

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 610 383**

51 Int. Cl.:

**C07C 45/35** (2006.01)

**C07C 45/78** (2006.01)

**C07C 45/82** (2006.01)

**C07C 47/22** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.01.2014 PCT/EP2014/051573**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.08.2014 WO14122044**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.01.2014 E 14702783 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.10.2016 EP 2953919**

54 Título: **Procedimiento para la separación de acroleína a partir del gas de proceso de una oxidación de propeno catalizada heterogéneamente**

30 Prioridad:

**06.02.2013 EP 13154227**

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

**27.04.2017**

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)  
Rellinghauser Strasse 1-11  
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**BÖCK, WOLFGANG;  
TAUGNER, WOLFGANG y  
GRUBER, UDO**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 610 383 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la separación de acroleína a partir del gas de proceso de una oxidación de propeno catalizada heterogéneamente

5 La oxidación de propeno con oxígeno del aire, catalizada heterogéneamente, de acuerdo con el estado actual de la técnica, se describe de manera amplia y completa en las últimas ediciones de la Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, D. Amtz y colaboradores, online, Edición de 15.04.2007, Tomo 1, Editorial Wiley-VCH y de la Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, W. G. Etzhorn, online, Edición de 18.12.2009, Tomo 1, John Wiley and Sons Inc.

10 La oxidación de propeno se efectúa en tal caso en unos catalizadores introducidos en reactores de haces de tubos a temperaturas elevadas (300 - 400 °C) y a una presión ligeramente elevada. Al gas de alimentación se le añaden, junto a propeno y aire, con frecuencia también un vapor y otros gases inertes con el fin de permanecer con una composición del gas de alimentación fuera de los límites de inflamación. El calor de reacción se evacúa en la mayor parte de los casos mediante una masa fundida líquida de sales, que circula a través del espacio de envoltura del reactor de haz de tubos. Como catalizadores apropiados se indica un gran número de diferentes sistemas de óxidos mixtos, que como base contienen molibdeno, bismuto, hierro, cobalto, níquel y otros promotores, como se indica 15 p.ej. en la solicitud de patente PCT WO 2008/046843 o WO 2008/104432. A partir de muchos documentos de patente se conocen los más diferentes de tales otros sistemas de óxidos mixtos, que aumentan el rendimiento de acroleína conseguible. En tal caso se emplean tanto unos catalizadores macizos (p.ej. en forma de tabletas o cilindros huecos) como también unos catalizadores con soporte (p.ej. como catalizadores de envoltura o cáscara). 20 Todos los sistemas de reacción tienen en común la particularidad de que en el caso de la reacción de oxidación, junto al producto diana acroleína, también se forman otros diversos productos secundarios (entre otros, ácido acrílico, ácido acético, formaldehído, acetaldehído, alcohol alílico, CO, CO<sub>2</sub>).

Con el fin de poder utilizar la acroleína como materia prima para otras reacciones de síntesis, ella debe de ser separada desde esta mezcla de reacción y purificada. El modo de proceder en principio se puede consultar 25 asimismo en las citas bibliográficas antes mencionadas. En primer lugar, el gas de reacción se ha de enfriar y luego las porciones de alto punto de ebullición y el agua se han de separar desde el gas de reacción. El agua residual resultante, que contiene compuestos de alto punto de ebullición, es evacuada térmicamente de un modo usual. Sin embargo, también se pueden seguir también otras vías de evacuación. A partir de la corriente de gas de proceso previamente purificada de esta manera, luego la acroleína se separa por lavado (se absorbe) puesto que una separación por condensación, como consecuencia de la dilución y de la baja temperatura de ebullición, sería completamente antieconómica. A partir de la solución de sorbato (material sorbido) obtenida se separan por 30 destilación la acroleína y los compuestos de bajo punto de ebullición que todavía están presentes. El líquido de sorción liberado de acroleína puede ser empleado luego de nuevo para la absorción de acroleína. Como líquido de sorción se emplea usualmente agua o una mezcla de agua y de un disolvente orgánico.

