento por descomposición de una mezcla de alto punto de ebullición (material de alto punto de ebullición) obtenida durante la producción de ácido (met)acrílico o un éster (met)acrílico.

5 Por ejemplo, se puede aplicar a un procedimiento para producir ácido (met)acrílico por oxidación catalítica en fase vapor de propileno o isobutileno en presencia de un catalizador de óxido compuesto de tipo Mo-Bi para formar acroleína o metacroleína, seguido por una oxidación catalítica en fase vapor en presencia de un catalizador de óxido compuesto de tipo Mo-V. En este caso, la reacción preliminar para formar principalmente acroleína o metacroleína oxidando propileno o similar, y la última reacción para formar principalmente ácido (met)acrílico oxidando acroleína o metacroleína, se puede llevar a cabo en reactores separados, respectivamente, o dichas reacciones se pueden llevar a cabo en un reactor empaquetado con el catalizador para la reacción preliminar y el catalizador para la reacción posterior. Además, la presente invención es también aplicable a un procedimiento para producir ácido acrílico mediante una oxidación en fase vapor de propano por medio de un catalizador de óxido compuesto de tipo Mo-V-Sb. Además, es también aplicable a un procedimiento para producir un éster acrílico haciendo reaccionar un alcohol a ácido (met)acrílico.

Una mezcla de alto punto de ebullición (material de alto punto de ebullición) obtenida tras separar el producto deseado en estos procedimientos es el objeto que se va a descomponer mediante la presente invención. Como éster acrílico, se puede mencionar un alquilo C₁₋₈ o éster de cicloalquilo. Por ejemplo, se pueden mencionar acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de isobutilo, acrilato de terc-butilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de 2-hidroxietilo, acrilato de 2-hidroxipropilo o acrilato de metoxietilo. También con respecto a un éster metacrílico, se pueden mencionar ésteres similares a los anteriores.

Producto de adición de Michael

El producto de adición de Michael contenido en el material de alto punto de ebullición, como el objeto que se va a descomponer mediante la presente invención, es uno que tiene un compuesto de hidrógeno activo tal como agua, un ion de alcohol o ácido (met)acrílico añadido a un doble enlace carbono-carbono de ácido (met)acrílico o un éster (met)acrílico. Específicamente, el producto de adición de Michael en el caso de producir ácido acrílico, puede, por ejemplo, ser un dímero de ácido acrílico (a partir de ahora en el presente documento), un trímero de ácido acrílico (a partir de ahora en el presente documento el trímero), un tetrámero de ácido acrílico (a partir de ahora en el presente documento el tetrámero) o ácido β-hidroxipropiónico, como se ilustra a continuación.

30 Dímero: H₂C=CH-C(=O)-O-CH₂-CH₂-C(=O)-OH
 Trímero H₂C=CH-C(=O)-O-CH₂-CH₂-C(=O)-O-CH₂-CH₂-C(=O)-OH
 Tetrámero H₂C=CH-C(=O)-O-CH₂-CH₂-C(=O)-O-CH₂-CH₂-C(=O)-O-CH₂-CH₂-C(=O)-OH
 ácido β-hidroxipropiónico: HO-CH₂-CH₂-C(=O)-OH

Por otra parte, el producto de adición y los productos de adición de Michael subproducidos en una etapa para producir un éster acrílico, puede, por ejemplo, ser un producto de adición de Michael de ácido acrílico al éster acrílico anterior, específicamente un éster β-acriloxipropiónico (un éster del dímero); un producto de adición de Michael de un alcohol, específicamente un éster del dímero, el trímero o el tetrámero, ácido β-hidroxipropiónico, ésteres β-hidroxipropiónicos o ésteres β-alcoxipropiónicos.

40 un éster β-acriloxipropiónico: H₂C=CH-C(=O)-O-CH₂-CH₂-C(=O)-OR
 un éster β-alcoxipropiónico: RO-CH₂-CH₂-C(=O)-OR
 un éster del trímero: H₂C=CH-C(=O)-O-CH₂-CH₂-C(=O)-O-CH₂-CH₂-C(=O)-OR
 un éster β-hidroxipropiónico: HO-CH₂-CH₂-C(=O)-OR
 ácido β-hidroxipropiónico: HO-CH₂-CH₂-C(=O)-OH

También con respecto al ácido metacrílico y un éster metacrílico, se aplicará sustancialmente el mismo que el anterior. La única diferencia es que como resultado de la sustitución del hidrógeno en la posición α por un grupo metilo, el ácido propiónico (éster) se vuelve ácido isobutírico (éster).

El material de alto punto de ebullición que se va a suministrar al reactor de descomposición es una mezcla de alto punto de ebullición que contiene el producto de la adición de Michael anterior. El contenido del producto de la adición de Michael puede variar en una gran extensión debido a los procedimientos de producción. Sin embargo, es habitual emplear un material de alto punto de ebullición que contiene un producto de adición de Michael en una cantidad de entre 1 a 90 % en peso, preferentemente de 2 a 70 % en peso. El material de alto punto de ebullición contiene también un compuesto subproducido en la etapa de producir ácidos (met)acrílicos o un material que se va a usar como un agente de asistencia en el procedimiento. Específicamente, ácido (met)acrílico, ésteres (met)acrílicos; ácido maleico, ésteres de ácido maleico, furfural, benzaldehído polímeros, oligómeros, alcoholes que se van a usar como materiales para producir ésteres, o inhibidores de la polimerización, específicamente, pueden, por ejemplo, mencionarse acrilato de cobre, ditiocarbamato de cobre, un compuesto fenólico o un compuesto de fenotiazina,

El ditiocarbamato de cobre puede ser, por ejemplo, un dialquilditiocarbamato de cobre tal como un

5 dimetilditiocarbamato de cobre, dietilditiocarbamato de cobre, dipropilditiocarbamato de cobre o dibutilditiocarbamato de cobre, un alquilenditiocarbamato cíclico de cobre tal como etilenditiocarbamato de cobre, tetrametilenditiocarbamato de cobre, pentametilenditiocarbamato de cobre o hexametilenditiocarbamato de cobre, o un oxidialquilenditiocarbamato cíclico de cobretal como oxidietilenditiocarbamato de cobre. El compuesto de fenol puede ser, por ejemplo, hidroquinona, metoxihidroquinona (metoquinona), pirogallol, resorcinol, fenol o cresol. El compuesto de fenotiazina puede ser, por ejemplo, fenotiazina, bis-(α -metilbencil) fenotiazina, 3,7-dioctilfenotiazina o bis(α -dimetilbencil)fenotiazina. En algunos casos, pueden estar contenidos materiales diferentes de los anteriormente mencionados dependiendo del procedimiento, sin afectar de manera adversa la presente invención.

Procedimiento para producir ácidos (met)acrílicos

10 El material de alto punto de ebullición anteriormente mencionado puede obtenerse, por ejemplo, mediante una etapa de purificación tal como una extracción o destilación después de poner en contacto un gas que contiene ácido (met)acrílico obtenido por oxidación catalítica en fase vapor de propileno o acroleína con agua o un disolvente orgánico para recoger ácido (met)acrílico en forma de solución. El procedimiento para producir un éster (met)acrílico, por ejemplo, comprende una etapa de reacción de esterificación de hacer reaccionar ácido (met)acrílico con un alcohol en presencia de un ácido orgánico o una resina catiónica de intercambio de iones o similar como catalizador, y una etapa de purificación de llevar a cabo la extracción, evaporación o destilación como operación unitaria para concentrar la solución de éster (met)acrílico bruto obtenida mediante la reacción. Cada operación unitaria se selecciona adecuadamente dependiendo de la relación de materia prima del ácido (met)acrílico al alcohol en la reacción de esterificación, el tipo del catalizador que se va a usar para la reacción de esterificación o las propiedades físicas de las materias primas, los subproductos de reacción, etc.

Diagrama de flujo de la reacción de descomposición térmica del material de alto punto de ebullición

25 La descripción se preparará con referencia a los dibujos. La Fig. 1 es un ejemplo de la línea de producción mediante la reacción de descomposición térmica de la presente invención. El material de alto punto de ebullición se suministra mediante una línea 1 a un reactor de descomposición A. El suministro al reactor de descomposición A se puede llevar a cabo de manera continua o intermitente (de forma semicontinua), pero se prefiere el suministro continuo. Una sustancia valiosa formada en el reactor de descomposición y una parte de los materiales que constituyen el material de alto punto de ebullición se extraerá de forma continua en estado gaseoso desde la línea 6 de recuperación y volverá al procedimiento de producción, ya que está en el estado gaseoso o enfriado a un estado líquido. En un caso en el que el reactor de descomposición A es un reactor de tipo columna, una parte del líquido enfriado puede volver como líquido de reflujo a la parte superior del reactor de descomposición.

30 El líquido residual se extraerá mediante una línea de descarga de líquido residual 2 y la bomba B de la parte inferior, y una parte del mismo se suministra a un intercambiador de calor C para calentar mediante una línea 3 y volver al reactor de descomposición A. El resto se descargará fuera del sistema mediante una línea 4. La relación entre la cantidad de líquido de retorno y la cantidad de descarga puede ajustarse adecuadamente dependiendo de diversos factores tal como el equilibrio de calor en el intercambiador de calor para calentamiento y el tiempo de retención en el reactor de descomposición. El flujo en la dirección perimetral (a partir de ahora en el presente documento denominado como flujo en espiral) en el reactor de descomposición de la presente invención se forma por el líquido de retorno de la línea 5 en la Fig. 1. La línea 5 se dispone en la dirección tangente al cuerpo principal del reactor de descomposición, y se formará el flujo en espiral en el reactor mediante el flujo suministrado desde la línea 5. La cantidad de líquido de retorno de la línea 5 se selecciona usualmente en un intervalo de entre 0,2 a 5 veces en peso, basándose en la cantidad de materia prima suministrada desde la línea 1. Si la cantidad de líquido de retorno es menor que el intervalo anterior es difícil que tienda a formarse un flujo en espiral adecuado. El líquido de retorno para calentamiento, que fluye a través de la línea 3-2, no está relacionado con la formación del flujo en espiral, y su caudal se determina dependiendo de, por ejemplo, un equilibrio térmico.

45 La Fig. 2 es una en la que el flujo en la dirección perimetral se realiza mediante el líquido de la materia prima suministrado al reactor de descomposición, y esto se lleva a cabo mediante la línea 1. La línea 1 se dispone en la dirección tangente al cuerpo principal del reactor de descomposición, y se formará el flujo en espiral en el reactor mediante el líquido de la materia prima suministrado desde la línea 1. En este caso, se requiere que la línea 1 esté controlada de tal manera que la superficie del líquido esté por debajo de la superficie del líquido del líquido de reacción retenido en el reactor de descomposición.

La Fig. 3 es un ejemplo de un equipo para formar el flujo en espiral en el reactor de descomposición por medio de álabes de agitación.

55 Se suministra el material de alto punto de ebullición desde la línea 1 al reactor de descomposición A. Se extraerá una sustancia valiosa y una parte de los materiales que constituyen el material de alto punto de ebullición, descompuestos en el reactor de descomposición A procedente de la línea de recuperación 6 y retornará al procedimiento de producción en estado gaseoso o enfriado en estado líquido. En un caso en el que el reactor de descomposición A es un reactor de tipo columna, la parte del líquido enfriado puede volver como líquido de reflujo a la parte superior del reactor de descomposición. El líquido residual se descargará desde la línea 4 fuera del sistema. La línea 7 de suministro de medio calefactor y la línea 8 de descarga de medio calefactor son ilustrativas, y

dependiendo del tipo del medio calefactor, las posiciones de la línea de suministro y de la línea de descarga pueden cambiarse.

El flujo en la dirección perimetral (el flujo en espiral) en el reactor de descomposición de la presente invención se consigue mediante los medios de agitación del líquido residual D en la Fig. 3. Los medios de agitación D comprenden álabes de agitación, un eje de agitación y un motor de agitación, por lo cual el líquido interno del reactor de descomposición puede formar un flujo de líquido en la dirección perimetral. La velocidad de rotación de los álabes de agitación se selecciona de manera adecuada usualmente dependiendo de la forma o del diámetro de los álabes, de tal manera que la velocidad terminal directa de los álabes será usualmente de 0,2 a 5 m/s. El líquido residual que forma el flujo en espiral se extraerá de la línea 2-1 o 2-2 de descarga del líquido residual. La línea 2-1 de descarga del líquido residual representa un ejemplo en el que esta se dispone en una dirección tangente al cuerpo principal del reactor de descomposición, y la línea 2-2 de descarga del líquido residual representa un ejemplo en el que esta se dispone en la porción central del reactor de descomposición. En el caso de la línea 2-1 de descarga, junto con el efecto de agitación de los álabes, se puede mantener un buen flujo en espiral.

La Fig. 4 es una vista que muestra la sección transversal del reactor de descomposición A y la relación de posición para la conexión con las líneas formadoras del flujo en espiral. La línea 5 (línea 5 de retorno formadora del flujo en espiral) en la Fig. 1 o la línea 1 (línea 1 de suministro de material con un alto punto de ebullición) en la Fig. 2 se dispone en la dirección tangente al cuerpo principal del reactor de descomposición, por lo cual se puede formar un flujo en la dirección perimetral (un flujo en espiral) en el reactor de descomposición. Además, la línea 2-1 de descarga del líquido residual en la Fig. 3 se dispone en una dirección tangente al cuerpo principal del reactor de descomposición, por lo cual junto con el efecto de agitación de los álabes, se puede mantener un buen flujo en espiral.

La Fig. 5 es una vista (vista en sección transversal longitudinal de la columna) que muestra esquemáticamente una sustancia sólida acumulada en la parte inferior del reactor de descomposición A. Si se unen los productos acumulados de la izquierda y la derecha, el puerto de descarga estará en un estado obturado, por lo cual la extracción del líquido de la parte inferior será imposible, y la bomba B de la parte inferior puede experimentar cavitación.

Reacción de descomposición térmica del material de alto punto de ebullición

El producto de adición de Michael contenido en el material de alto punto de ebullición se puede descomponer a un monómero que contiene ácido (met)acrílico como el componente principal. En un caso en el que el éster (met)acrílico está contenido en el material de alto punto de ebullición, puede hidrolizarse a ácido (met)acrílico y un alcohol, o puede recuperarse tal cual en forma de un éster sin descomposición, dependiendo de las condiciones.

La temperatura de la reacción de descomposición se ajusta entre 110 y 250 °C, preferentemente entre 120 a 230 °C. En la Fig. 1, el material de alto punto de ebullición se calentó en el intercambiador de calor para el calentamiento, y se controla la temperatura. Diferente de aquel en el que se instala un calefactor fuera del reactor de descomposición A, como se muestra en la Fig. 1, está disponible, por ejemplo, un calefactor de tipo bobina interna en el reactor de descomposición de un calefactor de tipo encamisado instalado alrededor del reactor de descomposición, y se puede usar un dispositivo calefactor de cualquier tipo.

El tiempo de retención para la reacción de descomposición varía dependiendo de la composición del material de alto punto de ebullición, la presencia o ausencia del catalizador y la temperatura de reacción de la descomposición. En un caso en el que la temperatura de la reacción de descomposición es baja, es un tiempo relativamente largo, tal como de 10 a 50 horas, y en un caso en el que la temperatura de la reacción de descomposición es alta, es de 30 minutos a 10 horas. La temperatura de reacción puede ser tanto a una condición de presión reducida como a una condición de presión atmosférica.

La reacción de descomposición se puede llevar a cabo utilizando solo el material de alto punto de ebullición como el objeto. Sin embargo, para acelerar la reacción de descomposición, esta se puede llevar a cabo en presencia de un catalizador ácido o en presencia de agua. Como catalizador de la reacción de descomposición se usa principalmente un ácido o un ácido de Lewis, tal como ácido sulfúrico, ácido fosfórico, ácido metanosulfónico, ácido paratoluenosulfónico o cloruro de aluminio. El catalizador y/o el agua pueden mezclarse previamente con el material de alto punto de ebullición, o se pueden suministrar al reactor de descomposición A por separado a partir del material de alto punto de ebullición. En un caso en el que un polímero, un inhibidor de la polimerización, un catalizador, etc., estén contenidos en el material de alto punto de ebullición, habitualmente permanecerán y se concentrarán en el residuo de descomposición sin descomponerse.

Estructura del reactor de descomposición

La estructura del reactor de descomposición A puede ser cualquier estructura tal como un tipo columna o un tipo tanque. En el caso de un reactor de tipo columna, se pueden instalar platos o materiales de empaquetamiento que se usan comúnmente en una columna de destilación como contenido, por lo cual se pueden llevar a cabo no solo la reacción de descomposición, sino también una operación de destilación, que es preferido. Como material de empaquetamiento puede utilizarse, por ejemplo, un material de empaquetamiento regular tal como SULZER

PACKING fabricado por SULZER BROTHERS LTD., SUMITOMO SULZER PACKING o MELLAPACK fabricado por SUMITOMO HEAVY INDUSTRIES, LTD., GEMPAK fabricado por GLITSCH, MONTZ PACK fabricado por MONTZ, GOODROLL PACKING fabricado por TOKYO TOKUSHU KANAAMI K.K., HONEYCOMB PACKING fabricado por NGK IN- SULATORS, LTD. o IMPULSE PACKING fabricado por NAGAOKA INTERNATIONAL CORPORATION, puede, por ejemplo,

Como material de empaquetamiento irregular puede mencionarse, por ejemplo, INTALOX SADDLE fabricado por NORTON, TELLERETTE fabricado por Nittetu Chemical Engineering Ltd., PALL RING fabricado por BASF, CASCADE MINI-RING fabricado por MASS TRANSFER o FLEXIRING fabricado por JGC CORPORATION, Se puede usar uno cualquiera de dichos materiales de empaquetamiento, o se puede usar más de uno de ellos en combinación. Los platos, por ejemplo, pueden ser platos de campana, platos perforados, platos de burbujeo, platos de superflujo o platos de flujo máximo que tienen una toma de gas lateral o platos o discos dobles y platos de tipo toroidal que no tienen una toma de gas lateral. Los platos o los materiales de empaquetamiento se pueden usar combinados, o el mencionado contenido puede no estar presente en el reactor de descomposición.

En la presente invención, el flujo de líquido en la dirección perimetral (el flujo en espiral) es aquel que se genera de forma forzada, y se puede llevar a cabo el mencionado suministrando el material de alto punto de ebullición o el líquido de retorno de las colas (el líquido de la parte inferior) desde una dirección tangente del reactor. En un caso en el que no está presente la entrada de suministro desde una dirección tangente, el flujo en espiral se forma agitando álabes que se proporcionan en el reactor. En algunos casos, ambos medios se pueden usar en combinación.

En el caso de un reactor de tipo tanque provisto de álabes de agitación, se puede proporcionar una pantalla deflectora, según requiera el caso. Los álabes de agitación pueden ser de cualquier tipo siempre que sean capaces de generar un flujo perimetral. Específicamente, se pueden mencionar álabes de anclaje, álabes de paleta multietapas (al menos una etapa), álabes de paleta inclinados multietapas (al menos una etapa) álabes en celosía, álabes MAXBLEND (marca comercial, fabricado por SUMITOMO HEAVY INDUSTRIES, LTD.), ÁLABES FULLZONE (marca comercial, fabricado por SHINKO PANTEC CO., LTD., etc., y se puede usar al menos un tipo en al menos una etapa. Los ÁLABES FULLZONE son de tal manera que los álabes de tipo flujo radial se unen en dos etapas en la dirección del eje de rotación sobre un eje de rotación instalado verticalmente en el centro del reactor, y los álabes adyacentes en la dirección del eje de rotación están en una relación de posición a la dirección del eje de rotación de tal manera que sus fases están desplazadas entre sí en no más de 90° y la porción más inferior de la etapa superior uno de los álabes adyacentes en la dirección del eje de rotación, se localiza por debajo de la porción más elevada de la etapa inferior uno (véase el documento JF-A-7-33804). Particularmente preferidos como álabes de agitación, están los álabes de anclaje, los álabes en celosía o ÁLABES FULLZONE.

Con respecto a las placas deflectoras (a partir de ahora en el presente documento deflectores) instaladas junto con los álabes de agitación, no existe restricción en la presente invención. Se puede emplear cualquier tipo, o no se pueden instalar deflectores. Específicamente, se pueden mencionar un tipo varilla, un tipo placa puede mencionarse, por ejemplo, un tipo peine, y se puede instalar al menos un tipo y al menos un miembro. Se prefiere particularmente instalar un tipo varilla o un tipo placa.

Descarga del residuo del reactor de descomposición

El residuo de descomposición se puede descargar del reactor de descomposición mediante un procedimiento adecuado. La posición de descarga de la parte inferior del reactor de descomposición puede estar en cualquier lugar siempre que esté en la porción final inferior de la columna. Es preferible en un intervalo de 1/2 del diámetro de la columna a partir de la porción más baja inferior.

Si se localiza por encima de la porción final, una sustancia sólida se acumulará en la porción final. El residuo se almacena en, por ejemplo, un depósito y a continuación se recircula a un tratamiento de incineración o un procedimiento de producción. Por otra parte, ácido acrílico, ácido metacrílico, un alcohol, etc., como productos de descomposición del producto de la adición de Michael o el éster se descargarán de forma continua desde la parte superior (la parte superior de la columna) del reactor de descomposición. Se dirigen a un sistema de purificación o se recirculan a una posición adecuada en el procedimiento de producción.

Realización b

Esta realización b se ha llevado a cabo sobre la base del descubrimiento de que en una reacción de descomposición de un producto de adición de Michael de ácidos (met)acrílicos se puede llevar a cabo sin obturación durante un largo tiempo mediante descarga por pulsos, es decir, descarga intermitente del líquido de la parte inferior en vez de descarga continua desde la parte inferior del reactor. El motivo por el cual se puede evitar eficazmente la obturación no se entiende claramente. Sin embargo, a partir de los hechos experimentales, los presentes inventores consideran que la obturación en una tubería con un flujo constante se verá perturbada por el flujo del líquido debido al flujir intermitente, y debido al efecto perturbador del flujo de líquido, la obturación puede suprimirse de forma extremadamente eficaz a pesar del hecho de que el flujo de líquido se detendrá temporalmente.

"Ácido (met)acrílico y éster (met)acrílico",

"Producto de adición " y "Procedimiento para producir ácidos (met)acrílicos son los mismos que en el caso de la Realización a.

Diagrama de flujo para la línea de producción mediante la reacción de descomposición térmica del material de alto punto de ebullición

5 La Fig. 6 es un ejemplo de la línea de producción mediante la reacción de descomposición térmica de la presente invención, que es igual al caso de la Realización a excepto que C representa un intercambiador de calor para el calentamiento, F una válvula de control de descarga intermitente, y 3 una línea de suministro del intercambiador de calor para calentamiento

10 El material de alto punto de ebullición se suministra a un reactor de descomposición A a partir de la línea 1. El suministro al reactor de descomposición A puede llevarse a cabo de manera continua o intermitente (de forma semicontinua), pero se prefiere el suministro continuo. Una sustancia valiosa y una parte de los materiales que constituyen el material de alto punto de ebullición formado en el reactor de descomposición se extrae de forma continua en estado gaseoso desde de la línea 6 de recuperación y vuelve al procedimiento de producción ya que está en estado gaseoso o enfriado a un estado líquido. En un caso en el que el reactor de descomposición A es un reactor de tipo columna, una parte del líquido enfriado puede volver como líquido de reflujo a la parte superior de la columna del reactor de descomposición. El líquido de la parte inferior se extrae desde la línea 2. y mediante una bomba β , una parte se suministra a un intercambiador de calor C para calentar y volver al reactor de descomposición A. El resto se descargará fuera del sistema desde la línea 4 mediante una válvula de control de descarga intermitente D como la parte esencial de la presente invención. El número de referencia 5 representa una conducción de transporte a un depósito de almacenamiento.

"La reacción de descomposición del material de alto punto de ebullición"

"Estructura del reactor de descomposición" son iguales que en el caso de la Realización a.

Descarga intermitente

25 En la Realización b, la característica más significativa es que el residuo de la descomposición se descarga de manera intermitente desde el reactor de descomposición. La descarga intermitente se lleva a cabo mediante una válvula D de control de descarga intermitente. El tiempo de cierre de la válvula D es usualmente de 5 segundos a 5 minutos, preferentemente de 10 segundos a 2 minutos, y el tiempo de apertura de la válvula D es usualmente de 2 segundos a 5 minutos, preferentemente de 3 segundos a 2 minutos. La relación de apertura de la válvula D de control (porcentaje de tiempo de apertura/tiempo de apertura+tiempo de cierre)) está preferentemente en un intervalo de 2 a 50 %, más preferentemente de 5 a 30 %. Si el tiempo de cierre es más corto y el tiempo de apertura es más largo que el intervalo anterior, puede que no se obtenga de manera suficiente el efecto de supresión de la obturación debido a una inercia del flujo del residuo de la descomposición. Si el tiempo de cierre es largo y el tiempo de apertura es corto, es probable que tenga lugar la obturación de la tubería debido a una influencia del estado estático del líquido en la tubería, siendo la mencionada indeseable. En la descarga continua (tasa de apertura: 100 %), tendrá lugar la obturación de la tubería como resulta evidente también a partir de un Ejemplo Comparativo a partir de ahora en el presente documento.

35 Por otra parte, ácido acrílico, ácido metacrílico, un alcohol, etc., como productos de la descomposición del producto de adición de Michael o el éster, se descargarán de forma continua desde la parte superior del reactor de descomposición (parte superior de la columna).

40 Se llevarán a un sistema de purificación, o se pueden recircular a una posición adecuada del procedimiento de producción.

Realización c

45 En la Realización c, como platos de la columna de destilación, se usaron platos de tipo disco y de tipo toroidal, por lo cual se han resuelto problemas de adhesión, deposición y acumulación de la sustancia sólida. Concretamente, Los platos de tipo disco y de tipo toroidal son de tal manera que los platos de discos y los platos toroidales se instalan alternativamente con una distancia adecuada, y como se muestra en las Figs. 7 y 8, la estructura es muy simple, y la apertura es extremadamente grande, por lo cual, apenas precipita o se acumula una sustancia sólida, por lo cual es posible resolver los problemas de adhesión, deposición y acumulación de la sustancia sólida.

50 Por consiguiente, utilizando una columna de destilación equipada con platos de tipo disco y de tipo toroidal, se pueden llevar a cabo de manera constante la descomposición del subproducto y recuperación de una sustancia valiosa durante la producción de ácidos (met)acrílicos. Los platos de tipo disco y de tipo toroidal tienen una estructura que es extremadamente sencilla. Por consiguiente, en comparación con una columna de destilación que emplea platos convencionales o material de empaquetamiento, existe un aspecto positivo de que el coste de producción de la columna de destilación y los costes de construcción tales como los costes de instalación, pueden ser muy bajos.

Ahora, se describirá en detalle una realización práctica del procedimiento para descomponer el subproducto formado

durante la producción de ácidos (met)acrílicos de acuerdo con la Realización c. En primer lugar, con referencia a las Figs. 7 y 8, se describirá la construcción de una columna de destilación equipada con platos de tipo disco y de tipo toroidal adecuada para la Realización c. La Fig. 7(a) es una vista esquemática de la sección transversal que muestra una columna de destilación equipada con platos planos de disco y de forma toroidal, y la Fig. 7(b) es una vista en perspectiva ampliada de las porciones esenciales de la Fig. 7(a). Además, La Fig. 8(a) es una vista esquemática de la sección transversal que muestra una columna de destilación equipada con platos pendiente y con forma disco-toroidal, y la Fig. 8(b) es una vista en perspectiva ampliada de las porciones esenciales de la Fig. 8(a).

Los platos de tipo disco-toroidal son tales que una pluralidad de platos con forma de disco y platos con forma toroidal se disponen alternativamente con una distancia adecuada en la columna de destilación, y en la columna de destilación 31 en la Fig. 7. los platos 32A con forma de disco de tipo de placa plana y los platos 32B con forma toroidal se disponen alternativamente en la columna. Mientras, en la columna de destilación 3 en la Fig. 8, los platos 34A con forma de disco de tipo de placa en pendiente y los platos 34B con forma toroidal inclinados en la dirección del flujo de líquido se disponen alternativamente. En las columnas de destilación 31 y 33 de las Figs. 7 y 8, 31A y 33A son entradas de líquidos, y 31B y 33B son entradas de vapor. Además, 31C y 33C son salidas de vapor, y 31D y 33D son salidas de líquido de la parte inferior. 35 en la Fig. 8 es un distribuidor (dispositivo de dispersión).

La distancia entre los platos con forma de discos 32A y 34A y los platos con forma toroidal 32B y 34B (L en las Figs. 7 y 8) es preferentemente al menos 250 mm a fin de suprimir el arrastre. Si la distancia L es excesivamente grande, la altura de la columna de destilación tendrá que aumentarse, y por tanto, es preferentemente de casi 500 mm.

La forma de la vista en planta del plato con forma de disco 32A o 34A es preferentemente un círculo perfecto, y su centro se localiza preferentemente en el centro de la columna de destilación. Del mismo modo, la forma de la vista en planta del plato con forma toroidal 32B o 34B es preferentemente un anillo circular perfecto, y la periferia externa del plato con forma toroidal 32B o 34B está preferentemente en estrecho contacto con la pared interna de la columna de destilación 31 o 33.

El diámetro del plato con forma de disco 32A o 34A (D_1 en las Figs. 7 y 8) y el diámetro de la apertura del plato con forma toroidal 32B o 34B (D_2 en las Figs. 7 y 8) (denominados algunas veces a partir de ahora en el presente documento "diámetro interno") se seleccionan de manera adecuada en un intervalo de entre 55 a 74 % del diámetro interno de la columna de destilación 31 o 33. Este tamaño corresponde a un intervalo de entre 30 a 55 % que se ha representado por la relación de área abierta en la columna de destilación 31 o 33.

A fin de evitar la ruta corta (circuito corto) del flujo descendente del líquido en la columna de destilación 31 o 33, el diámetro D_1 del plato con forma de disco 32A o 34A es preferentemente ligeramente más grande que el diámetro interno D_2 del plato con forma toroidal 32B o 34B.

Con respecto a la forma de los platos, se prefieren los platos de tipo placa plana sencilla 32A y 32B que se muestran en la Fig. 7. Sin embargo, como se muestra en la Fig. 8, con los platos 34A y 34B ligeramente inclinados en la dirección del flujo de líquido, es posible suprimir adicionalmente la acumulación de una sustancia sólida. El ángulo de la pendiente en dicho caso no está particularmente limitado, pero se ajusta usualmente de forma preferente en un intervalo de entre 5 a 45° desde una dirección horizontal.

Un procedimiento para instalar platos con forma de disco 32A y 34A y platos con forma toroidal 32B y 34B en las columnas de destilación 31 y 33 puede ser cualquier procedimiento. Este puede ser, por ejemplo, un procedimiento de fijación por medio de soportes extendidos desde las paredes de las columnas de destilación, un procedimiento de soldadura a las paredes de la columna de destilación, o un procedimiento en el que las platos con forma de disco se fijan completamente a un soporte vertical y se montan en las columnas de destilación en la forma de una estructura integral.

El número de placas de los platos con forma de disco y los platos con forma toroidal que se van a instalar en la columna de destilación no está particularmente limitado y se selecciona de forma adecuada de tal manera que se pueda obtener el comportamiento de separación requerido para el procedimiento concreto. Si el número de placas es demasiado pequeño, la cantidad de destilación del componente de alto punto de ebullición tiende a ser grande, y aumentará la cantidad en recirculación, y disminuirá la capacidad de tratamiento del reactor de descomposición, siendo la mencionada indeseable. Por otra parte, si el número de placas aumenta más de lo necesario, no solo aumentarán los costes de construcción, sino que también disminuirá la concentración de la destilación, en la parte superior del inhibidor de la polimerización contenido en la materia líquida prima, por lo cual es probable que tenga lugar una reacción de polimerización indeseable del destilado, siendo la mencionada indeseable. Por consiguiente, los platos con forma de disco y los platos con forma toroidal que se van a instalar se seleccionan preferentemente en un intervalo de 5 a 20 placas (para este número de placas, un plato con forma de disco o un plato con forma toroidal se tomará como una placa).

El ácido (met)acrílico de la Realización c es preferentemente el obtenido por una reacción de oxidación catalítica en fase vapor del propano, propileno, acroleína, isobutileno, alcohol t-butílico o similares, y un producto de reacción de oxidación gaseosa se enfría e inactiva rápidamente con agua. Después, la separación de agua y ácido (met)acrílico mediante un procedimiento de destilación azeotrópica que emplea un disolvente azeotrópico o mediante un

procedimiento de extracción que emplea un disolvente. Además, se separan compuestos de bajo punto de ebullición tales como ácido acético, y a continuación se separa un componente pesado tal como el producto de adición de Michael para obtener un ácido (met)acrílico de alta pureza. Por otra parte, se pueden separar agua y ácido acético de manera simultánea por medio de un agente azeotrópico. El producto de la adición de Michael anteriormente mencionado se concentrará en la fracción de alto punto de ebullición, y se prefiere que esta fracción, es decir, usualmente el líquido de la parte inferior de una columna de fraccionamiento, se mezcle con el subproducto formado durante la producción de un éster (met)acrílico, de tal manera que se traten todos conjuntamente.

El éster (met)acrílico de la Realización c no está particularmente limitado y puede ser, por ejemplo, (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de n-butilo, (met)acrilato de i-butilo, (met)acrilato de n-hexilo, (met)acrilato de 2-etilhexilo, (met)acrilato de n-octilo, (met)acrilato de metoxietilo, (met)acrilato de i-nonilo o (met)acrilato de i-decilo.

El producto de la adición de Michael es un subproducto que se va a formar en una etapa de reacción o una etapa de purificación en la producción de ácido (met)acrílico y un éster (met)acrílico, y es un compuesto que tiene ácido (met)acrílico, ácido acético, un alcohol o agua añadido del producto de adición de Michael añadido a la posición α o β de un compuesto que tiene un grupo (met)acrililo presente en dicho procedimiento de producción. El compuesto que tiene un grupo (met)acrililo presente en el procedimiento de producción, puede ser, por ejemplo, (met)acroleína, un ácido (met)acrílico, un ácido carboxílico que tiene un grupo (met)acrililo, tal como un ácido β -acriloxipropiónico o un ácido β -metacriloxiisobutírico (a partir de ahora en el presente documento ambos se pueden denominar generalmente como el dímero) que tiene ácido (met)acrílico del producto de adición de Michael añadido a dicho ácido (met)acrílico, un trímero de ácido (met)acrílico (a partir de ahora en el presente documento el trímero) que tiene ácido metacrílico del producto de adición de Michael añadido a dicho dímero, o un tetrámero de ácido (met)acrílico (a partir de ahora en el presente documento el tetrámero) que tiene ácido (met)acrílico del producto de adición de Michael añadido a dicho trímero, o el éster (met)acrílico correspondiente que tiene dicho ácido carboxílico que tiene un grupo (met)acrililo esterificado con un alcohol. Además, del mismo modo, puede estar también contenido uno que tenga ácido (met)acrílico del producto de adición de Michael añadido a (met)acroleína. Específicamente, el producto de adición de Michael de la presente invención incluye ácido β -acriloxipropiónico o ácido β -metacriloxiisobutírico, y su éster y el aldehído del compuesto β -acriloxipropanal o β -metacriloxiisobutanal), un ácido β -alcoxipropiónico y su éster, ácido β -hidroxipropiónico o ácido β -hidroxisobutírico, y sus ésteres y compuestos de aldehído, así como los dímeros, trímeros, tetrámeros, etc., y sus compuestos β -acriloxi, compuestos β -acetoxi, compuestos β -alcoxi y compuestos β -hidroxi. Además, un compuesto que tiene ácido acético del producto de adición de Michael añadido a un grupo (met)acrililo, aunque puede ser en una cantidad muy pequeña.

En la Realización c, como procedimiento para producir un éster de ácido (met)acrílico, es habitual emplear un procedimiento para hacer reaccionar un alcohol con ácido (met)acrílico para la esterificación, o un procedimiento para producir un éster acrílico de un alcohol superior, haciendo reaccionar un éster acrílico de un alcohol inferior con un alcohol superior para transesterificación. Además, el procedimiento de producción puede ser tanto un sistema discontinuo como un sistema continuo. Como catalizador para dicha esterificación o transesterificación se emplea normalmente un catalizador ácido.

El procedimiento para producir un éster (met)acrílico comprende preferentemente la etapa de reacción y una etapa de purificación para llevar a cabo el lavado, extracción, evaporación, la destilación o similares como operación unitaria para llevar a cabo la separación del catalizador, concentración, purificación, etc., del éster (met)acrílico bruto obtenido en dicha etapa de reacción. La relación molar del material de partida del ácido (met)acrílico o del éster (met)acrílico al alcohol en la etapa de reacción puede seleccionarse adecuadamente dependiendo del tipo y la cantidad del catalizador que se va a usar para la reacción, el sistema de reacción, las condiciones de reacción, o el tipo de alcohol utilizado como materia prima.

El producto de adición de Michael principalmente mediante la reacción que se concentrará en la parte inferior de la columna de destilación (la columna de fraccionamiento) para separar una fracción de alto punto de ebullición. Por consiguiente, en la presente invención, el líquido de la parte inferior, como el objeto que se va a tratar, se somete a descomposición térmica junto con el subproducto procedente de la etapa previa de producción de ácido (met)acrílico, y el componente útil obtenido se recuperará para la etapa de reacción del éster (met)acrílico o una etapa de purificación.