35 Caso de que sea necesario, la acroleína, por lo demás, se puede destilar todavía más para la separación de los compuestos de bajo punto de ebullición. A partir de las citas bibliográficas mencionadas y de muchas otras, es conocido que la acroleína o respectivamente el ácido acrílico, el formaldehído o el alcohol alílico se polimerizan fácilmente. Por lo tanto, a la parte de tratamiento o respectivamente a la acroleína propiamente dicha se le añade un agente estabilizador, con el fin de disminuir la tendencia a la polimerización. Se ha manifestado como apropiada 40 para esto p.ej. la hidroquinona, pero se ha descrito también un gran número de otros sistemas de agentes estabilizadores. Tampoco por medio de la adición de un agente estabilizador, se puede impedir al 100 % una polimerización en la parte de tratamiento. En particular, mediante la carga térmica al realizar la separación de la acroleína a partir del líquido de sorción, se forman siempre en pequeño grado unos oligómeros, que se enriquecen a lo largo del tiempo en el líquido de sorción y conducen a la formación de unos polímeros, que luego, por su parte, 45 causan un ensuciamiento de las instalaciones de producción con la necesidad de una limpieza.

El documento de patente alemana DE 2263496 describe un procedimiento para la preparación de ácido acrílico y de acroleína, en el que la mezcla gaseosa que contiene acroleína y ácido acrílico, que procede de una oxidación catalítica de propeno en fase gaseosa, se conduce para la separación por extracción de ácido acrílico por medio de un líquido de lavado, que es una mezcla de agua y un líquido orgánico. La solución acuosa/orgánica de alto punto 50 de ebullición, que contiene ácido acrílico, que resulta en este caso, es separada como fase de sumidero. Como agente de extracción orgánico de alto punto de ebullición se utiliza en particular el 2-etil-hexanol. El ácido acrílico es separado por destilación, en varias etapas de tratamiento, con respecto de la solución acuosa/orgánica. Para ello, en primer lugar se separa el agua por destilación y el ácido acrílico se separa por destilación a partir del líquido orgánico remanente y luego el líquido orgánico se utiliza de nuevo como líquido de lavado. Una desventaja del procedimiento consiste en que se utilizan y se deben de conducir en circuito unas cantidades relativamente grandes 55 de disolvente, las cuales se deben recuperar en un proceso costoso, esto significa un consumo de energía no insignificante así como la existencia de otra fuente de impurezas adicionales, que resultan en particular mediante la reacción del disolvente con el ácido acrílico.

5 Junto a la separación más eficiente que sea posible de productos secundarios a partir del proceso de preparación de acroleína es necesario además impedir una deposición de productos secundarios poliméricos, que se forman, en los aparatos (por ejemplo, columnas, construcciones internas de columnas, intercambiadores de calor) y en las conducciones tubulares, que conducirían rápidamente a un empeoramiento de los tránsitos de calor a su través o del caudal de tratamiento de la instalación. Esto puede realizarse ciertamente en principio también por utilización de unas mezclas de agua y unos disolventes como solución de lavado, en particular en la etapa de extinción, como

10 El documento de solicitud de patente internacional WO 2010044990 A1 describe, por el contrario, un procedimiento para la separación de ácido acrílico por extracción a partir del agua residual de un proceso de preparación de acroleína con ayuda de unos gases de C<sub>3</sub> licuados, propileno y/o propano, como agentes de extracción con la meta de recuperar el ácido acrílico. Este procedimiento hace posible la fácil separación por destilación del disolvente desde la solución de extracción que contiene ácido acrílico, lo cual constituye una ventaja frente a los agentes de extracción que hierven a más altas temperaturas.