Aquí, la columna de destilación para separar la fracción de alto punto de ebullición puede variar dependiendo del tipo del éster (met)acrílico que se va a producir o el procedimiento que se va a utilizar, pero normalmente, es una que separa el ácido (met)acrílico y la fracción de alto punto de ebullición, o que separa un éster (met)acrílico y la fracción de alto punto de ebullición, o que separa ácido (met)acrílico, un alcohol y un éster (met)acrílico, y la fracción de alto punto de ebullición. La presente invención se puede aplicar a todos ellos.

En el líquido de la parte inferior de la columna de fracción-separación de alto punto de ebullición se concentra el producto de adición de Michael anteriormente mencionado, pero además, están contenidas cantidades sustanciales de ácido (met)acrílico y/o un éster (met)acrílico, y además, están contenidos componentes de alto punto de ebullición tales como un inhibidor de la polimerización usado en el procedimiento, un oligómero o un polímero formados en el procedimiento, impurezas de alto punto de ebullición en la materia prima o sus productos de

reacción, Además, en algunos casos, el catalizador utilizado para la etapa de esterificación o transesterificación.

5 Como se ha mencionado anteriormente, el producto de la adición de Michael subproducido durante la etapa para producir ácido (met)acrílico se concentrará normalmente en la parte inferior de la columna de destilación (columna de fraccionamiento) para separar el producto de ácido (met)acrílico de la fracción pesada. En este líquido de la parte inferior está contenida una cantidad sustancial de ácido (met)acrílico, y además, el inhibidor de la polimerización utilizado en el procedimiento, el oligómero formado en el procedimiento o los componentes de alto punto de ebullición también están incluidos.

10 En la Realización c, como el sistema de destilación reactiva en el que la reacción de descomposición del producto de adición de Michael y la destilación y recuperación de la sustancia valiosa se llevan simultáneamente a cabo, se puede emplear cualquier sistema tal como un sistema continuo, un sistema discontinuo, un sistema semicontinuo o un sistema de descarga intermitente, pero se prefiere un sistema continuo. Además, el tipo de reactor puede ser cualquiera de un reactor con depósito de agitación de tipo de mezcla completa, un reactor con depósito de mezcla completa de tipo circulación o un reactor hueco sencillo, sin restringirse a cualquier tipo concreto.

15 Como catalizador, se pueden usar un catalizador ácido de Lewis o una base de Lewis, pero se puede usar la descomposición térmica simple que no emplea catalizadores. Como condiciones para la reacción de descomposición, la temperatura es normalmente de 120 a 280 °C, preferentemente de 140 a 240 °C, y el tiempo de retención del líquido basado en el líquido de descarga, es de 0,5 a 50 horas, preferentemente de 1 a 20 horas. Con respecto a la presión de reacción, se selecciona preferentemente una condición de tal manera que se va a recuperar la mayoría de ácido (met)acrílico, el éster (met)acrílico, el alcohol, etc., se destilará a la temperatura de reacción.

20 En la Realización c, se proporciona una columna de destilación con platos de tipo disco y de tipo toroidal como se muestra en la Fig. 7 u 8 instalada en el reactor para llevar a cabo la destilación reactiva. Esta porción de la columna de destilación puede ser una columna directamente conectada al reactor, o una columna independiente de un sistema que se conecta a una tubería de vapor procedente del reactor y una tubería de suministro de líquido procedente de una columna de destilación, y de esta manera, el sistema no está particularmente limitado. Además, el sistema de calentamiento para la destilación reactiva no está particularmente limitado y puede ser un tipo bobina en el reactor, un tipo intercambiador de calor multitubular interno, un tipo camisa externa o un tipo intercambiador de calor externo.

25 En un caso en el que se lleva a cabo la destilación reactiva en un sistema continuo, se puede suministrar la materia prima a la porción de la columna de destilación o a la porción del reactor en la parte inferior, pero se prefiere suministrar esta a la porción de la columna de destilación.

30 Además, en la presente invención, el subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico que contiene el producto de adición de Michael, y el subproducto formado durante la producción de un éster (met)acrílico, se puede someter por separado al tratamiento de descomposición térmica, o se puede mezclar y someter al tratamiento de descomposición térmica.

35 Realización d

La Realización d es aquella en la que el oxígeno o un gas que contiene oxígeno se suministra directamente al destilado que contiene el producto de descomposición formado por la reacción de descomposición del anterior subproducto y aquel que suprime la polimerización de un compuesto fácilmente polimerizable en el producto de descomposición por la acción de dicho oxígeno. Como resultado de diversos estudios, se ha descubierto que la polimerización del compuesto fácilmente polimerizable en el producto de descomposición se puede suprimir suficientemente mediante la adición de dicho oxígeno o un gas que contiene oxígeno. Se considera que esto es atribuible al hecho de que el oxígeno añadido aumentará el efecto supresor de la polimerización del inhibidor de la polimerización contenido usualmente en la materia prima para la reacción de descomposición.

45 En la Realización d, el éster (met)acrílico no está particularmente limitado, pero puede mencionarse uno similar al descrito en la Realización c. Además, con respecto al producto de adición de Michael, pueden mencionarse algunos similares a los descritos en la Realización c.

50 El líquido alimentado (denominado algunas veces a partir de ahora en el presente documento como líquido de alto punto de ebullición) que se va a alimentar a la columna de descomposición con reacción contiene también sustancias utilizadas o generadas en el procedimiento para producir ácido acrílico o ésteres acrílicos. Específicamente, son ácido acrílico, ésteres acrílicos, ácido maleico, ésteres de ácido maleico, furfural, benzaldehído, polímeros, oligómeros, alcoholes que se van a usar como materiales para la producción de ésteres, y un inhibidor de la polimerización (acrilato de cobre, ditiocarbamato de cobre, un compuesto fenólico, un compuesto de fenotiazina, etc.).

55 El ditiocarbamato de cobre anterior puede ser uno similar al descrito en la realización a. Además, el compuesto de fenol anterior puede ser uno similar al descrito en la Realización a.

Pueden estar contenidas sustancias diferentes de las anteriores dependiendo del procedimiento.

El ácido (met)acrílico en la Realización d es el mismo que el descrito en la Realización c. Además, el procedimiento para producir un éster (met)acrílico en la Realización d, por ejemplo, comprende una etapa de reacción de reaccionar un alcohol a ácido (met)acrílico para la esterificación utilizando una resina catiónica de intercambio iónico como catalizador, y una etapa de purificación de llevar a cabo el lavado, extracción, evaporación, la destilación o similares, para llevar a cabo la separación del catalizador, la concentración, purificación, etc., de la solución de éster acrílico bruto obtenida en la etapa de reacción. La relación molar de materia prima del ácido (met)acrílico o el éster (met)acrílico al alcohol en la etapa de reacción, el tipo y la cantidad del catalizador que se va a usar para la reacción, el sistema de reacción, las condiciones de reacción, etc., se seleccionan de manera adecuada dependiendo del tipo de materia prima de alcohol. El producto de adición de Michael subproducido principalmente en la etapa de reacción de esterificación se concentrará como una fracción pesada en la parte inferior de la columna de reacción para recuperar un componente variable.

El subproducto formado durante la producción de ácido acrílico y el subproducto formado durante la producción de un éster acrílico pueden descomponerse conjuntamente.

En la Realización d, cualquiera entre un sistema de un sistema continuo, un sistema discontinuo, un sistema semidiscontinuo o un sistema de descarga intermitente, se puede emplear en el procedimiento de reacción para llevar a cabo la reacción de descomposición del producto de adición de Michael, pero se prefiere un sistema continuo. También, el tipo de reactor no está particularmente limitado, y se puede emplear cualquier tipo tal como un reactor de tipo flujo tubular, un reactor de película fina con flujo descendente un reactor con tanque de agitación de tipo tanque de mezcla completa o un reactor de tipo tanque de mezcla completa de tipo circulación. Para obtener componentes útiles contenidos en el producto de la reacción de descomposición puede emplearse tanto un procedimiento para obtenerlos mediante evaporación o destilación durante la reacción como un procedimiento de obtenerlos mediante evaporación o destilación después de la reacción. Sin embargo, para obtener una alta tasa de recuperación, se prefiere el sistema de destilación reactiva anterior.

En el caso en el que se emplee el sistema de destilación reactiva, la presión de reacción depende sustancialmente de la temperatura de reacción anteriormente mencionada, y se emplea presión de tal manera que la mayoría de componentes útiles tales como ácido acrílico, un éster acrílico, un alcohol, etc., producidos en la reacción de descomposición y contenidos en la materia prima de reacción se evaporarán.

Se puede seleccionar el catalizador a partir de un ácido de Lewis, una base de Lewis, un ácido inorgánico tal como ácido sulfúrico o ácido fosfórico, y un ácido orgánico tal como ácido metanosulfónico o ácido p-toluenosulfónico. Se puede suministrar agua a la columna de reacción de descomposición de tal manera que la descomposición se puede llevar a cabo en la coexistencia de la fracción de alto punto de ebullición y agua.

La concentración del catalizador ácido es preferentemente de 0,1 a 1,0 % en peso, de forma particularmente preferente de 0,2 a 0,8 % en peso, basándose en el líquido cargado.

La temperatura de reacción de descomposición es preferentemente de 110 a 250 °C, de forma particularmente preferente de 120 a 230 °C. El tiempo de retención de líquidos basado en el líquido de descarga es preferentemente 0,5 a 50 horas. Además, en un caso en el que la temperatura de la reacción de descomposición es baja, es preferible de 10 a 50 horas, y en un caso en el que la temperatura de la reacción de descomposición es más alta, es preferiblemente de 0,5 a 10 horas. Además, en un caso en el que la reacción de descomposición se lleva a cabo mediante una reacción continua, con respecto al tiempo de reacción, el tiempo de retención del líquido que se ha calculado para el líquido de descarga puede considerarse como el tiempo de reacción. Por ejemplo, en un caso en el que la capacidad del líquido en el reactor es de 500 l, y la cantidad de líquido de descarga es de 100 l/h, el tiempo de retención será de 5 horas.

Para el destilado de la columna de la reacción de descomposición, se añade oxígeno o un gas que contiene oxígeno (denominado algunas veces en el presente documento oxígeno o similar) para evitar su polimerización. Como oxígeno o similar, se puede emplear oxígeno puro, un gas que tenga oxígeno diluido con un gas inerte, aire, o un gas que tenga aire diluido con un gas inerte. El gas inerte puede ser, por ejemplo, nitrógeno, dióxido de carbono, argón o neón. La adición del gas inerte es para evitar la formación de un gas explosivo. El gas inerte está preferiblemente presente en una cantidad de entre 3,76 a 18,05 veces por volumen de oxígeno, y en el caso del aire, el gas inerte está preferiblemente presente en una cantidad de entre 0,3 a 3 veces por volumen de aire. Desde el punto de vista de los costes, es evidente que el aire es más barato que el oxígeno. El oxígeno o similar se añade preferentemente en una proporción de entre 0,0001 a 0,01 de una relación de volumen, particularmente de 0,0005 a 0,005 en relación de volumen que se ha calculado como oxígeno al gas destilado.

Además, en la presente invención, la adición del oxígeno o similar al gas destilado de la columna de reacción de descomposición puede llevarse a cabo en la línea tras la descarga de la columna de la reacción de descomposición, o se puede añadir el oxígeno o similar a la porción superior de la columna de reacción de descomposición en la que se forma sustancialmente el gas destilado.

La Fig. 11 es un diagrama de flujo que muestra el procedimiento de reacción de descomposición. El líquido de alto punto de ebullición se suministra a una columna de reacción de descomposición 41 y se descompone térmicamente.

Aquí, esta columna de reacción de descomposición 41 se puede proporcionar con un agitador para agitar el líquido en la columna. Además, se puede proporcionar a la columna de la reacción de descomposición 41 una camisa de calentamiento empleando vapor o un medio calefactor orgánico como fuente de calor.

5 El líquido de la parte inferior en la columna de la reacción de descomposición 41 se extrae mediante una bomba 42 y una parte de la misma, mediante la línea de recirculación 43a. se calienta con un intercambiador de calentador 43 para el calentamiento y se recircula, y el resto se descarga fuera del sistema.

10 El destilado formado en la reacción de descomposición se destila desde la parte superior de la columna de reacción de descomposición 41, y tras la adición de oxígeno o similar mediante una línea de gas de la parte superior de la columna 44a, se enfría y licua mediante un intercambiador de calor 44 y se introduce en depósito 5 del líquido enfriado. Aquí, en el caso de que se proporcione una línea de reflujo, puede omitirse el depósito 45 del líquido enfriado. En la Fig. 11, el componente de gas en el depósito del líquido enfriado 45 se lleva desde el depósito del líquido enfriado 45 a un intercambiador de calor 7 y se enfría, por lo cual se licuará una sustancia valiosa. El gas no condensado se suministrará a una instalación de recuperación de sustancias valiosas o una instalación de vacío (no se muestra). El líquido en el depósito de líquido enfriado 45 se extrae mediante una bomba 46, y una parte del mismo, tras añadir un inhibidor de la polimerización, se recirculará mediante el intercambiador de calor 44 al depósito líquido enfriado 45, y el resto se capturará como producto de descomposición. El producto de la descomposición de devolverá al procedimiento produciendo ácido acrílico o un éster acrílico, tal como se ha mencionado anteriormente.

20 En el reactor de descomposición 41 se pueden proporcionar platos o un material de empaquetamiento, que se usan comúnmente en una columna de destilación, En este caso, se operará como una columna de descomposición de destilación reactiva. Como material de empaquetamiento se puede mencionar un material de empaquetamiento regular tal como SULZER PACKING fabricado por SULZER BROTHERS LTD., SUMITOMO SULZER PACKING fabricado por SUMITOMO HEAVY INDUSTRIES, LTD., MELLAPACK fabricado por SUMITOMO HEAVY INDUSTRIES, LTD., GEMPAK fabricado por GLITSCH, MONTZ PACK fabricado por MONTZ, GOODROLL PACKING fabricado por TOKYO TOKUSHU KANAAMI K.K., HONEYCOMB PACKING fabricado por NGK INSULATORS, LTD. o IMPULSE PACKING fabricado por NAGAOKA INTERNATIONAL CORPORATION, o un material de empaquetamiento irregular tal como INTALOX SADDLE fabricado por NORTON, TELLERETTE fabricado por Nittetu Chemical Engineering Ltd., PALL RING fabricado por BASF, CASCADE MINI-RING fabricado por MASS TRANSFER o FLEXIRING fabricado por JGC CORPORATION, Se puede emplear cualquiera de estos materiales de empaquetamiento, o se puede usar más de un tipo en combinación.

Los platos pueden ser, por ejemplo, platos de campana, platos perforados, platos de burbujeo, platos de superflujo, platos de flujo máximo, etc., que tienen una toma de gas lateral, o platos dobles, etc., que no tienen una toma de gas lateral. Los platos o los materiales de empaquetamiento se pueden usar combinados.

35 Además, no se puede proporcionar dicho contenido en la columna de reacción de descomposición. En este caso, se puede instalar una columna de destilación o similar, según requiera el caso.

40 En un caso en el que se proporcionan medios de agitación en la columna de reacción de descomposición 41, los álabes de agitación pueden ser de cualquier tipo, y por ejemplo, pueden ser álabes de anclaje, álabes de paleta multietapas (al menos una etapa), álabes de paleta inclinados multietapas (al menos una etapa), y como especiales, álabes MAXBLEND fabricados por SUMITOMO HEAVY INDUSTRIES, LTD.), (o ÁLABES FULLZONE (fabricados por SHINKO PANTEC CO., LTD.). Se puede usar más de un tipo en más de una etapa, es decir, en multietapas. Particularmente preferidos son los álabes de anclaje o los álabes en celosía.

45 Las placas deflectoras (deflectores) que se van a instalar junto con los álabes de agitación pueden ser de cualquier tipo. Específicamente, pueden ser de tipo varilla, tipo placa o un tipo peine, y más de un tipo, y se puede instalar más de un deflector. Se prefiere particularmente instalar un tipo varilla o un tipo placa. Sin embargo, puede no incluirse deflector alguno.

50 La fracción rica en ácido (met) acrílico, un éster (met)acrílico y un alcohol, obtenido mediante reacción de descomposición, se recupera en su cantidad completa para la etapa de producir un éster acrílico. El lugar en el que se va a recircular la fracción recuperada, no está particularmente limitado. Sin embargo, contiene una pequeña cantidad de una fracción ligera, y por consiguiente, se prefiere recircular esta a un lugar antes de la etapa de separación de la fracción ligera.

Realización e

55 La invención de esta Realización e se refiere a un procedimiento para recuperar ácido acrílico. En particular, en un procedimiento que comprende poner en contacto ácido acrílico que contiene ácido maleico, particularmente un gas que contiene ácido acrílico obtenido mediante una oxidación catalítica en fase vapor del propileno, con un disolvente, recoger ácido acrílico en la forma de una solución que contiene ácido acrílico, eliminar mediante destilación un componente de alto punto de ebullición procedente de la solución que contiene ácido acrílico mediante destilación azeotrópica o destilación directa, obtener a continuación ácido acrílico mediante fraccionamiento, descomponer térmicamente a la vez un oligómero de ácido acrílico contenido en las colas de una

columna de destilación y recuperar ácido acrílico y recircularlo a una etapa de purificación, se refiere a un procedimiento para eliminar eficazmente ácido maleico como impureza del líquido que se va a suministrar al reactor de descomposición térmica o procedente del destilado.

5 La invención de la Realización se ha llevado a cabo sobre la base del descubrimiento del siguiente hecho por los presentes inventores.

- 10 • El ácido maleico formado junto con el ácido acrílico en el reactor de oxidación está presente en la forma de un ácido dicarboxílico que tiene dos grupos carboxilo, en una solución acuosa, pero en ácido acrílico, puede tener una forma de anhídrido maleico que ha perdido una molécula de agua de su molécula. Ácido maleico y anhídrido maleico están en equilibrio, y en la solución de ácido acrílico que se va a suministrar al equipo de recuperación de la reacción de descomposición térmica de un oligómero de ácido acrílico, la concentración de agua como componente de bajo punto de ebullición es baja, por lo cual el equilibrio se desplaza sustancialmente a anhídrido maleico.
- 15 • Cuando se añade agua a dicho líquido, una parte de anhídrido maleico se convierte en ácido maleico en correspondencia con la cantidad de agua añadida.
- 15 • En el líquido de la parte superior de la columna (o gas) del reactor de descomposición térmica, está presente el agua que se forma por la descomposición térmica del ácido 3-hidroxipropiónico, etc., y una parte de anhídrido maleico reaccionará con este agua para formar ácido maleico.
- La reacción de equilibrio tarda algún tiempo, y el equilibrio se acelerará mediante calentamiento.
- 20 • La solubilidad del ácido maleico en ácido acrílico es baja en comparación con el anhídrido maleico, y es probable que el ácido maleico experimente precipitación.
- El grado de precipitación depende de la concentración de ácido maleico o agua en el líquido y de la temperatura de funcionamiento, y por adición de disolvente insoluble en agua, se acelerará la precipitación.
- 25 • Es posible facilitar la precipitación y la separación reduciendo la solubilidad convirtiendo el anhídrido maleico en ácido maleico en el líquido que se va a suministrar al reactor de descomposición térmica para el ácido acrílico o en el líquido recuperado procedente del reactor de descomposición térmica.

30 Y, mediante dicho procedimiento, la circulación en el sistema de purificación del ácido maleico implicado en la descomposición y recuperación térmica de un oligómero de ácido acrílico formado en la etapa para la destilación y purificación del líquido que contiene ácido acrílico pueden reducirse fácilmente mediante precipitación y separación sólido-líquido utilizando el equilibrio químico del ácido y el anhídrido ácido, por lo cual se hace posible recuperar el ácido acrílico sin problema de obturación mediante polimerización.

Ahora, la Realización se describirá en detalle con respecto a cada uno de los elementos "Reactor de descomposición térmica", "Preparación de una solución de ácido acrílico", "Reacción de ácido maleico", "Operación de precipitación", y "Separación del precipitado".

Reactor de descomposición térmica

35 El líquido de la parte inferior de la columna de purificación (producto) para el ácido acrílico o el líquido obtenido concentrando y calentando el líquido de la parte inferior por un evaporador de película fina o similar se usa como el líquido que se va a suministrar, y se lleva a cabo la descomposición térmica de un oligómero de ácido acrílico en un intervalo de temperatura de entre 120 a 220 °C. Se puede llevar a cabo la etapa para la reacción de descomposición térmica y la etapa para separar los productos descompuestos en el mismo equipo tal como una columna de 40 destilación reactiva, o en equipos separados, tales como una combinación de un tanque de calentamiento y un evaporador. Se puede usar un catalizador para la reacción de descomposición térmica. Como un tipo de catalizador, un compuesto que tiene un grupo amino secundario o terciario, o puede mencionarse, por ejemplo, una fosfina terciaria. Sin embargo, el catalizador no se limita a lo anterior. Por otra parte, la reacción de descomposición puede llevarse a cabo en ausencia de cualquier catalizador.

45 Preparación de una solución de ácido acrílico

Se va a tratar el líquido que se va a suministrar al reactor de descomposición térmica o al líquido recuperado procedente del reactor de descomposición térmica (el destilado).

50 La concentración de ácido maleico o/y anhídrido maleico en el líquido recuperado está comprendida en un intervalo de entre 1,6 a 28 % en peso, preferentemente de 2,5 a 25 % en peso. Si la concentración de ácido maleico es baja, la precipitación tiende a ser difícil, y si la concentración es demasiado alta, la pérdida de ácido acrílico aumenta en el momento de separación del ácido maleico precipitado.

La concentración de agua es como sigue en una relación molar:

$$\frac{\text{agua}}{\text{Ácido maleico} + \text{Anhídrido maleico} \times 2} \leq 1,0$$

De forma particularmente preferible, está comprendido en un intervalo de $[\text{anhídrido maleico}] \times 0,8 \leq [\text{agua}] \leq [\text{ácido maleico}] \times 0,5 + [\text{anhídrido maleico}]$. Si la concentración de agua es demasiado alta, la cantidad de precipitación de ácido maleico disminuye, y el tiempo requerido para la precipitación será largo.

- 5 La concentración de ácido acrílico es al menos de un 70 % en peso. Si es más baja que esta, la naturaleza del líquido será diferente, y existirá un caso en el que no se pueda obtener el efecto de la presente invención.

Reacción de ácido maleico

10 En la solución están presentes ácido maleico y anhídrido maleico. En comparación con el anhídrido maleico, el ácido maleico tiene una baja solubilidad en ácido acrílico. Por consiguiente, cuanto mayor sea la relación ácido maleico/anhídrido maleico en solución, más eficaz es la eliminación mediante precipitación.

15 Para acelerar la formación de ácido maleico mediante la reacción de anhídrido maleico con agua, la temperatura del líquido puede aumentarse a entre 50 a 70 °C. Si se aumenta la temperatura más allá de este intervalo, se acelerará la velocidad de formación de un oligómero de ácido acrílico, por lo cual no solo disminuirá la eficacia de calentamiento, la descomposición y la recuperación del oligómero, sino que también es probable que tenga lugar la polimerización del ácido acrílico, siendo la mencionada indeseable.

El tanque de reacción que se va a usar no está particularmente limitado. Sin embargo, se le proporciona preferentemente un sistema para agitar la solución, tal como paletas de agitación o una circulación externa mediante una bomba, a fin de evitar la polimerización en el tanque.

20 En un caso en el que la cantidad de ácido maleico (que no incluye anhídrido) en la solución exceda de un 2 % en peso, se puede omitir la anterior operación.

Operación de precipitación

25 A partir de la solución anteriormente mencionada, se precipita ácido maleico. El tanque que se va a usar para dicha precipitación puede ser uno usado para la anterior operación o puede ser un tanque separado. El tiempo requerido para la precipitación está preferiblemente en un intervalo de entre 0,5 a 5 horas incluyendo la anterior operación. Si el tiempo es demasiado corto, la eficacia de precipitación tiende a ser baja. Desde el punto de vista de la eficacia, cuanto más prolongado sea el tiempo requerido, mejor. Sin embargo, se requiere que el instrumento que se va a usar sea grande, siendo lo mencionado poco económico.

30 La temperatura de operación es de 20 a 70 °C, preferentemente de 20 a 40 °C. Si la temperatura de operación es demasiado baja, aumentará la carga de enfriamiento, siendo lo mencionado poco económico. Además, el punto de ebullición del ácido acrílico es de 13 °C, y se puede producir la congelación del ácido acrílico. Cuanto mayor sea la temperatura, más polimerizable será el ácido acrílico y aumentará la solubilidad del ácido maleico, siendo lo mencionado indeseable.

35 Se puede añadir un disolvente que pueda formar capas con agua, por lo cual, la cantidad de precipitación y la velocidad de precipitación del ácido maleico puede verse aumentada. El disolvente que se puede emplear para este fin puede ser, por ejemplo, un hidrocarburo alifático tal como hepteno u octeno, un hidrocarburo aromáticos tal como tolueno, xileno o etilbenceno, un éster tal como acetato de isopropilo, o una cetona tal como metil isobutil cetona, pero no se limita a lo anterior. Más preferido es un disolvente de baja polaridad tal como un hidrocarburo aromático o alifático. La cantidad es preferentemente de 0,5 a 4 veces en volumen para la solución de ácido acrílico recuperada. Si la cantidad es demasiado pequeña, no tienden a obtenerse los efectos adecuados para la precipitación. Por otra parte, una cantidad excesiva de precipitación aumenta la carga del procedimiento tal como el tamaño y la capacidad del instrumento, siendo lo mencionado poco económico. Se puede emplear el mismo que el agente azeotrópico que se va a usar para la etapa de destilación con deshidratación, y en dicho caso, la carga térmica para eliminar el disolvente añadido no aumentará sustancialmente.

45 Se puede llevar a cabo la agitación para evitar la deposición en la pared del tanque de los cristales precipitados en el tanque. Además, los cristales que tienen un tamaño de partículas uniforme se precipitarán por agitación, lo que filita la etapa de separación posterior.

Separación del precipitado

50 Se puede llevar a cabo la separación del ácido maleico precipitado en el tanque usado para la precipitación. Sin embargo, es conveniente llevar a cabo la separación frente a la extracción del líquido procedente del tanque de precipitación, de tal manera que se puede llevar a cabo de manera continua la operación.

Como medio para eliminar el ácido maleico precipitado en el líquido descargado puede ser conveniente, por ejemplo, un filtro de recambio. Sin embargo, dichos medios no se limitan a lo anterior, y se puede emplear un

5 separador sólido-líquido usual. Se puede emplear un espesador, un tanque de precipitación, un ciclón, un filtro, un separador centrífugo o similar. El sólido separado puede capturarse mediante la apertura del instrumento. Sin embargo, se puede disolver mediante una cantidad pequeña de agua caliente y se puede eliminar como agua residual. Dependiendo del instrumento, el sólido separado puede descargarse de manera continua. La solución de ácido acrílico que tiene el precipitado eliminado, contiene agua o un disolvente orgánico añadido para la operación de precipitación recirculado preferentemente a una etapa de purificación previa a la columna de purificación del ácido acrílico.

10 Como resultado de la operación anterior, la concentración de ácido maleico en el ácido acrílico recuperado se reducirá a un nivel de entre 1,4 a 3 % en peso. El contenido de este nivel no afectará adversamente la pureza del producto, incluso si se recircula a la etapa de purificación.

Realización f

15 La invención de la Realización f se refiere a un procedimiento para instalar un medidor de nivel de líquido que se va a usar para el equipo para producir un compuesto fácilmente polimerizable. Más particularmente, se refiere a un procedimiento para instalar una porción de detección del lado de presión alta del medidor de nivel de líquido y se dirige a un procedimiento para instalar un medidor de nivel de líquido, por lo cual se ha posibilitado la operación continua del equipo sin obturación de la porción de detección del medidor de nivel de líquido.

20 La Fig. 12 es una vista que muestra la instalación completa en la que el procedimiento para instalar un medidor de nivel de líquido de la Realización f se aplica a una columna de reacción de descomposición (material con un alto punto de ebullición) y un depósito de líquido enfriado por gas en la parte superior en la producción de ácido acrílico. La Fig. 13 es una vista parcialmente ampliada que muestra un medidor de nivel de líquido instalado en la columna de reacción de descomposición (material con un alto punto de ebullición) de la Fig. 12. y la Fig. 14 es una vista parcialmente ampliada que muestra un medidor de nivel de líquido instalado en el depósito de líquido enfriado con gas de la parte superior de la Fig. 12.

25 En primer lugar, con referencia a la Figura 12, se describirá generalmente la instalación para la producción de ácido acrílico. 6A es una columna de reacción de descomposición (material de alto punto de ebullición), y la línea 61 de suministro se une a la columna de reacción de descomposición 6A (material de alto punto de ebullición). 6B₁ es una bomba de la parte inferior, y el lado de entrada de la bomba 6B₁ de la parte inferior se conecta a una línea 62 de descarga de líquido de la parte inferior unida a la parte inferior de la columna 6A de reacción de descomposición (material de alto punto de ebullición), y su lado de salida está conectado a la línea 64 de descarga de residuo de descomposición.

30 6C es un intercambiador para el calentamiento, y el lado de entrada del intercambiador de calor para el calentamiento está conectado a la línea de suministro 63 del intercambiador de calentamiento, ramificado a partir de la línea 64 de descarga del residuo de descomposición, y su lado de salida está conectado a la pared del lado inferior de la columna 6A de la reacción de descomposición (material de alto punto de ebullición) mediante una línea.

35 6D es un intercambiador de calor para enfriar el gas de la parte superior de la columna, y el lado de entrada del intercambiador de calor 6D para enfriar el gas de la parte superior de la columna se conecta a una línea de recuperación de gas de descomposición 66 unida a la parte superior de la columna de reacción de descomposición 6A (material de alto punto de ebullición), y su lado de salida está conectado al lado de entrada de un tanque líquido 6E enfriado por gas en la parte superior de la columna mediante una línea.

40 Además, el lado de salida del tanque de líquido 6E enfriado con gas en la parte superior de la columna está conectado con una línea de descarga de líquido 68 enfriada con gas en la parte superior de la columna mediante una línea de descarga de líquido 65 de la parte inferior del tanque y una bomba 6E₂, y el líquido enfriado con gas de la parte superior de la columna se transfiere por esta línea 68 a la siguiente instalación.

45 Una línea de retorno de líquido enfriado 69 ramificada a partir de la línea de descarga de líquido 68 enfriada con gas de la parte superior de la columna se conecta al lado de entrada del intercambiador de calor 6D para enfriar el gas de la parte superior de la columna.

50 6F es un intercambiador de calor para enfriar un gas de venteo, y el lado de entrada del intercambiador de calor 6F para enfriar un gas de venteo se conecta al tanque de líquido 6E enfriado con gas de la parte superior de la columna mediante una línea. El gas de venteo en el intercambiador de calor 6F para enfriar un gas de venteo se enfriará y, tras recuperar una sustancia valiosa en el gas recuperado, se llevará a una línea de descarga 67 de gas de venteo.

H₁ y H₂ son medidores de nivel de líquido de tipo presión diferencial, y el procedimiento para instalar dichos medidores de nivel de líquido H₁ y H₂ es la característica esencial de la presente invención.

55 Concretamente, el lado de presión alta del medidor de nivel de líquido H₁ de tipo presión diferencial está conectado a la línea de descarga de líquido 62 de la parte inferior mediante una línea de detección 11 del lado de presión alta, y el lado de presión baja del medidor de nivel de líquido de tipo presión diferencial H₁ se conecta con la pared del lado inferior de la (material de alto peso de ebullición) columna de reacción de descomposición 6A mediante una línea de

detección 12 del lado de presión baja.

5 El lado de presión alta del medidor de nivel de líquido H₂ de tipo presión diferencial está conectado a la línea de descarga de líquido 65 de la parte inferior del tanque mediante una línea de detección 13 del lado de presión alta. y el lado de presión baja del medidor de nivel de líquido de tipo presión diferencial H₂ está conectado con el lado superior del tanque líquido 6E enfriado con gas de la parte superior de la columna mediante una línea de detección 14 del lado de presión baja.

Ahora, se describirán en detalle los ejemplos específicos del procedimiento para instalar los metros de nivel de líquidos de tipo presión diferencial anteriores H₁ y H₂ con referencia a las Figs. 13 y 14.

10 En las Figs. 13(1) y (2), 6A es la columna de reacción de descomposición (material de alto punto de ebullición), y el líquido almacenado en la parte inferior de la (material de alto punto de ebullición) columna de reacción de descomposición 6A se extrae fuera de la columna por la línea de descarga de líquido 62 de la parte inferior constituida por una tubería corta de descarga de líquido en la parte inferior 62a unida a la parte inferior de la columna y un conducto de descarga de líquido de la parte inferior 62b.

15 H₁ es el medidor de nivel de líquido de tipo presión diferencial, y el lado de presión alta del medidor de nivel de líquido H₁ de tipo presión diferencial se conecta tanto a la tubería corta 62a o al conducto 62b que constituye la línea de descarga de líquido 62 de la parte inferior, mediante la línea de detección del lado de presión alta 11 constituida por una tubería corta de detección del lado de presión alta 11a y un conducto de detección del lado de presión alta 11b

20 El ángulo de conexión α entre la línea de detección del lado de presión alta 11 y la línea de descarga de líquido de la parte inferior es de 5 a 90°, preferentemente de 10 a 90°.

Si el ángulo de conexión es menor de una conexión de 5°, es prácticamente difícil, y si el ángulo de conexión excede 90°, es probable que la sustancia sólida del líquido fluya a la línea 11 de detección del lado de alta presión, siendo lo mencionado indeseable.

25 La relación dimensional D₂/D₁ es de 1 a 20, preferentemente de 1,3 a 10, en la que D₁ es el diámetro de la tubería de la línea de detección del lado de alta presión, y D₂ es el diámetro de la tubería de la línea de descarga de líquido.

Si la relación D₂/D₁ es menor de 1, es probable que la sustancia sólida del líquido fluya a la línea 11 de detección del lado de alta presión, siendo lo mencionado indeseable, y si D₂/D₁ excede 20, la detección del nivel de líquido tiende a ser difícil.

30 El lado de presión baja del medidor de nivel de líquido de tipo presión diferencial H₁ se conecta con la pared lateral del lado inferior de la (material de alto peso de ebullición) columna de reacción de descomposición 6A mediante una línea de detección 12 del lado de presión baja constituida por un conducto de detección del lado de presión baja 12b y una tubería corta de detección del lado de presión baja 12a.

35 La Fig. 13(1) es un ejemplo en el que la línea de detección del lado de presión alta 11 está conectada a la porción vertical de la línea de descarga de líquido de la parte inferior 62, a la vez la Fig. 13(2) es un ejemplo en el que la línea de detección del lado de presión alta 11 está conectada a una porción horizontal de la línea de descarga de líquido de la parte inferior 62.

40 En las Figs. 14(1) y (2), 6E es el tanque de líquido enfriado con gas en la parte superior de la columna, y el líquido almacenado en la parte inferior del tanque de líquido 6E enfriado con gas de la parte superior de la columna se extrae del tanque por la línea de descarga de líquido 65 de la parte inferior del tanque constituida por una tubería corta de descarga de líquido 65a de la parte inferior del tanque unida a la parte inferior del tanque y un conducto de descarga de líquido 65b de la parte inferior del tanque.

45 H₂ es el medidor de nivel de líquido de tipo presión diferencial, y el lado de presión alta del medidor de nivel de líquido H₂ de tipo presión diferencial se conecta tanto a la tubería corta 65a o al conducto 65b que constituye la línea de descarga de líquido 65 de la parte inferior mediante una línea de detección del lado de presión alta 13 constituida por una tubería corta de detección del lado de presión alta 13a y un conducto de detección del lado de presión alta 13b.

50 Además, el lado de presión baja del medidor de nivel de líquido de tipo presión diferencial H₂ se conecta al lado superior del tanque de líquido E enfriado con gas de la parte superior de la columna mediante una línea de detección 14 del lado de presión baja constituido por un conducto de detección del lado de presión baja 14b y una tubería corta de detección 14a del lado de presión baja.

El ángulo de conexión α entre esta línea de detección 13 del lado de presión alta y la línea de descarga de líquido de la parte inferior del tanque 65, y la relación D₂/D₁ dimensional en la que D₁ es el diámetro de la tubería de la línea de detección del lado de presión alta 13, y D₂ es el diámetro de la tubería de la línea de descarga de líquido 65 son aceptables si se satisface la relación entre la línea de detección 11 del lado de presión alta y la línea de descarga de

líquido 62, como se describe en detalle con referencia al ejemplo anterior de la Fig. 13.

Aquí, la Fig. 14(1) es un ejemplo en el que la línea de detección del lado de presión alta 13 está conectada a la porción vertical de la línea de descarga de líquido de la parte inferior 65, y la Fig. 14(2) es un ejemplo en el que la línea de detección del lado de presión alta 13 está conectada a una porción horizontal de la línea de descarga de líquido de la parte inferior 65.

La línea de descarga de líquido anterior está conectada a un lugar en el que se almacena el líquido que contiene un compuesto fácilmente polimerizable, tal como una columna de destilación, un depósito a reflujo de una columna de destilación, una columna de reacción de descomposición, un evaporador de película fina, un depósito de líquido enfriado con gas en la parte superior de la columna un depósito de almacenamiento vertical, un depósito de almacenamiento horizontal o un depósito. y la línea de detección del lado de presión alta del medidor de nivel de líquido se une al anterior, de tal manera que se puede medir el nivel de líquido.