15 El documento WO2001096271 divulga finalmente la preparación de acroleína empezando con una absorción de propileno/propano en un disolvente orgánico (un alcano o alqueno de C<sub>8-20</sub>), en la que a continuación se separa propileno/propano (reivindicaciones 1, 3) p.ej. por destilación (reivindicación 4) con respecto del agente de absorción. El agente de absorción arrastrado conjuntamente se separa por lavado con agua a partir de la corriente de propileno/propano. La mezcla de agua y disolventes orgánicos que se ha obtenido es tratada mediante una  
20 separación de fases, para que las dos fases se puedan utilizar de nuevo por separado en el proceso (página 59, línea 1 - página 60, línea 8).

Para la rentabilidad de un proceso de producción, por lo general tiene una especial importancia el hecho de que la duración del funcionamiento entre las necesarias paradas para la limpieza sea lo más larga que resulte posible necesario así como que el consumo de energía en el funcionamiento en curso sea lo más bajo que resulte posible.

25 Mediante el empleo de unos catalizadores mejorados, tal como se describen por ejemplo en el documento WO 2008/104432 o WO 2008/046843, se ha conseguido entretanto reducir aún más la proporción de ácido acrílico en el proceso de preparación de acroleína, de manera tal que un procedimiento, que utiliza grandes cantidades de disolventes para la separación del ácido acrílico de acuerdo con el documento DE 2263496, se ha vuelto todavía menos atractivo desde el punto de vista económico.

30 El presente invento tiene por lo tanto como misión poner a disposición un procedimiento para la separación de acroleína a partir del gas de proceso de una oxidación de propeno catalizada heterogéneamente, que, mediando adición de un disolvente orgánico en la parte de tratamiento, hace posible conseguir una elevación del período de tiempo de funcionamiento de la instalación, pero que al mismo tiempo evite las desventajas de los procedimientos conocidos, así como permita en particular una represión de la formación de espuma en las columnas y una  
35 elevación del caudal de producción en las instalaciones existentes así como al mismo tiempo posibilite un tratamiento lo más sencillo y barato que sea posible y un reciclamiento del disolvente empleado.

#### Descripción del invento

Se consigue conforme al invento superar las desventajas del estado de la técnica por puesta a disposición un procedimiento continuo para la preparación de acroleína, en el cual se llevan a cabo las siguientes etapas

40 A) Oxidar propeno en fase gaseosa con ayuda de aire con un catalizador heterogéneo en la presencia de un gas de dilución mediando producción de una corriente gaseosa que contiene acroleína (gas de proceso)

45 B) Recoger la corriente gaseosa que contiene acroleína procedente de A) en una etapa de extinción que se compone de una parte de sumidero, una parte central y una parte de cabeza para la separación de productos secundarios en presencia de agua y de una fase orgánica que contiene un disolvente orgánico apenas soluble en agua

50 C) Recoger la corriente gaseosa que contiene acroleína procedente de la etapa de extinción B) en una etapa de absorción que se compone de una parte de sumidero, una parte central y una parte de cabeza en presencia de agua y de una fase orgánica que contiene un disolvente orgánico apenas soluble en agua para la obtención de una solución acuosa de acroleína que contiene una fase orgánica y de una corriente gaseosa no condensable

55 C1) Devolver por lo menos parcialmente la corriente gaseosa no condensable procedente de C) como gas de dilución en la etapa de reacción A)

- D) Separar por destilación la acroleína a partir de la solución acuosa de acroleína que contiene la fase orgánica procedente de C) en una etapa de destilación,

5 siendo descargada la solución acuosa remanente liberada de acroleína, que contiene una fase orgánica, procedente de la etapa de destilación D), de manera tal que se forma una fase orgánica II, que es separada de la correspondiente porción acuosa II (separación de fases II), la fase orgánica II se introduce en la parte de sumidero de la etapa de extinción B), a partir de la cual la fase orgánica II se separa por destilación y/o mediante separación por arrastre juntamente con una porción acuosa a través de la parte de cabeza, de manera tal que se forma una fase orgánica I, que se separa de la correspondiente porción acuosa I (separación de fases I) y se introduce en la parte de sumidero de la etapa de absorción C).