Además, el medidor de nivel de líquido que se va a usar en la presente invención puede ser, por ejemplo, un medidor de nivel de líquido de tipo presión diferencial, y tipo de calibre de vidrio o un tipo de medidor de nivel de líquido de tipo visión directa tubular o un indicador de nivel de tipo desplazamiento.

Se prefiere que una entrada de inyección de un gas y/o un líquido se conecte a la línea de detección del lado de presión alta y/o la línea de detección del lado de presión baja de dicho medidor de nivel de líquido.

En un caso en el cual es posible algún cambio operacional, una sustancia sólida fluye en el líquido en dicha línea de detección, es posible descargar rápidamente la sustancia sólida por el gas y/o el líquido. Dicho gas y/o líquido puede suministrarse de forma continua o intermitente.

El gas que se va a usar para este fin es preferentemente nitrógeno del aire, dióxido de carbono o similar, y como el líquido, se prefiere usar el mismo líquido que el líquido que fluye en la línea de descarga de líquido, tal como ácido acrílico o un éster acrílico.

Además, se prefiere que dicha porción se caliente o atempere para evitar la deposición de una sustancia sólida en el líquido en la línea de detección del lado de presión alta y/o la línea de detección del lado de presión baja del medidor de nivel de líquido.

El compuesto fácilmente polimerizable que se va a medir por medio del procedimiento para instalar un medidor de nivel de líquido de la presente invención es eficaz cuando el ácido (met) acrílico o se va a producir su éster.

Además, como líquido que se va a medir mediante el medidor de nivel de líquido, es particularmente eficaz el que contiene al menos un tipo seleccionado entre un dímero de ácido acrílico, ésteres de ácido β -(met) acriloxipropiónico, ésteres de ácido β -alcoxipropiónico, ésteres de ácido β - hidroxipropiónico y ésteres de ácido β - hidroxipropiónico, subproducidos durante la producción de ácido (met) acrílico o su éster.

Ejemplos

Ahora, la presente invención se describirá detalladamente con referencia a los Ejemplos y Ejemplos comparativos, pero la presente invención no está restringida en forma alguna por dichos Ejemplos. Aquí, el análisis de la composición del material de alto punto de ebullición se llevó a cabo de acuerdo con un procedimiento usual por medio de un cromatógrafo de gas provisto de un detector de ionización de llama (FID).

Ejemplo a1

Se llevó a cabo una reacción de descomposición de un material de alto punto de ebullición mediante la instilación que se muestra en la Fig. 1. Como reactor de descomposición se usó un reactor de tipo columna fabricado por Hastelloy C y que tiene un diámetro externo de 600 mm y una longitud de 1800 mm. Como materia prima, un material de alto punto de ebullición que tiene la siguiente composición se suministró de forma continua desde la línea 1 a una velocidad de 580 kg/h.

Composición del material de alto punto de ebullición (materia prima)

Acrilato de butilo,	22 % en peso
β -butoxipropionato de butilo	67 % en peso
Acriloxipropionato de butilo:	4 % en peso
β -hidroxipropionato de butilo:	2 % en peso
Hidroquinona:	3 % en peso
Metoxiquinona:	2 % en peso

Además, como catalizador de la reacción de descomposición, se suministró una solución acuosa de ácido sulfúrico al 1 % a una velocidad de 58 kg/h (10 % del líquido alimentario de la materia prima), y se llevó a cabo una reacción de descomposición a una presión de reacción de 100 kPa a una temperatura de descomposición de 190 °C para un tiempo de retención de 1 hora.

- 5 Desde la línea 6 en la parte superior, se recuperó una sustancia valiosa compuesta principalmente por ácido acrílico y butanol, a una velocidad de 438 kg/h, mientras que se descargó fuera del sistema mediante la línea 4 a una velocidad de 200 kg/h un residuo de reacción que tiene la siguiente composición.

Composición de residuo de reacción

Acrilato de butilo,	11 % en peso
β-butoxiopropionato de butilo	68,5 % en peso
Acriloxipropionato de butilo:	2 % en peso
β-hidroxipropionato de butilo:	0,3 % en peso
Hidroquinona:	8,7 % en peso
Metoxiquinona:	5,8 % en peso
Butanol:	0,8 % en peso
Ácido sulfúrico:	2,9 % en peso

- 10 Desde la línea 2 del reactor A se extrajo el líquido de la parte inferior a una velocidad de 35350 kg/h, y desde la línea 5 (véase la Fig. 4) instalada en una dirección tangente al reactor A, 350 kg/h del líquido de la parte inferior se devolvieron al reactor A mediante una válvula de control del caudal (no se muestra en la Fig. 1) instalada en la línea 5. El resto de 34800 kg/h se devolvió al reactor A mediante un intercambiador de calor C para el calentamiento y la línea de retorno 3-2 para el calentamiento. En ese momento, se formó un flujo en espiral en la parte inferior del reactor A mediante el líquido de retorno procedente de la línea 5. Además, la tubería para la línea 3 era 4B, y la tubería para la línea 5 era 11/2 (1,5) B.

- 15 Tras llevar a cabo un funcionamiento continuo durante 6 meses, la operación se detuvo, y se inspeccionó el interior de la columna de la reacción de descomposición. No se observó acumulación en la parte inferior de la columna de la reacción de descomposición. Además, durante el funcionamiento, no se produjo obturación en la tubería de transporte del residuo de reacción.

Ejemplo comparativo a1

- 25 Se llevó a cabo un funcionamiento en el mismo equipo (Fig. 1) que en el Ejemplo a1 excepto que, con respecto a la conexión de la línea 5 del reactor de descomposición, se instaló en la dirección del centro de la columna, es decir, no en la dirección tangente. Tras el funcionamiento durante 2 meses, se produjo súbitamente la cavitación en la bomba. Finalizó el funcionamiento de la columna de la reacción de descomposición, y se inspeccionó el interior, por lo cual se observó la acumulación de una sustancia sólida en la parte inferior de la columna de la reacción de descomposición. El estado de la sustancia sólida acumulada en la parte inferior de la columna de la reacción de descomposición se muestra en la Fig. 5.

Ejemplo a2

- 30 Utilizando el mismo equipo (Fig. 1) que en el Ejemplo a1, un material de alto punto de ebullición que tiene la siguiente composición se suministró de forma continua desde la línea 1 a una velocidad de 580 kg/h.

Composición de alto punto de ebullición (materia prima)

Ácido acrílico:	45,3 % en peso
Ácido maleico. 1	0,0 % en peso
Dímero de ácido acrílico	
(ácido acriloxipropiónico):	42,4 % en peso
Hidroquinona:	1,3 % en peso

Fenotiazina: 1,0 % en peso

5 Se llevó a cabo una reacción de descomposición a una presión de reacción de 72 kPa a una temperatura de descomposición de 190 °C para un tiempo de retención de 1 hora. Desde la línea 6 en la parte superior, se recuperó una sustancia valiosa compuesta principalmente de ácido acrílico a una velocidad de 449 kg/h, mientras que se extrajo del sistema mediante la línea 4 a una velocidad de 131 kg/h un residuo de reacción que tiene la siguiente composición.

Composición de residuo de reacción

Ácido acrílico:	8,0 % en peso
Ácido maleico.	14,0 % en peso
Dímero de ácido acrílico (ácido acriloxipropiónico):	67,2 % en peso
Hidroquinona:	5,8 % en peso
Fenotiazina:	4,4 % en peso
Oligómero y polímero:	0,6 % en peso

10 El líquido de la parte inferior de la columna de la reacción de descomposición se extrajo por la boquilla 3/4B (línea 2) instalada en la posición más baja de la porción de la parte inferior y se suministró en la bomba B. Mediante la bomba B se extrajo de la línea 4 a una velocidad de 131 kg/h a la vez que se suministró la línea 3 a una velocidad de 32000 kh/h como líquido de retorno a la columna de la reacción de descomposición mediante el intercambiador de calor C para el calentamiento mediante una tubería que tiene un diámetro de 4B.

15 Por otra parte, el líquido de la parte inferior de la columna de la reacción de descomposición se suministró como líquido de retorno mediante la bomba B de la línea 5 para formar el flujo en una dirección perimetral en la columna de reacción de descomposición. El diámetro de la tubería de la línea 5 era 1 1/2 (1,5) B, y el caudal era de 400 kg/h, y se llevó a cabo el mencionado control mediante una válvula de control del caudal (no se muestra en la Fig.) instalada en la línea 5.

20 Tras llevar a cabo un funcionamiento continuo durante 6 meses, la operación se detuvo, y se inspeccionó el interior de la columna de la reacción de descomposición. No se observó acumulación en la parte inferior de la columna de la reacción de descomposición. Además, durante el funcionamiento, no se observó obturación en la tubería de transporte del residuo de reacción.

Ejemplo comparativo a2

25 Se llevó a cabo un funcionamiento mediante la misma instalación que en el Ejemplo a2 excepto que en el Ejemplo a2 se realizó la conexión de la línea 5 con la columna de la reacción de descomposición en la dirección del centro en vez de en la dirección tangente.

30 Tras el funcionamiento durante 70 días, se produjo súbitamente la cavitación en la bomba B. Finalizó el funcionamiento de la columna de la reacción de descomposición, y se inspeccionó el interior, por lo cual se observó la acumulación de una sustancia sólida en la parte inferior de la columna de la reacción de descomposición. El estado de la sustancia sólida acumulada en la parte inferior de la columna de la reacción de descomposición fue como el que se muestra la Fig. 5.

Ejemplo a3

35 Se llevó a cabo una reacción de descomposición del mismo material de alto punto de ebullición que en el Ejemplo a2 utilizando una columna de reacción de descomposición (sin un detector) como se muestra en la Fig. 3 que tenía álabes de anclaje instalados como álabes de agitación. La columna de la reacción de descomposición tenía una camisa y un diámetro de 600 mm y una altura de 1000 mm, y el diámetro del álabe de los álabes de anclaje era de 540 mm. Se llevó a cabo un funcionamiento bajo las mismas condiciones de funcionamiento que en el Ejemplo a2 ajustando la velocidad de rotación de los álabes de anclaje a 20 rpm. Seis meses después, la operación se detuvo, y se inspeccionó el interior, por lo cual no se observó acumulación de una sustancia sólida en la columna. Además, no se observó obturación en la línea de descarga instalada en la porción más baja de la parte inferior de la columna durante el mismo periodo.

Ejemplo b1

Se llevó a cabo una reacción de descomposición de un material de alto punto de ebullición mediante la instalación

que se muestra en la Fig. 6. Como reactor de descomposición se usó un reactor de tipo columna fabricado por Hastelloy C y que tiene un diámetro externo de 600 mm y una longitud de 1800 mm. Como materia prima, un material de alto punto de ebullición que tiene la siguiente composición se suministró de forma continua desde la línea 1 a una velocidad de 580 kg/h.

5 Composición del material de alto punto de ebullición (materia prima)

Acrilato de butilo,	22 % en peso
β-butoxiopropionato de butilo	69 % en peso
Acriloxipropionato de butilo:	4 % en peso
β-hidroxiopropionato de butilo:	2 % en peso
Hidroquinona:	2 % en peso
Metoxiquinona:	1 % en peso

Además, como catalizador de la reacción de descomposición, se suministró una solución acuosa de ácido sulfúrico al 1 % a una velocidad de 58 kg/h (10 % del líquido alimentario de la materia prima), y se llevó a cabo una reacción de descomposición a una presión de reacción de 100 kPa a una temperatura de descomposición de 190 °C para un tiempo de retención de 1 hora.

Desde la parte superior de la columna se recuperó una sustancia valiosa compuesta principalmente por ácido acrílico y butanol, a una velocidad de 449,5 kg/h, y por otra parte, desde la parte inferior de la columna se extrajo de manera intermitente el residuo de reacción de la siguiente composición a una velocidad de 188,5 kg/h. Concretamente, la válvula de control D de descarga intermitente que se muestra en la Fig. 6 se hizo funcionar durante un tiempo de cierre de 75 segundos y un tiempo de apertura de 5 segundos (la relación de apertura: 6,3 %).

El líquido descargado se envió al tanque de almacenamiento del residuo de reacción instalado a una distancia de 800 m por medio de una tubería que tenía un diámetro de 3/4B (diámetro interno: 22,2 mm). Se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 3 meses, pero no se observó obturación en la tubería de transporte del residuo de reacción. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

20 Composición de residuo de reacción

Acrilato de butilo,	11,7 % en peso
β-butoxiopropionato de butilo	72,7 % en peso
Acriloxipropionato de butilo:	2,1 % en peso
β-hidroxiopropionato de butilo:	0,4 % en peso
Hidroquinona:	6,2 % en peso
Metoxiquinona:	3,1 % en peso
Butanol:	0,8 % en peso
Ácido sulfúrico:	3,1 % en peso

Además, las velocidades de descomposición de los componentes respectivos en el material de alto punto de ebullición fueron como sigue.

β-butoxiopropionato de butilo	aproximadamente 67 % en peso
Acriloxipropionato de butilo:	aproximadamente 83 % en peso
β-hidroxiopropionato de butilo:	aproximadamente 74 % en peso

25 Aquí, con respecto a cada componente en el material de alto punto de ebullición, la velocidad de descomposición se define por $[1 - (\text{cantidad descargada desde el reactor de descomposición}) / (\text{cantidad suministrada al reactor de descomposición})] \times 100$ (%).

Ejemplos b2 a b4

5 Un líquido residual de reacción obtenido por la misma instalación y funcionamiento que en el Ejemplo b1 se envió al tanque de almacenamiento del residuo de reacción de la misma manera que en el Ejemplo b1 excepto que el tiempo de descarga intermitente (relación de apertura) se cambió a la condición que se muestra en la Tabla 1. En cualquier condición, no se observó obturación en la tubería de transporte como resultado del funcionamiento continuo durante 3 meses. Además, la relación de descomposición del material de alto punto de ebullición fue sustancialmente la misma que en el Ejemplo b1 con respecto a cada componente. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo comparativo b1

10 Un líquido residual de reacción obtenido por la misma instalación y funcionamiento que en el Ejemplo b1 se envió de forma continua al mismo tanque de almacenamiento del residuo de reacción que en el Ejemplo b1. Desde aproximadamente el quinto día del inicio del funcionamiento, se observó una disminución gradual en la cantidad de transporte del líquido residual de reacción. Se administró un choque mecánico a la tubería desde el exterior, se resolvió la obturación parcial y temporalmente, pero fue imposible la recuperación completa de la cantidad de transporte. A continuación, la cantidad de descarga disminuyó de forma continua, y por consiguiente, el tiempo de retención en el reactor de descomposición aumentó gradualmente. Como resultado, el estado líquido del residuo de reacción llegó a ser muy viscoso, y en el día 25, el funcionamiento del reactor de descomposición tuvo que detenerse. Además, la relación de descomposición del material de alto punto de ebullición durante el funcionamiento estacionario antes de la detención fue sustancialmente el mismo que en el Ejemplo con respecto a cada componente. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Ejemplos b5 a b8

Utilizando el mismo equipo que en el Ejemplo b1, se llevó a cabo una reacción de descomposición suministrando un material de alto punto de ebullición que tenía la siguiente composición como la materia prima a una velocidad de 580 kg/h.

25 Composición del material de alto punto de ebullición (materia prima)

Ácido acrílico:	46,0 % en peso
Ácido maleico.	10,0 % en peso
Dímero de ácido acrílico	
(ácido acriloxipropiónico):	42,4 % en peso
Hidroquinona:	0,9 % en peso
Fenotiazina:	0,7 % en peso

Las condiciones de la reacción de descomposición fueron una presión de reacción de 72 kPa, una temperatura de descomposición de 190 °C y un tiempo de retención de 1 hora, y no se suministró catalizador de descomposición.

30 Desde la parte superior de la columna se recuperó una sustancia valiosa compuesta principalmente de ácido acrílico a una velocidad de 449,5 kg/h, mientras que de la parte inferior, un residuo de reacción que tenía la siguiente composición se descargó de manera intermitente a la velocidad de 130,5 kg/h. Concretamente, el tiempo de cierre y el tiempo de apertura de la válvula de control D de descarga intermitente que se muestra en la Fig. 6 se ajustaron como se muestra en la Tabla 2, y se llevó a cabo el funcionamiento.

35 El líquido descargado se envió al tanque de almacenamiento del residuo de reacción instalado a una distancia de 800 m por medio de una tubería que tenía un diámetro de 3/4B (diámetro interno: 22,2 mm). Se llevó a cabo un funcionamiento continuo durante 3 meses, por lo cual no se observó obturación en la tubería de transporte del residuo de reacción. Además, la relación de descomposición del dímero de ácido acrílico fue de aproximadamente 72 %. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Composición de residuo de reacción

Ácido acrílico:	9,0 % en peso
Ácido maleico.	14,0 % en peso
Dímero de ácido acrílico	

(ácido acriloxipropiónico): 69,5 % en peso
 Hidroquinona: 4,0 % en peso
 Fenotiazina: 3,1 % en peso
 Oligómero y polímero: 0,4 % en peso

Ejemplo comparativo b2

5 Un líquido residual de reacción obtenido por la misma instalación y funcionamiento que en los Ejemplos b5 a b8, se envió de manera continua al mismo tanque de almacenamiento del residuo de reacción que en los Ejemplos b5 a b8. Desde aproximadamente el 5º día del inicio del funcionamiento, se observó una disminución gradual en la cantidad de transporte del líquido residual de reacción al tanque de almacenamiento. Se administró un choque mecánico a la tubería desde el exterior, por lo cual se resolvió la obturación parcial y temporalmente, pero fue imposible la recuperación completa de la cantidad de transporte. A continuación, la cantidad de descarga disminuyó de forma continua, y el tiempo de retención en el reactor de descomposición aumentó gradualmente. Como resultado, el estado líquido del residuo de reacción llegó a ser muy viscoso, y el funcionamiento del reactor de descomposición 10 hubo de detenerse en el día 18. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Tabla 1

		Ejemplos				Ejemplo comparativo
		b1	b2	b3	b4	b1
Válvula de control de descarga intermitente	Tiempo de apertura (s)	5	3	10	20	Continuamente abierto
	Tiempo de cierre (s)	75	60	120	180	0
	Relación de apertura (%)	6,3	4,8	7,7	10	100
Estado de la tubería de transporte para el líquido residual de reacción		No se observó obturación durante 3 meses	La cantidad de transporte disminuyó gradualmente, y en el día 25, el reactor de descomposición hubo de detenerse			

Tabla 2

		Ejemplos				Ejemplo comparativo
		b5	b6	b7	b8	b2
Válvula de control de descarga intermitente	Tiempo de apertura (s)	5	3	10	20	Continuamente abierto
	Tiempo de cierre (s)	60	40	90	120	0
	Relación de apertura (%)	7,7	7	10	14,3	100
Estado de la tubería de transporte para el líquido residual de reacción		No se observó obturación durante 3 meses	La cantidad de transporte disminuyó gradualmente, y en el día 18, el reactor de descomposición hubo de detenerse			

15 **Ejemplo c1**

Se llevó a cabo una reacción de descomposición de acuerdo con la presente invención utilizando como materia prima un líquido de la parte inferior de una columna de separación de alto punto de ebullición en un procedimiento para producir acrilato de metilo que tenía la siguiente composición:

Composición del líquido de la parte inferior

Acrilato ácido: 20,0 % en peso
 ácido β-hidroxipropiónico: 1 % en peso
 β-hidroxipropionato de metilo: 8 % en peso

ácido β -acriloxipropiónico:	8 % en peso
β -acriloxipropionato de metilo:	7 % en peso
ácido β -metoxipropiónico:	41 % en peso
β -metoxipropionato de metilo:	12 % en peso
Otros componentes de alto punto de ebullición, etc.:	3 % en peso

5 Como porción de reacción en la parte inferior de la columna de destilación de la reacción de descomposición, se suministró un tanque de agitación fabricado por Hastelloy C y que tiene un diámetro externo de 1000 mm y una longitud de 2000 mm y un medio calefactor a una camisa externa para controlar la temperatura de reacción a 200 °C y la presión de reacción se mantuvo a 130 kPa. Además, en la porción superior de este reactor con tanque de agitación, se conectaron una columna de destilación que tenía un diámetro interno de 400 mm y una altura de 4000 mm y además un condensador, por lo cual se llevó a cabo una reacción mediante un sistema de destilación reactiva.