- 10 Por el concepto de "un disolvente orgánico apenas soluble en agua" se entiende en particular un disolvente orgánico, que tiene una solubilidad en agua de  $\leq 20$  g/l, de manera preferida de  $\leq 6,0$  g/l, de manera especialmente preferida de  $\leq 2,0$  g/l, en cada caso a 20 °C.

15 En el caso de la ejecución de la etapa de extinción B) en forma de una columna se instala en el extremo inferior de la parte de cabeza de manera preferida un plato de captura, sobre el que se encuentra la descarga de la fase orgánica/acuosa hacia el separador de fases I (compárese la Figura 1), de manera tal que desde el sumidero intermedio resultante se puede descargar especialmente bien un líquido.

En la etapa C1 se pueden utilizar como gas de dilución también, complementariamente o en vez de la corriente gaseosa no condensable (el gas de proceso no condensable), otros gases inertes, tales como por ejemplo nitrógeno o vapor de agua o un gas de salida pobre en oxígeno procedente de una instalación de combustión.

- 20 El procedimiento conforme al invento hace posible particularmente, mediante la adición de un disolvente orgánico y de las fases orgánicas que se forman a partir de éste en la parte de tratamiento, la separación de unas impurezas que potencialmente forman polímeros y por consiguiente una elevación del período de tiempo de funcionamiento de la instalación y en tal caso, al mismo tiempo, recircular internamente y purificar por destilación el disolvente empleado, sin que se necesite un gasto adicional en aparatos. También se reduce la tendencia a la formación de espuma en el sistema particularmente en la etapa de destilación. El procedimiento hace posible por consiguiente en conjunto una elevación del período de tiempo de funcionamiento de la instalación y del caudal de las corrientes de eductos o respectivamente productos.

- 25 Se prefiere en tal caso un procedimiento en el que en un sitio apropiado del proceso se introduce de manera permanente o intermitente un disolvente orgánico apenas soluble en agua para complementar la fase orgánica. Así, en particular, se hace posible mantener constante el contenido de la fase orgánica y de esta manera un modo de funcionamiento estable.

30 Es especialmente preferido además que el disolvente orgánico sea introducido en la parte de sumidero de la etapa de absorción y/o de la etapa de destilación. Mediante la introducción en el sumidero de la etapa de absorción se perjudica por lo menos particularmente la función principal de la etapa de absorción, es decir la separación de la acroleína a partir del gas de extinción procedente de la etapa B). El disolvente orgánico es introducido y mezclado para ello preferiblemente en la corriente de aportación de la fase orgánica a la etapa de absorción o se introduce por separado por debajo de esta posición. En el caso de la introducción del disolvente en el sumidero de la etapa de destilación se impide mediante esta medida técnica también el traspasamiento del disolvente o respectivamente de la fase orgánica en la parte de cabeza de la etapa de destilación y por consiguiente se impide que penetre acroleína en el producto.

- 35 De manera preferida se emplea un disolvente orgánico, que tiene un punto de ebullición a la presión normal de 150 a 230 °C, de manera especialmente preferida 170 a 190 °C. De esta manera se garantiza en particular la descarga del disolvente desde la parte de sumidero en la parte de cabeza mediante una separación por arrastre y una destilación en la etapa de extinción. Como gas de separación por arrastre sirve en el presente caso en particular el gas de proceso.

40 De manera especialmente preferida se utiliza como disolvente orgánico un alcohol de C6 hasta C10 de cadena abierta, ramificado o respectivamente no ramificado, en particular el 2-etil-hexanol, que está a disposición en cantidades suficientes también a gran escala técnica. Puesto que los alcoholes reaccionan con unas sustancias que aparecen en el proceso, p.ej. con ácido acrílico mediando formación de ésteres de ácido acrílico, por lo tanto en el caso de 2-etil-hexanol para formar el acrilato de 2-etil-hexilo, o respectivamente con ácido acético para formar el acetato de 2-etil-hexilo y con formaldehído para dar el 2-etil-hexil-formal y el 2-etil-hexil-diformal, estos productos del procedimiento, juntamente con el disolvente, se hacen parte componente de las fases orgánicas utilizadas conformes al invento, que se designan en este contexto también como matriz de disolvente (LM). Esto, en el presente proceso, es incluso ventajoso, puesto que, de un modo además preferido, la matriz de disolvente debería tener también una buena capacidad de recepción para los oligómeros formados y otros productos secundarios

- 55

orgánicos, lo que se da el caso de modo especial con las fases orgánicas formadas a partir de los alcoholes mencionados.

5 Es además preferido, en el caso del procedimiento conforme al invento que, referido a la cantidad de propeno introducida en la etapa de reacción A), se complementa con entre 0,05 y 1 % en peso, preferiblemente entre 0,1 y 0,5 % en peso de un disolvente orgánico, preferiblemente con tanta cantidad de un disolvente orgánico que se mantiene un contenido constante de la fase orgánica. Esto se puede comprobar mediante determinación del contenido de las fases orgánicas, en particular de la fase orgánica, en la corriente de salida de las separaciones de fases, en particular de la separación de fases II mediante métodos conocidos de análisis y se puede ajustar posteriormente de una manera correspondiente. De esta manera se hacen posibles un modo de funcionamiento especialmente ventajoso y uniforme del procedimiento conforme al invento y una minimización del consumo de disolvente.

15 Es además preferido, en el caso del procedimiento conforme al invento, también que la corriente gaseosa que contiene acroleína, procedente de A), llegue con una temperatura de 200-280 °C, en particular de 220-250 °C, a la parte de sumidero de la correspondiente etapa B). El gas de proceso, para ello, es enfriado correspondientemente ya en el refrigerador posterior de la etapa de reacción A, con el fin de disminuir el consumo de agua de refrigeración en la fase de extinción. Unas temperaturas más altas reforzarían además de ello la formación de productos secundarios. Por consiguiente, se hace posible un modo de funcionamiento, optimizado energéticamente y en lo que se refiere a una selectividad máxima de acroleína, de la combinación a base de la etapa de reacción A) y de la subsiguiente etapa de extinción B).

20 Es preferido además, en el caso del procedimiento conforme al invento, que en la etapa de extinción B, la temperatura del sumidero se ajuste entre 60 y 90 °C con una presión en la parte de cabeza de 1,2 a 1,8 bares (presión absoluta) de tal manera que no esté presente ninguna fase orgánica separada en la parte de sumidero de la etapa de extinción B. De esta manera se impide la descarga en el sumidero de la fase orgánica que se necesita en el proceso y también se garantiza que las porciones volátiles de la fase orgánica sean transportadas conforme al invento a la parte de cabeza de la etapa de extinción B.

30 De manera especialmente preferida, en tal caso la temperatura del sumidero de la etapa de extinción B se ajusta, retirando una corriente parcial del líquido que allí se condensa y aportándola, después de un correspondiente enfriamiento, al tercio inferior de la etapa de extinción B (trasiego por bombeo inferior). Se hacen posibles de esta manera la alimentación y el ajuste de la temperatura uniformes, en particular a través de unos intercambiadores de calor externos.

35 Se prefiere muy especialmente en tal caso que a partir de la corriente parcial retirada del líquido condensado se deje salir una corriente parcial desde el proceso. De esta manera se dejan salir desde la parte del sumidero de la etapa de extinción y desde el proceso el ácido acrílico y otros productos secundarios, en particular los productos secundarios de alto punto de ebullición contenidos en la fase orgánica II, que no se separan por arrastre con la fase orgánica II y el agua de reacción formada. De esta manera se consigue un nivel constante de líquido en el sumidero de la columna así como una proporción ampliamente constante de productos secundarios.