10 En el interior de la columna de destilación, como se muestra en la Fig. 7, platos con forma de disco 2A que tenían un diámetro D_1 de 280 mm se instalaron en cinco etapas con una distancia de 600 mm desde la porción más superior a la porción más inferior, y entre ellas, platos con forma toroidal 2B con una apertura que tenía un diámetro interno D_2 de 260 mm se instalaron en cuatro etapas con una distancia igual.

15 La posición de alimentación del líquido de la materia prima estaba por encima del disco de la etapa más superior, y el líquido de la parte inferior anteriormente mencionado como la materia prima se suministró a una velocidad de 150 kg/h. El tiempo de retención del líquido se controló mediante el nivel del líquido en el reactor de descomposición, y se ajustó de tal manera que el tiempo de retención basado en el líquido descargado sería de 10 horas. Se continuó el funcionamiento durante 1 mes a una temperatura de reacción de descomposición de 200 °C. y cual no se observó aumento de la presión diferencial, y fue posible llevar a cabo el funcionamiento en una condición estabilizada.

20 Tras el funcionamiento, se observó visualmente el interior de la columna de destilación, por lo cual no se observó la acumulación de una sustancia sólida. La cantidad de descarga del residuo de descomposición durante este periodo fue de 76 kg/h en promedio, y se analizó la composición mediante cromatografía de gases, y los resultados fueron como sigue.

Composición del residuo

Agua:	0,2 % en peso
Metanol:	0,2 % en peso
Acrilato de metilo:	0,3 % en peso
Ácido acrílico:	39 % en peso
ácido β -hidroxipropiónico:	0,3 % en peso
β -hidroxipropionato de metilo:	7 % en peso
ácido β -acriloxipropiónico:	4 % en peso
β -acriloxipropionato de metilo:	4 % en peso
ácido β -metoxipropiónico:	31 % en peso
β -metoxipropionato de metilo:	8 % en peso
Otros componentes de alto punto de ebullición, etc.:	6 % en peso

25 **Ejemplo comparativo c1**

30 Se llevó a cabo una reacción de descomposición durante 1 mes utilizando el mismo equipo, la materia prima y las condiciones de reacción fueron como en el Ejemplo c1 excepto que como la porción de la columna de destilación, se utilizó una columna de destilación empaquetada con 2000 mm de un paquete bobinado como un material de empaquetamiento en vez de los platos de tipo disco y de tipo toroidal, No hubo diferencia distinta del Ejemplo c1 con respecto a la cantidad de descarga o a la composición del residuo, pero durante este periodo, la diferencia de

presión entre la parte superior y la parte inferior de la columna de destilación aumentó gradualmente, y transcurrido 1 mes, se observó un aumento de la presión diferencial de 2,6 kPa. Además, después de 1 mes, la operación se detuvo, y se capturó el material de envase y se inspeccionó visualmente, por lo cual se encontró que se había depositado una cantidad sustancial de sustancia sólida.

- 5 Como es evidente a partir de los resultados de los Ejemplos anteriores y los Ejemplos Comparativos, cuando se emplea el procedimiento de la presente invención, es posible llevar a cabo un funcionamiento continuo en una condición estabilizada sin un problema de por ejemplo, obturación o un aumento en la presión diferencial y para evitar la deposición o acumulación de la sustancia sólida.

Ejemplo d1

- 10 Se llevó a cabo una reacción de descomposición de un líquido de alto punto de ebullición mediante la instalación que se muestra en la Fig. 11. El reactor de descomposición tenía un diámetro de columnas de 1000 mm y una longitud de columna de 2800 mm, y el material era Hastelloy C. La composición del líquido de alto punto de ebullición era de un 22 % en peso de acrilato de butilo, 67 % en peso de β -butoxipropionato de butilo, 4 % en peso de acriloxipropionato de butilo, 2 % en peso de β -hidroxipropionato de butilo, 3 % en peso de hidroquinona y 2 % en peso de metoxiquinona, y se suministró el líquido a una velocidad de 580 kg/h.

- 15 Como catalizador de la reacción de descomposición, se suministró una solución acuosa de ácido sulfúrico al 1 % en peso en una relación en peso del 10 % al líquido suministrado, y la reacción de descomposición se llevó a cabo a una presión de reacción de 100 kPa a una temperatura de descomposición de 190 °C para un tiempo de retención de 1 hora. Por lo cual se obtuvo un gas de descomposición que comprende 45,8 % en peso de acrilato de butilo, 23 % en peso de ácido acrílico, 16 % en peso de butanol, 11,9 % en peso de agua, 2,9 % en peso de β -butoxipropionato de butilo, 0,003 % en peso de hidroquinona, 0,007 % en peso de metoquinona y 0,39 % en peso de otros desde la parte superior de la columna de reacción de descomposición a una velocidad de 437,9 kg/h. Al intercambiador de calor para enfriar el gas de descomposición, se devolvió el líquido obtenido enfriando el gas de descomposición a una velocidad de 800 kg/h.

- 25 Como oxígeno o similar, se suministraron aire a una velocidad de 3 Nm³/h y nitrógeno como un gas inerte de dilución de 3 Nm³/h a la línea de gas de la parte superior de la columna 44a como se muestra en la Fig. 11.

Tras llevar a cabo un funcionamiento continuo durante 3 meses, la operación se detuvo, y se inspeccionó el interior de la columna de la reacción de descomposición. No se observó polímero en el interior de la columna de reacción de descomposición o en el intercambiador de calor para enfriar el gas en la parte superior de la columna.

30 Ejemplo comparativo d1

Se llevó a cabo un funcionamiento por la misma instalación que en el Ejemplo d1 excepto que como oxígeno o similar, se suministraron aire a una velocidad de 6 Nm³/h y nitrógeno como un gas inerte de dilución a una velocidad de 6 Nm³/h a la línea de recirculación 43a antes del intercambiador de calor 43 para el calentamiento, es decir, no a la línea de gas 44a de la parte superior de la columna.

- 35 Tras un funcionamiento continuo durante 3 meses, la operación se detuvo, y se inspeccionó el interior de la columna de la reacción de descomposición. No se observó polímero en el interior de la columna de la reacción de descomposición. No se observaron polímeros en el intercambiador de calor 44 para enfriar el gas de la parte superior de la columna.

Ejemplo comparativo d2

- 40 Se llevó a cabo un funcionamiento de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo d1, excepto que se suministró aire a una velocidad de 3 Nm³/h, y se suministró nitrógeno como un gas inerte de dilución a una velocidad de 3 Nm³/h.

- 45 Tras un funcionamiento continuo durante 3 meses, se detuvo el funcionamiento, y se inspeccionó el interior de la columna de la reacción de descomposición. Se observó un polímero en el interior de la columna de la reacción de descomposición, pero la cantidad fue aproximadamente de 1/3 de la cantidad en el Ejemplo Comparativo d1. Además, se observó un polímero también en el intercambiador para enfriar el gas de la parte superior de la columna.

Ejemplo d2

- 50 Se llevó a cabo la descomposición de un líquido de alto punto de ebullición utilizando el mismo equipo que en el Ejemplo d1. La composición del líquido de alto punto de ebullición era de un 5,3 % en peso de ácido acrílico, 10 % en peso de ácido maleico, 42,4 % en peso de un dímero de ácido acrílico (ácido acriloxipropiónico), 1,3 % en peso de hidroquinona y 1 % en peso de fenotiazina, y se suministró el líquido a una velocidad de 580 kg/h.

Se llevó a cabo la reacción de descomposición a una presión de reacción de 72 kPa a una temperatura de descomposición de 190 °C para un tiempo de retención de 1 hora, por lo cual, un gas de descomposición que comprende un 85,1 % en peso de ácido acrílico, 8,7 % en peso de ácido maleico, 2,1 % en peso de un dímero de

ácido acrílico (ácido acriloxipropiónico), 0,05 % en peso de hidroquinona y 4,07 % en peso de otros desde la parte superior de la columna de reacción de descomposición a una velocidad de 449.5 kg/h. Al intercambiador de calor para enfriar el gas de descomposición, se devolvió el líquido obtenido enfriando el gas de descomposición a una velocidad de 500 kg/h.

- 5 Como oxígeno o similar, se suministró aire a una velocidad a una velocidad de 2 Nm³/h a la línea de gas 44a de la parte superior de la columna que se muestra en la Fig. 11.

Tras llevar a cabo un funcionamiento continuo durante 3 meses, se detuvo el funcionamiento, y se inspeccionó el interior de la columna de la reacción de descomposición. No se observó polímero en el interior de la columna de reacción de descomposición o en el intercambiador de calor para enfriar el gas en la parte superior de la columna.

10 **Ejemplo comparativo d3**

Se llevó a cabo un funcionamiento por la misma instalación que en el Ejemplo d1 excepto que como oxígeno o similar, se suministró aire a una velocidad de 3 Nm³/h a la línea de recirculación 3a.

- 15 Tras un funcionamiento continuo durante 3 meses, se detuvo el funcionamiento, y se inspeccionó el interior de la columna de la reacción de descomposición. No se observó polímero en el interior de la columna de la reacción de descomposición. Además, se observó también un polímero en el intercambiador de calor para enfriar el gas de la parte superior de la columna.

Ejemplo e1

Líquido recuperado desde el reactor de descomposición térmica

Ácido acrílico:	88 % en peso
Dímero de ácido acrílico:	1,1 % en peso
Trímero de ácido acrílico:	100 ppm en peso
Ácido maleico.	1,5 % en peso
Anhídrido maleico:	5,7 % en peso
Agua:	

20
$$\frac{\text{Agua}}{\text{Ácido maleico} + \text{Anhídrido maleico} \times 2} (\text{relación molar}) = 0,34$$

Funcionamiento

- 25 Se colocaron 20 ml de un líquido que tenía la composición anterior en un tubo de ensayo con un tapón y se sometió a agitación horizontal en un baño de aceite a 70 °C durante 2 horas con una amplitud de 3 cm a un ciclo de 1 segundo. Después, se añadió tolueno en una cantidad de dos veces por relación de volumen, y la mezcla se dejó reposar adicionalmente a 35 °C durante 1 hora, después de lo cual se separó un sólido precipitado. La separación del sólido se llevó a cabo a temperatura ambiente mediante filtración en vacío empleando un filtro de papel de malla de 1 μ. El sólido separado contenía cristales mixtos de 96 % de ácido maleico y anhídrido maleico, y ácido acrílico y cantidades muy pequeñas de impurezas impregnadas de los anteriores. La concentración de ácido maleico incluyendo anhídrido maleico tras la eliminación fue de 2,6 % en peso como se calculó excluyendo el tolueno añadido.
- 30

Ejemplo e2

Se llevó a cabo la separación de un sólido en las mismas condiciones que en el Ejemplo e1 excepto que no se llevó a cabo la adición de tolueno. La concentración de ácido maleico incluyendo anhídrido maleico tras eliminar el sólido fue de 3,2 % en peso.

35 **Ejemplo e3**

Se llevó a cabo un funcionamiento en las mismas condiciones que en el Ejemplo e1 añadiendo 0,08 % en peso de agua en el momento del calentamiento a 70 °C. La cantidad de agua en este momento fue:

$$\frac{\text{Agua}}{\text{Ácido maleico} - \text{Anhídrido maleico} \times 2} (\text{relación molar}) = 0,38$$

La concentración de ácido maleico incluyendo anhídrido maleico tras eliminar el sólido fue de 2,4 % en peso.

Ejemplo comparativo e1

Se llevó a cabo un funcionamiento en las mismas condiciones que en el Ejemplo e2 excepto que se añadió un 3 % en peso de agua en el momento del calentamiento a 70 °C. La cantidad de agua en este momento fu:

$$5 \quad \frac{\text{Agua}}{\text{Ácido maleico} - \text{Anhídrido maleico} \times 2} (\text{relación molar}) = 1,63$$

No se observó precipitación de un sólido, y la concentración del ácido maleico que incluía anhídrido maleico no cambió a 7,2 % en peso.

Ejemplo f1

10 Se llevó a cabo una reacción de descomposición de un líquido de alto punto de ebullición mediante la instalación que se muestra en las Figs. 12 y 13.

La composición del líquido de alto punto de ebullición era del 22 % en peso de acrilato de butilo, 67 % en peso de β -butoxiopropionato de butilo, 4 % en peso de acriloxipropionato de butilo, 2 % en peso de β -hidroxipropionato de butilo, 3 % en peso de hidroquinona, y 2 % en peso de metoxiquinona, y se suministró el líquido a una velocidad de 580 kg/h.

15 Como catalizador de la reacción de descomposición, se suministró una solución acuosa de ácido sulfúrico al 1 % en peso en una relación en peso del 10 % al líquido suministrado, y la reacción de descomposición se llevó a cabo a una presión de reacción de 100 kPa a una temperatura de descomposición de 190 °C para un tiempo de retención de 1 hora. por lo cual se obtuvo de la parte inferior, un residuo de reacción que comprendía 11,7 % en peso de acrilato de butilo, 68,5 % en peso de β -butoxiopropionato de butilo, 2 % en peso de acriloxipropionato de butilo, 0,3 % en peso de β -hidroxipropionato de butilo, 8,7 % en peso de hidroquinona, 5,8 % en peso de metoxiquinona, 0,8 % en peso de butanol y 2,9 % en peso de ácido sulfúrico, a una velocidad de 200,1 kg/h y se descargó desde la parte inferior.

25 El líquido de la parte inferior de la columna de reacción de descomposición se descargó de la línea de descarga 62 del líquido de la parte inferior unido a la porción más inferior de la porción inferior. El medidor de nivel de líquido H₁ en la parte inferior era un medidor de nivel de líquido de tipo presión diferencial y se instaló como se muestra en la Fig. 13(1). El ángulo de conexión α entre esta línea de detección 11 del lado de presión alta y la línea de descarga de líquido de la parte inferior se ajustó para ser 45°.

30 Tras llevar a cabo un funcionamiento continuo durante 6 meses, se detuvo el funcionamiento, y se inspeccionaron la tubería corta de detección del lado de presión alta 11a y el conducto de detección del lado de presión alta 11b de la línea de detección 11 del lado de presión alta del medidor de nivel de líquido H₁. Como resultado de dicha inspección, no se observó deposición en ninguno de ellos.

Ejemplo comparativo f1

35 Se llevó a cabo un funcionamiento en las mismas condiciones que en el Ejemplo f1 excepto que la línea de detección 11 del lado de la presión alta del medidor de nivel de líquido de tipo presión diferencial H₁ se conectó horizontalmente a la pared del lado más bajo de la columna 6A de reacción de descomposición.

Tras el funcionamiento durante 2 meses, se produjo súbitamente la cavitación en la bomba B₁ de la parte inferior. Inmediatamente, se detuvo el funcionamiento de la columna 6A de la reacción de descomposición, y se inspeccionó el interior, por lo cual se ha encontrado que no ha estado presente líquido en la porción inferior de la columna 6A de la reacción de descomposición, y la indicación del medidor de nivel de líquido H₁ ha sido errónea.

40 Se inspeccionaron la tubería corta de detección del lado de presión alta 11a y el conducto de detección del lado de presión alta 11b de la línea de detección 11 del lado de presión alta del medidor de nivel de líquido H₁, y se encontró que la tubería corta 11a y el conducto 11b estaban obturadas.

Ejemplo comparativo f2

45 Se llevó a cabo un funcionamiento bajo las mismas condiciones que en el Ejemplo f1 excepto que la línea de detección 11 de lado de presión alta del medidor de nivel de líquido H₁ de tipo presión diferencial se ha conectado a un ángulo de conexión α de 45° a la pared del lado bajo de la columna 6A de la reacción de descomposición.

50 Tras un funcionamiento durante 3 meses, se produjo súbitamente la cavitación en la bomba B₁ de la parte inferior. Inmediatamente, el funcionamiento de la columna A de la reacción de descomposición se detuvo, y se inspeccionó el interior, por lo cual se ha encontrado que no estaba presente líquido en la porción de la parte inferior de la columna A de la reacción de descomposición, y la indicación del medidor de nivel de líquido H₁ ha sido errónea.

y se inspeccionaron la tubería corta de detección del lado de presión alta 11a y el conducto de detección del lado de presión alta 11b de la línea de detección 11 del lado de presión alta del medidor de nivel de líquido H₁, y se encontró que la tubería corta 11a y el conducto 11b estaban obturadas.

Ejemplo f2

- 5 Se llevó a cabo un funcionamiento de evaporación que satisface las siguientes condiciones utilizando un evaporador de película fina.