40 Es asimismo preferido en el caso del procedimiento conforme al invento que se retire una corriente parcial del material condensado presente en la parte de cabeza de la etapa de extinción B, de manera preferida que ésta se enfríe a < 20 °C y se aporte de nuevo a la parte de cabeza de la etapa de extinción B, con lo que sea enfriada la corriente gaseosa que contiene acroleína, que entra a partir de la parte central de la etapa de extinción B y se produzca constantemente más cantidad de material condensado, que es devuelto como reflujo a la parte central de la etapa de extinción (trasiego por bombeo superior). Esto hace posible, sobre todo, una alimentación y un ajuste de la temperatura uniformes, en particular por vía de unos intercambiadores de calor externos, para la condensación de una fase acuosa y de una fase orgánica o respectivamente de un disolvente.

45 Es asimismo preferido, en el caso del procedimiento conforme al invento, que una corriente parcial del material condensado procedente de la parte de cabeza de la etapa de extinción B sea aportada a la separación de fases I. De esta manera es posible una separación in situ de la fase orgánica I de una manera muy sencilla y uniforme para la inmediata utilización renovada.

50 Es también preferido en el caso del procedimiento conforme al invento que la separación de fases se lleve a cabo a una temperatura de 8 a 60 °C, de manera preferida de 10 a 50 °C, de manera especialmente preferida de 12 a 40 °C. De esta manera se consigue en particular una óptima separación de la fase orgánica con el disolvente presente junto con unas pérdidas mínimas.

Es preferido además conforme al invento un procedimiento en el que la separación de fases I se lleva a cabo con un período de tiempo de permanencia de 0,5 a 20 min, de manera preferida de 1 a 10 min. También estas condiciones

contribuyen a una óptima separación de la fase orgánica con el disolvente presente junto con unas pérdidas mínimas.

5 Es preferido conforme al invento también un procedimiento en el que la porción acuosa I procedente de la separación de fases I sea aportada por lo menos parcialmente al reflujo del material condensado producido, procedente de la etapa de extinción B. De esta manera se impide ampliamente la irrupción de ácido acrílico en la etapa de absorción y se disminuye el enriquecimiento de la LM en la parte central de la columna de extinción.

10 Es preferido conforme al invento por lo demás un procedimiento, en el que la solución acuosa (solución de sorción) que contiene una fase orgánica, liberada de acroleína, que se ha descargado desde la etapa de destilación D sea devuelta parcialmente, y la parte restante de la separación de fases II sea aportada, directamente a la parte de cabeza de la etapa de absorción C.

La solución de sorción procedente de la destilación es aprovechada en tal caso inmediatamente in situ y prácticamente sin pérdidas, así como se minimiza la cantidad total de las corrientes residuales. Mediante este modo de funcionamiento se puede ajustar el período de tiempo de permanencia en la separación de fases II de tal manera que se haga posible una separación óptima de la fase orgánica.

15 Para la función óptima del separador de fases II, que se hace funcionar conforme al invento, es decisiva en tal caso, junto a un período de tiempo de permanencia suficientemente largo, la elección de una apropiada temperatura. Es preferido, por lo tanto, un procedimiento en el que la separación de fases II se lleva a cabo a una temperatura de 10 a 90 °C, de manera preferida de 15 a 60 °C de manera especialmente preferida de 20 a 40 °C. Con ello se garantiza la separación óptima de la fase orgánica con el disolvente presente, en el caso de las viscosidades indicadas, con  
20 unas pérdidas mínimas.

Se prefiere conforme al invento también un procedimiento, en el que la separación de fases II se lleva a cabo con un período de tiempo de permanencia de 0,5 a 20 min, de manera preferida de 1 a 10 min. Esto contribuye asimismo a una óptima separación de la fase orgánica con el disolvente presente con unas pérdidas mínimas, sin que sufra menoscabo la rentabilidad del procedimiento.

25 Conforme al invento se prefiere además un procedimiento, en el que la cantidad de la fase orgánica II, que se introduce en la etapa de extinción B), es de 0,1 a 3 % en peso, de manera preferida de 0,2 a 1 % en peso, referida a las cantidades de propeno introducidas en total en la etapa de reacción A). Esto garantiza un desenvolvimiento óptimo del efecto de la fase orgánica con una carga mínima por las corrientes de sustancias introducidas adicionalmente.

30 Conforme al invento se prefiere también un procedimiento, en el que la porción acuosa II procedente de la separación de fases II es devuelta parcialmente a la etapa de absorción C), de manera preferida a la parte de cabeza de la etapa de absorción, y preferiblemente se deja salir del proceso otra corriente parcial de la porción acuosa II. De esta manera el agua del proceso es aprovechada inmediatamente y prácticamente sin pérdidas, así como se minimiza la cantidad total de las corrientes residuales. Mediante el recurso de dejarlo salir se controla la  
35 cantidad total del líquido en el proceso (en inglés hold-up = retención) y se evita el enriquecimiento con productos secundarios en la fase acuosa.

De acuerdo con el invento se prefiere además un procedimiento, en el que el contenido de la fase orgánica en la solución de sorción es de 0,1 a 5 % en peso, de manera preferida de 0,2 a 3 % en peso. El contenido de la fase orgánica que contiene un disolvente es por consiguiente tan alto que se forma una fase orgánica II separable.

40 Conforme al invento se prefiere también un procedimiento, en el que la solución de sorción es introducida en la etapa de absorción C) con una temperatura de 5 - 18 °C, de manera preferida de 6 - 12 °C y con una presión en la parte de cabeza de la etapa de absorción C) situada entre 1,1 y 1,7 bares. Esto garantiza una amplia absorción de acroleína a partir de la corriente gaseosa de extinción.

45 En el caso del procedimiento conforme al invento, las etapas de extinción, de absorción y/o de destilación se ejecutan en cada caso de manera preferida en forma de una columna. La ventaja en tal caso es, entre otras cosas, la sencilla realización del procedimiento, el montaje variable de unas empaquetaduras o unos platos y por consiguiente la adaptación a diferentes condiciones marginales del proceso, por ejemplo caudales de paso, etapas de separación etc. Se trata en tal caso de manera preferida de unas habituales columnas con empaquetaduras, unas columnas con cuerpos de relleno o unas columnas con platos tales como unas columnas con platos de  
50 campanas o respectivamente unas columnas con platos perforados.

El procedimiento conforme al invento permite una utilización de unas cantidades de disolventes muy pequeñas en comparación con los procedimientos conocidos, las cuales, integradas en una instalación existente de producción de acroleína, se recuperan y vuelven a utilizar sin ningún gran gasto en aparatos o y sin un adicional consumo de

energía, junto con los otros efectos positivos, ya mencionados, sobre el caudal de producción y la disponibilidad de la instalación. Esto constituye una gran ventaja en el caso de un proceso a gran escala técnica, desde un punto de vista tanto económico como también ecológico.

#### Descripción del ejemplo de realización

- 5 Para la explicación más detallada del invento con ayuda del ejemplo de realización, se hace referencia a la Fig. 1 que muestra una forma de realización del procedimiento conforme al invento.

Correspondiendo al estado de la técnica, en primer lugar se evapora propeno, y el propeno gaseoso (3) se mezcla con aire (1), un vapor (2) y un gas cíclico (19, gas de proceso no condensable = gas de salida del proceso recirculado) y la mezcla se aporta al reactor de haz de tubos (correspondiendo a la etapa A). Allí se efectúa luego, en presencia de apropiados catalizadores, la conversión química del propeno en acroleína y en otros productos secundarios (reacción).