Como una composición de materia prima (monómero acrílico bruto) una mezcla que comprende un 66,6 % en peso de ácido acrílico, 8,0 % en peso de ácido maleico, 25,0 % en peso de un oligómero de ácido acrílico, 0,5 % en peso de hidroquinona y 0,5 % en peso de fenotiazina, se suministró a 85 °C a una velocidad de 3000 kg/h,

- 10 Se llevó a cabo el funcionamiento con una presión de la parte superior de la columna de 9 kPa con una presión de la parte inferior de 10 kPa a una temperatura de la parte superior de la columna de 95 °C y una temperatura de la parte inferior de 98 °C, por lo cual desde la parte superior de la columna, se extrajo un 53 % de la cantidad suministrada, y se obtuvo ácido acrílico que tenía una pureza de al menos un 88 % en peso,

- 15 Desde la parte inferior, se descargó una mezcla que comprende un 41,1 % en peso de ácido acrílico, 10,9 % en peso de ácido maleico, 46,16 % en peso de un oligómero de ácido acrílico, 0,92 % en peso de hidroquinona y 0,92 % en peso de fenotiazina,

- 20 El líquido de la parte inferior del evaporador de película fina se descargó de la línea de descarga 62 del líquido de la parte inferior unido a la porción más inferior de la porción inferior. El medidor de nivel de líquido en la parte inferior era un medidor de nivel de líquido de tipo presión diferencial y se instaló como se muestra en la Fig. 13(1). El ángulo de conexión α entre esta línea de detección 11 del lado de presión alta y la línea de descarga de líquido de la parte inferior se ajustó para ser 45°,

- 25 Tras llevar a cabo un funcionamiento continuo durante 6 meses, se detuvo el funcionamiento, y se inspeccionaron la tubería corta de detección del lado de presión alta 11a y el conducto de detección del lado de presión alta 11b de la línea de detección 11 del lado de presión alta del medidor de nivel de líquido. Como resultado de dicha inspección, no se observó deposición en ninguno de ellos.

Ejemplo comparativo f3

Se llevó a cabo un funcionamiento de evaporación en las mismas condiciones que en el Ejemplo f2 excepto que la línea de detección 11 del lado de la presión alta del medidor de nivel de líquido de tipo presión diferencial se conectó horizontalmente a la pared del lado más bajo del evaporador de película fina.

- 30 Tras el funcionamiento durante 1 mes, se produjo súbitamente la cavitación en la bomba de la parte inferior. Se detuvo el funcionamiento del evaporador de película fina, y se inspeccionó el interior, por lo cual se ha encontrado que no estaba presente líquido en el evaporador de película fina, y la indicación del medidor de nivel de líquido ha sido errónea.

- 35 Se inspeccionaron la tubería corta de detección del lado de presión alta 11a y el conducto de detección del lado de presión alta 11b de la línea de detección 11 del lado de presión alta del medidor de nivel de líquido, y se encontró que la tubería corta 11a y el conducto 11b estaban obturados.

APLICABILIDAD INDUSTRIAL

- 40 a. De acuerdo con la presente invención, en un procedimiento para recuperar una sustancia valiosa calentando y descomponiendo un material de alto punto de ebullición que contiene un producto de adición de Michael de ácidos (met)acrílicos, el residuo de la reacción de descomposición se puede transportar sin obturación desde el reactor de descomposición al tanque de almacenamiento, por lo cual será posible un funcionamiento continuo durante largo tiempo.

- 45 b. Además, de acuerdo con el procedimiento para descomponer un subproducto formado durante la producción de ácidos (met)acrílicos de la presente invención, en el momento de recuperar una sustancia valiosa tal como ácido (met)acrílico, un éster (met)acrílico y un alcohol descomponiendo térmicamente por un sistema de destilación reactiva o subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico y/o subproducto formado durante la producción de un éster (met)acrílico, resulta posible llevar a cabo un funcionamiento continuo en una condición estabilizada previniendo a la vez la adhesión, deposición o acumulación de una sustancia sólida y manteniendo a la vez la velocidad de recuperación de la sustancia valiosa a un nivel alto sin llevar a cabo destilación al deterioro del estado de contacto gas-líquido. Además, en la presente invención, se puede adoptar una columna de destilación que tiene una estructura muy simple, por lo cual que será bueno que los costes de construcción sean muy bajos en comparación con otras columnas de destilación que emplean paletas o material de empaquetado.

- 55 c. Además, de acuerdo con la presente invención, es posible llevar a cabo un tratamiento de descomposición de

un producto de adición de Michael subproducido en la etapa para producir de ácido (met)acrílico o un éster (met)acrílico en una condición estabilizada, por lo cual un ácido (met)acrílico, un éster (met)acrílico y un alcohol, etc., se pueden recuperar a una velocidad de recuperación alta.

5 d. Además, de acuerdo con la presente invención, un gas que contiene ácido acrílico obtenido mediante oxidación catalítica de propano o propileno, se pone en contacto con un disolvente para recoger ácido acrílico como una solución que contiene ácido acrílico, la solución que contiene ácido acrílico obtenida se destila para purificar el ácido acrílico, a la vez que un oligómero de ácido acrílico procedente del líquido de la parte inferior que contiene el oligómero de ácido acrílico, obtenido de la columna de purificación, se descompone térmicamente, y un ácido acrílico que tiene un pequeño contenido de ácido maleico, se puede recuperar eficazmente.

10 e. Además si se adopta un procedimiento para instalar un medidor de nivel de líquido de la presente invención en la instalación para producir un compuesto fácilmente polimerizable, es posible evitar que esté presente una sustancia sólida presente en el líquido del compuesto fácilmente polimerizable que fluye en una línea de detección de presión alta del medidor de nivel de líquido. Por consiguiente, la porción de detección del medidor de nivel de líquido no se obturará por el líquido que se va a medir, por lo cual será posible una medida continua fiable con el medidor de nivel de líquido, por lo cual la instalación se puede hacer funcionar durante un largo periodo de tiempo.

La invención en particular se refiere a la siguiente materia sujeta:

20 1. Un procedimiento para producir ácidos (met)acrílicos, que comprende un procedimiento de descomponer en un reactor de descomposición una mezcla de alto punto de ebullición formada como subproducto durante la producción de ácidos (met)acrílicos, caracterizado por que la mezcla de alto punto de ebullición contiene un producto de adición de Michael que tiene agua, un alcohol o ácido (met)acrílico añadido a un grupo (metil)acrilato; transmitiendo a la vez de forma forzada un flujo de líquido en la dirección perimetral a un resto de reacción líquido en el reactor de descomposición, el resto de reacción líquido se descarga; y se recupera ácido (met)acrílico o un éster (met)acrílico.

25 2. El procedimiento de acuerdo con el punto 1, caracterizado por que el flujo de líquido en la dirección perimetral se transmite por vanos de agitación instalados en el reactor de descomposición.

3. El procedimiento de acuerdo con el punto 1, caracterizado por que el flujo de líquido en la dirección perimetral se transmite por un líquido suministrado desde el exterior del reactor de descomposición.

30 4. El procedimiento de acuerdo con el punto 3, caracterizado por que el líquido suministrado desde el exterior del reactor de descomposición es el material de alto punto de ebullición suministrado como materia prima, o un líquido de retorno del residuo de reacción líquido descargado desde el reactor de descomposición.

5. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los puntos 1 a 4, caracterizado por que el residuo de reacción líquido se descarga de manera intermitente desde el reactor de descomposición.

35 6. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los puntos 1 a 5, caracterizado por que en el momento de recuperar una sustancia valiosa llevando a cabo tanto la destilación como la descomposición térmica de la mezcla de alto punto de ebullición, la destilación se lleva a cabo por medio de una columna de destilación provista internamente con platos de tipo disco y toro.

40 7. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los puntos 1 a 6, caracterizado por que se añade un gas que contiene oxígeno a un destilado procedente del reactor de descomposición.

8. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los puntos 1 a 7, caracterizado por que se precipita y separa de un líquido que se va a suministrar al reactor de descomposición térmica o de un líquido recuperado del reactor de descomposición térmica el ácido maleico contenido en dicho líquido.

45 9. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los puntos 1 a 8, caracterizado por que se instala un medidor de nivel de líquido en el reactor de descomposición térmica, y se conecta una línea de detección del lado de presión alta del medidor de nivel de líquido a una línea de descarga de líquido del reactor de descomposición.

50 10. Un procedimiento para producir ácidos (met)acrílicos, que es un procedimiento para producir ácido (met)acrílico o ácidos (met)acrílicos, mediante una etapa de reacción que comprende la oxidación catalítica en fase vapor del propileno, propano o isobutileno, y, en caso necesario, además mediante una etapa de reacción que comprende una etapa de esterificación, caracterizado por que en el momento en el que una mezcla de alto punto de ebullición (denominada a partir de ahora en el presente documento como material de alto punto de ebullición) que contiene un producto de adición de Michael se descompone en un reactor de descomposición para recuperar ácidos (met)acrílicos, transmitiendo a la vez de forma forzada un flujo de líquido en la dirección perimetral a un resto de reacción líquido en el reactor de descomposición, el resto de reacción líquido se descarga.

55

11. El procedimiento de acuerdo con el punto 10, en el que el flujo de líquido en la dirección perimetral se transmite por álabes de agitación instaladas en el reactor de descomposición.
12. El procedimiento de acuerdo con el punto 10 u 11, en el que los álabes de agitación son álabes de anclaje, álabes de paleta multietapas, álabes de paleta inclinados multietapas o álabes en celosía.
- 5 13. El procedimiento de acuerdo con el punto 10 u 11, en el que la estructura de los álabes de agitación es tal que, en un eje rotatorio verticalmente instalado en la porción central del reactor, álabes de tipo flujo radial están unidos en dos o más etapas en la dirección del eje de rotación, de tal manera que los álabes adyacentes en la dirección del eje de rotación están en una relación de posición a la dirección del eje de rotación de tal manera que sus fases están desplazadas entre sí en no más de 90° y la porción más inferior de la etapa superior uno de los álabes adyacentes en la dirección del eje de rotación se localiza por debajo de la porción más elevada de la etapa inferior uno.
- 10 14. El procedimiento de acuerdo con el punto 10, en el que el flujo de líquido en la dirección perimetral se transmite por un líquido suministrado desde el exterior del reactor de descomposición.
- 15 15. El procedimiento de acuerdo con el punto 10 u 14, en el que el líquido suministrado desde el exterior del reactor de descomposición es el material de alto punto de ebullición suministrado como materia prima, o un líquido de retorno del residuo de reacción líquido descargado desde el reactor de descomposición.
- 20 16. Un procedimiento para producir ácidos (met)acrílicos, que es un procedimiento para producir ácido acrílico, ácido metacrílico o un éster (met)acrílico mediante una etapa de reacción que comprende la oxidación catalítica en fase vapor del propileno, propano o isobutileno, y, en caso necesario, además mediante una etapa de reacción que comprende una etapa de esterificación, caracterizado por que en el momento en el que una mezcla de alto punto de ebullición (denominada a partir de ahora en el presente documento como material de alto punto de ebullición) que contiene un producto de adición de Michael se descompone en un reactor de descomposición para recuperar ácidos (met)acrílicos, un residuo de reacción líquido se descarga de manera intermitente desde el reactor de descomposición.
- 25 17. El procedimiento de acuerdo con el punto 16, en el que el tiempo de detención de la descarga es de 5 segundos a 5 minutos, y el tiempo de descarga es de 2 segundos a 5 minutos.
18. El procedimiento de acuerdo con el punto 16 u 17, en el que el material líquido de alto punto de ebullición se suministra de forma continua al reactor de descomposición, y los ácidos (met)acrílicos se descargan de forma continua desde la fase vapor.
- 30 19. En un procedimiento que comprende introducir un subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico y/o un subproducto formado durante la producción de un éster (met)acrílico en un reactor provisto de una columna de destilación para descomponer así térmicamente el subproducto y al mismo tiempo llevar a cabo la destilación para recuperar una sustancia valiosa, un procedimiento para descomponer el subproducto formado durante la producción de ácidos (met)acrílicos, caracterizado por que como dicha columna de destilación, se usa una columna de destilación provista internamente con platos de tipo disco y donut.
- 35 20. El procedimiento de acuerdo con el punto 19, en el que el subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico es el líquido de la parte inferior de una columna de fraccionamiento en la etapa final para producir ácido (met)acrílico, y el subproducto formado durante la producción del éster (met)acrílico es el líquido de la parte inferior de una columna de fraccionamiento para separar una fracción de alto punto de ebullición en la etapa de purificación del éster (met)acrílico.
- 40 21. El procedimiento de acuerdo con el punto 19 u 20, en el que el subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico y/o el subproducto formado durante la producción de un éster (met)acrílico contiene un producto de adición de Michael que tiene agua, un alcohol o ácido (met)acrílico añadido a un grupo (met)acrilóilo.
- 45 22. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de los puntos 19 a 21, en el que la temperatura de la reacción de descomposición térmica es de 120 a 280 °C, y el tiempo de reacción de descomposición es de 0,5 a 50 horas.
- 50 23. Un procedimiento para descomponer un subproducto formado durante la producción de ácidos (met)acrílicos, que comprende descomponer en un reactor de descomposición un subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico y/o un subproducto formado durante la producción de un éster (met)acrílico, y destilar el producto descompuesto procedente del reactor de descomposición, caracterizado por que se añade oxígeno o un gas que contiene oxígeno a un destilado procedente del reactor de descomposición.
- 55 24. El procedimiento de acuerdo con el punto 23, en el que el subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico es el líquido de la parte inferior de una columna de fraccionamiento en la etapa final para producir ácido (met)acrílico, y el subproducto formado durante la producción del éster (met)acrílico es el líquido de la parte inferior de una columna de fraccionamiento en la etapa final para producir el éster (met)acrílico, o las

colas de una columna de separación de ácido (met)acrílico.

25. El procedimiento de acuerdo con el punto 23 o 24, en el que el subproducto que se va a descomponer contiene un producto de adición de Michael.

5 26. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de los puntos 23 a 25, en el que el gas que contiene el oxígeno es aire u oxígeno diluido con un gas inerte.

27. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de los puntos 1 a 26, en el que el gas que contiene oxígeno se añade a una línea de descarga para un destilado procedente del reactor de descomposición, o a la porción superior del reactor de descomposición.

10 28. En un procedimiento para producir ácido acrílico, que comprende poner en contacto con un disolvente un gas que contiene ácido acrílico obtenido mediante oxidación catalítica de propano o propileno, recoger ácido acrílico en la forma de una solución que contiene ácido acrílico, y purificar el ácido acrílico mediante destilación de la solución que contiene ácido acrílico obtenida, un procedimiento para recuperar ácido acrílico, caracterizado por que las colas obtenidas de la parte inferior de una columna de fraccionamiento de ácido acrílico, o un líquido obtenido calentando y concentrando dichas colas, se suministra a un reactor de descomposición térmica para descomponer un oligómero de ácido acrílico en el líquido, y el ácido acrílico obtenido se recupera en una etapa de purificación, en la que el líquido que se va a suministrar al reactor de descomposición térmica o desde el líquido recuperado del reactor de descomposición térmica, se precipita y separa el ácido maleico contenido en el líquido.

20 29. El procedimiento de acuerdo con el punto 28, en el que la composición del líquido que se va a suministrar al reactor de descomposición térmica o el líquido recuperado del reactor de descomposición térmica se ajusta para convertirse en una solución que comprende al menos un 70 % en peso de ácido acrílico, de 1,6 a 28 % en peso de ácido maleico y/o anhídrido maleico y agua, teniendo una relación molar de:

$$\frac{\text{Agua}}{\text{Ácido maleico} - \text{Anhídrido maleico} \times 2} (\text{relación molar}) \leq 1,0$$

25 y se precipita ácido maleico a entre 20° a 70 °C en un intervalo de entre 0,5 a 5 horas, seguido por filtración y separación.

30. El procedimiento de acuerdo con el punto 28 o 29, en el que en el momento de la operación de separación de ácido maleico, se añade un hidrocarburo alifático o aromático en una relación de volumen de entre 1/2 a 4 veces.

30 31. El procedimiento de acuerdo con el punto 30, en el que el hidrocarburo que se va a añadir es un disolvente que se va a usar para recoger el gas que contiene ácido acrílico, o un agente azeotrópico que se va a usar para la destilación y purificación mediante deshidratación de ácido acrílico.

35 32. Un procedimiento para instalar un medidor de nivel de líquido en un caso en el que el medidor de nivel de líquido se instala en un lugar en el que se almacena un líquido que contiene un compuesto fácilmente polimerizable, en una instalación para la producción del compuesto fácilmente polimerizable, caracterizado por que una línea de detección del lado de presión alta del medidor de nivel de líquido se conecta a una línea de descarga del líquido almacenado.

33. El procedimiento de acuerdo con el punto 32, en el que el ángulo de conexión α entre la línea de detección del lado de presión alta y la línea de descarga de líquido es de 5 a 90°.

40 34. El procedimiento de acuerdo con el punto 32, en el que la relación dimensional D_2/D_1 es de 1 a 20, en la que D_1 es el diámetro de la tubería de la línea de detección del lado de la presión alta y D_2 es el diámetro de la tubería de la línea de descarga de líquido.

45 35. El procedimiento de acuerdo con el punto 32, en el que la línea de descarga de líquido se conecta a una columna de destilación, un depósito a reflujo de la columna de destilación, una columna de reacción de descomposición, un evaporador de película fina, un depósito de gas condensado líquido en la parte superior de la columna, un depósito de almacenamiento vertical, un depósito de almacenamiento horizontal o un depósito.

36. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los puntos 32 a 35, en el que la línea de detección del lado de la presión elevada y/o la línea de detección del lado de presión baja del medidor de nivel de líquido se calienta o atempera.

50 37. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los puntos 32 a 36, en el que la línea de detección del lado de la presión elevada y/o la línea de detección del lado de presión baja del medidor de nivel de líquido se

conecta con una entrada de gas y/o un líquido.

- 5 38. El procedimiento de acuerdo con uno cualquiera de los puntos 32 a 37, en el que el compuesto fácilmente polimerizable es ácido (met)acrílico o su éster, y el líquido que se va a medir mediante el medidor de nivel de líquido, contiene al menos un miembro seleccionado entre un dímero de ácido acrílico, ésteres del ácido β -(met)acriloxipropiónico, ésteres de ácido β -alcoxipropiónico, ácido β -hidroxipropiónico y ésteres del ácido β -hidroxipropiónico, formados como subproductos cuando se produce ácido (met)acrílico o su éster.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento para descomponer un subproducto formado durante la producción de ácidos (met)acrílicos, que comprende descomponer en un reactor de descomposición un subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico y/o un subproducto formado durante la producción de un éster (met)acrílico, y destilar el producto descompuesto procedente del reactor de descomposición, **caracterizado porque** se añade oxígeno o un gas que contiene oxígeno a un destilado procedente del reactor de descomposición.
- 10 2. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el subproducto formado durante la producción de ácido (met)acrílico es el líquido de la parte inferior de una columna de fraccionamiento en la etapa final para producir ácido (met)acrílico, y el subproducto formado durante la producción del éster (met)acrílico es el líquido de la parte inferior de una columna de fraccionamiento en la etapa final para producir el éster (met)acrílico, o las colas de una columna de separación de ácido (met)acrílico.
3. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que el subproducto a descomponer contiene un producto de adición de Michael.
- 15 4. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el gas que contiene el oxígeno es aire u oxígeno diluido con un gas inerte.
5. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el gas que contiene oxígeno se añade a una línea de descarga para un destilado procedente del reactor de descomposición, o a la porción superior del reactor de descomposición.

Fig. 1

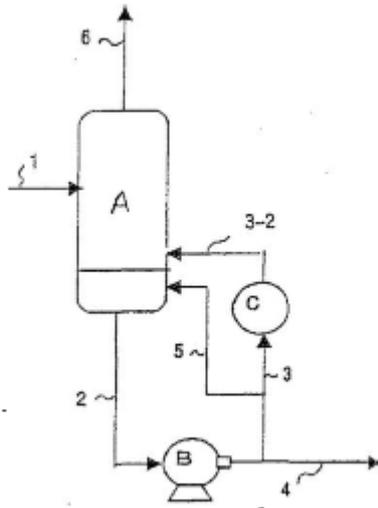


Fig. 2

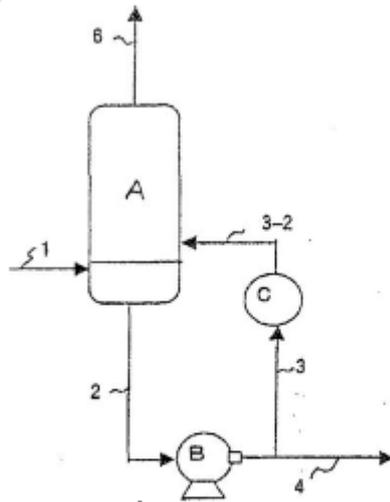


Fig. 3

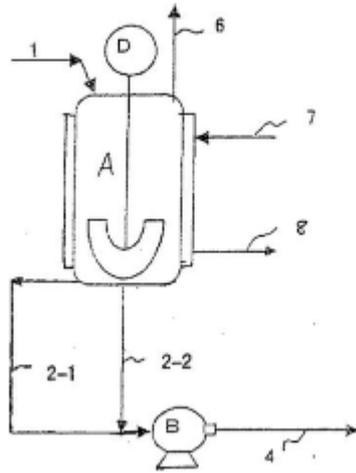
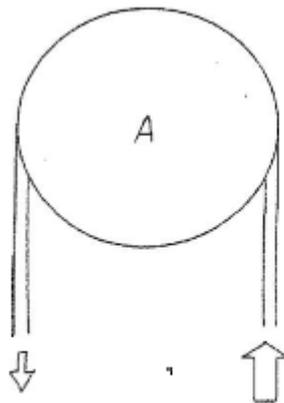


Fig. 4



LÍNEA 2-1
EN LA FIG.3

LÍNEA 5 EN LA FIG.1
O LÍNEA 1 EN LA
FIG.2

Fig. 5

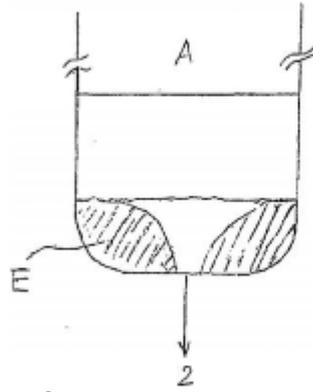


Fig. 6

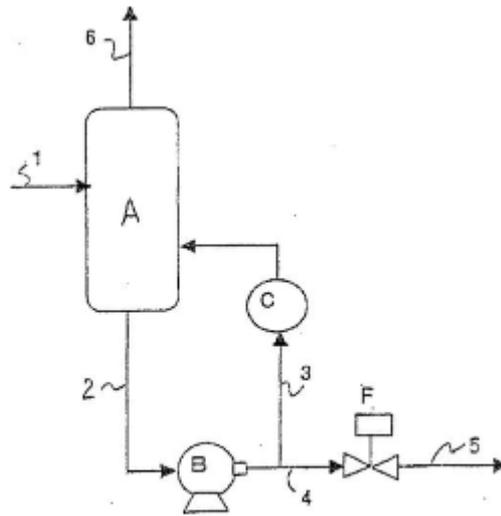


Fig. 7

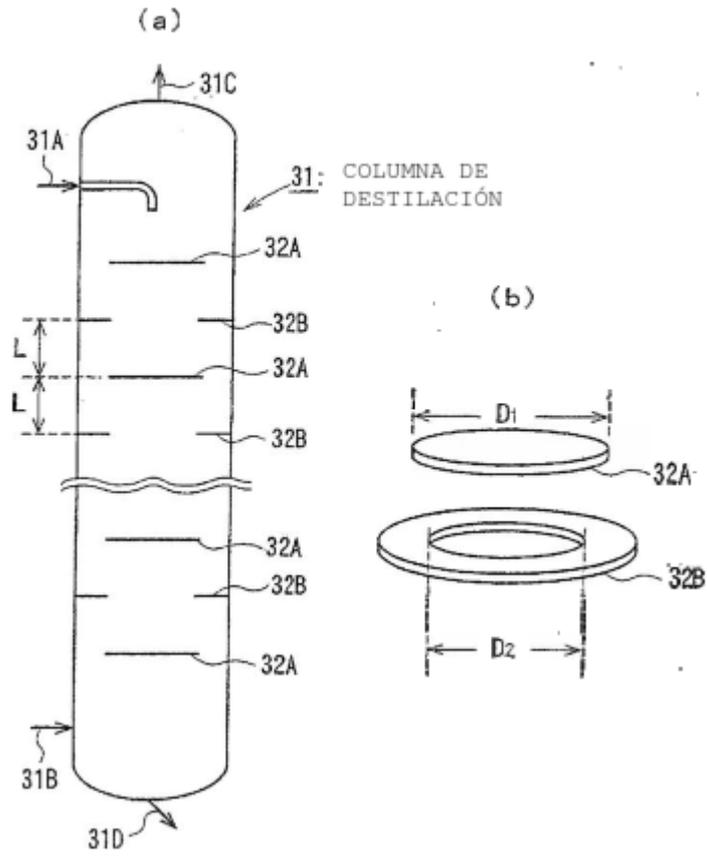


Fig. 8

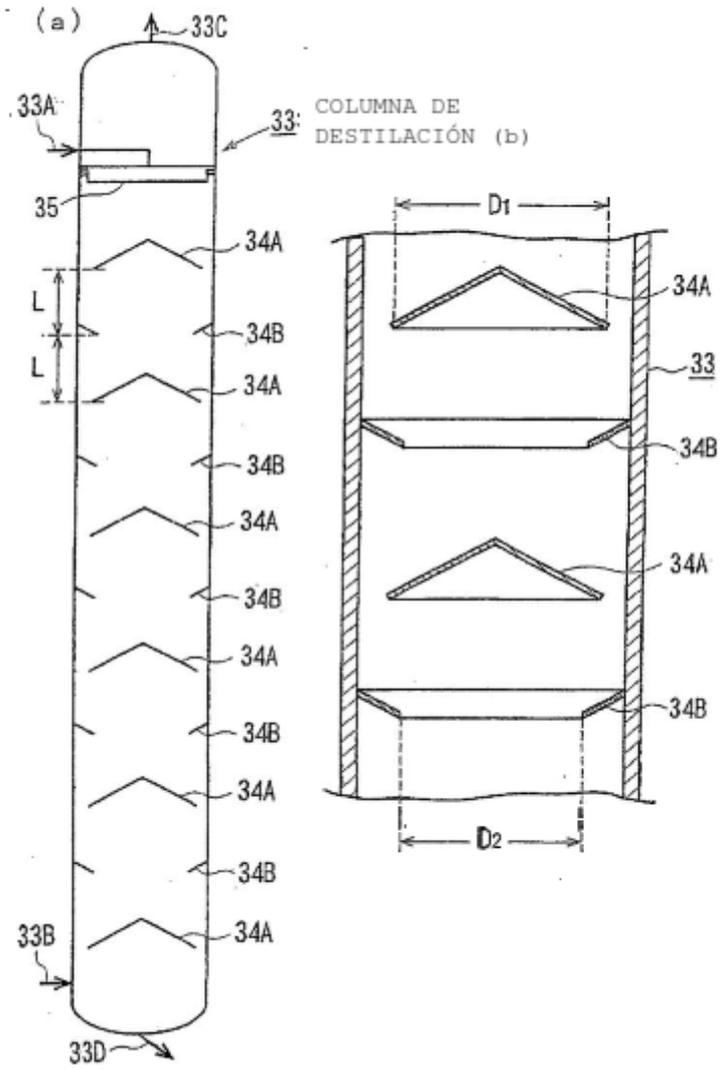
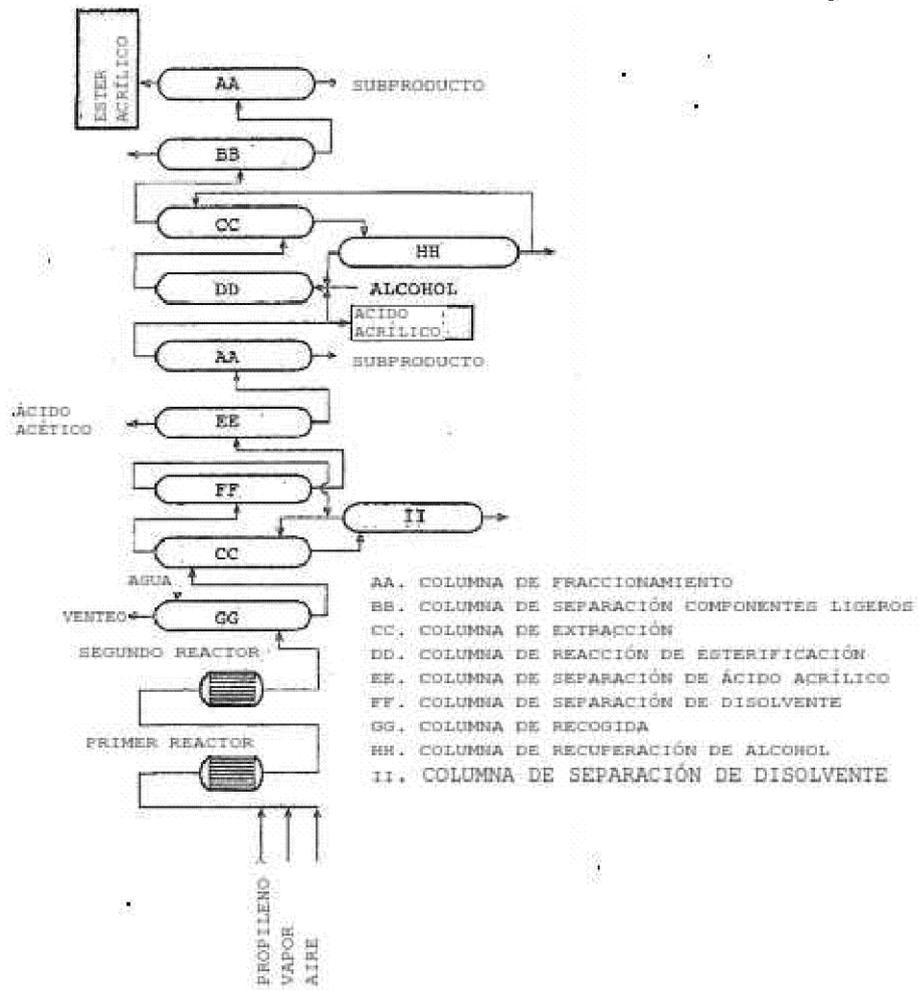


Fig. 9



PROCESO PARA PRODUCIR UN ÉSTER ACRÍLICO (OXIDACIÓN EN DOS ETAPAS, MÉTODO DEL PROPILENO)

Fig. 10.

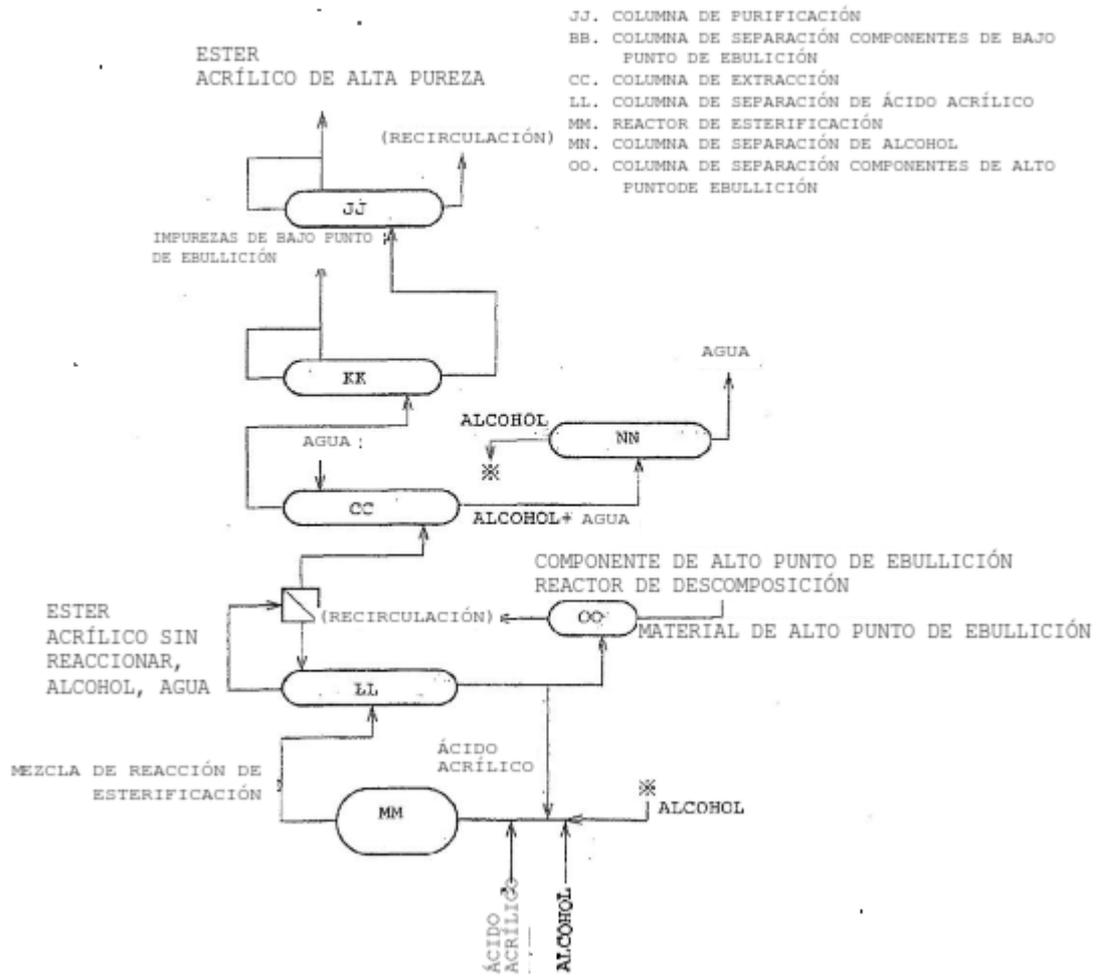
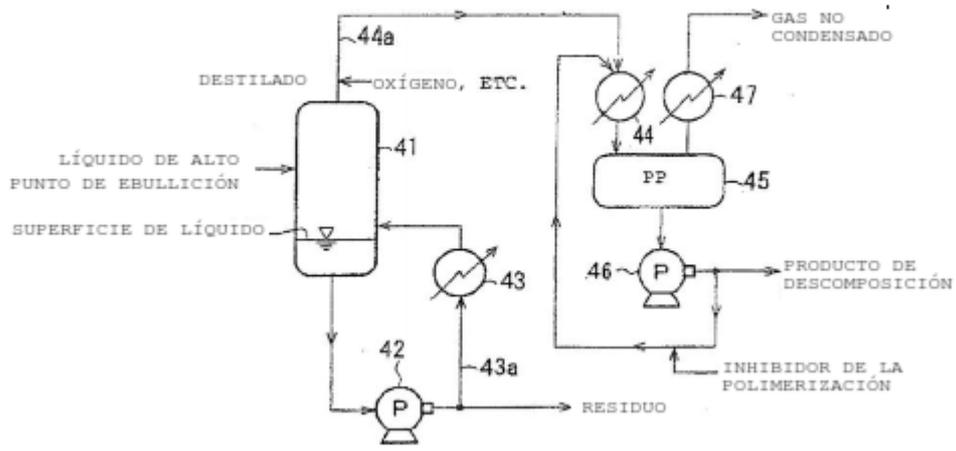


Fig. 11



PP: TANQUE DE LÍQUIDO ENFRIADO

Fig. 12

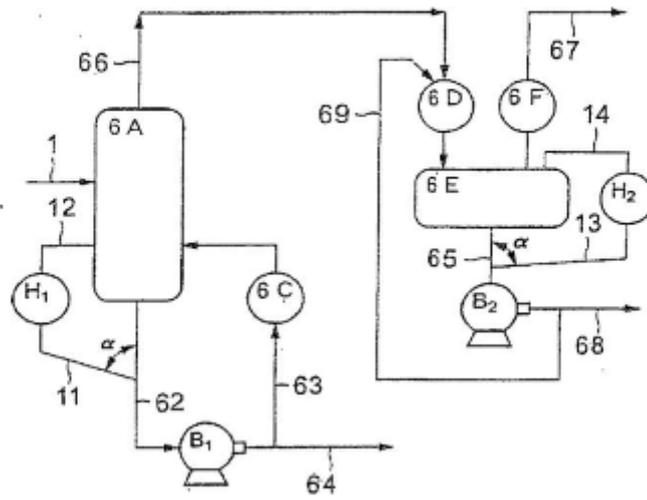
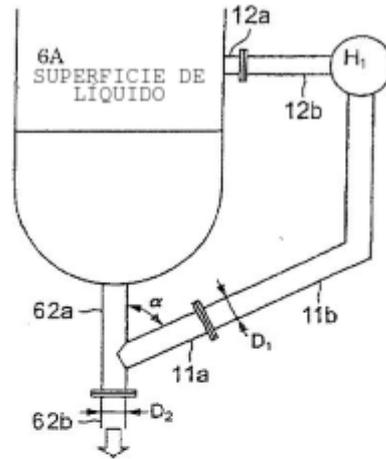


Fig. 13

(1)



(2)

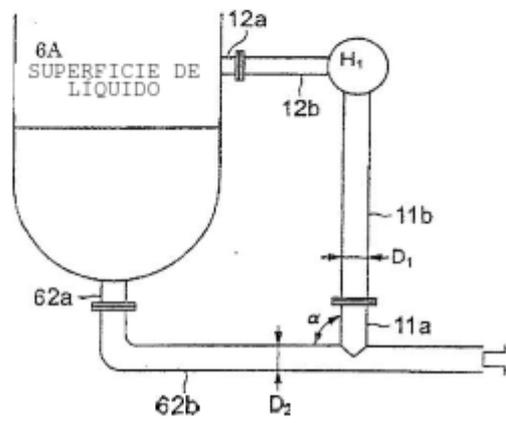


Fig. 14