15 El gas de proceso (4, gas de reacción), que abandona el reactor por abajo, es liberado en primer lugar de compuestos de alto punto de ebullición en una primera columna (con platos y empaquetaduras, designada en lo sucesivo columna de extinción, correspondiendo a la etapa B). En primer lugar se efectúa para ello en la parte inferior de la columna un enfriamiento del gas de proceso que preferiblemente entra con 220-250 °C, mediante un circuito de refrigeración. En la parte central de la columna se efectúa luego el amplio empobrecimiento de los compuestos de alto punto de ebullición, en particular del ácido acrílico. En un circuito de refrigeración situado en la parte superior de la columna de extinción se efectúa otro enfriamiento del gas de proceso, que pasa desde la parte central de la columna hacia arriba, separándose por condensación a partir de la corriente gaseosa saturada un líquido, que es aportado como reflujo a la parte central de la columna.

20 Correspondiendo al estado de la técnica, seguidamente la acroleína procedente del gas de proceso, que sale por la cabeza desde la columna de extinción, es luego absorbida en una subsiguiente columna (con empaquetaduras estructuradas superficialmente), que por lo demás es designada como columna de absorción, correspondiendo a la etapa C). Para ello, este gas de proceso es aportado a la columna de absorción en la zona del sumidero y desde la cabeza de la columna es lavado con una solución de sorción, siendo cargada con acroleína la solución de sorción. El gas de proceso, ampliamente liberado de acroleína, abandona la instalación como gas de salida (12) y es devuelto parcialmente como gas cíclico (19, gas de dilución, gas de salida del proceso recirculado) para la inertización de la mezcla de alimentación del reactor.

30 Correspondiendo además al estado de la técnica, el líquido de sorción cargado con acroleína es retirado desde el sumidero de la columna de absorción (correspondiendo a la etapa C) y es aportado aproximadamente en la posición central de una columna de destilación (columna de platos, también designada como columna de desorción, correspondiendo a la etapa D). Allí se efectúa la separación por destilación de la acroleína a partir de la solución de sorción. En la parte de destilación simple por arrastre de la columna, la solución de sorción es liberada ampliamente de acroleína y puede ser devuelta luego a la columna de absorción (10), añadiéndose a la solución de sorción todavía en pequeña grado agua VE (desionizada) (11). En la parte de refuerzo de la columna la acroleína es aumentada de concentración hasta cerca del punto azeótropo y la corriente saliente de vapores de acroleína, separada por condensación en un condensador de inyección (23) mediante la acroleína subenfriada que circula en circuito cerrado, se añade al agente estabilizador (13). Como agente estabilizador se utiliza por regla general hidroquinona o también otros apropiados agentes estabilizadores. El reflujo necesario para la separación es devuelto a la columna y la acroleína obtenida es aportada al depósito de almacenamiento de acroleína (14).

45 Este proceso de tratamiento, que corresponde hasta ahora en puntos esenciales al estado de la técnica, es complementado seguidamente conforme al invento con los dos separadores de fases I y II en el circuito de cabeza de la columna de extinción y en la conducción de retorno de la solución de sorción (10) a la columna de absorción, y el modo de funcionamiento del proceso de tratamiento es modificado conforme al invento de una manera correspondiente a la descripción adicional.

50 Al agua utilizada usualmente como líquido de sorción se le añade un disolvente orgánico, que es apenas soluble en agua, forma una fase orgánica al ser mezclado con agua y tiene de manera preferible un punto de ebullición de 150 - 230 °C, de manera preferida de 170 - 190 °C. De manera por lo demás preferida, el disolvente debería tener una buena capacidad de recepción para los oligómeros formados y otros productos orgánicos secundarios. Se han manifestado como especialmente bien apropiado para esta finalidad el 2-etil-hexanol o respectivamente las fases orgánicas formadas con él. Para el complemento con disolvente orgánico, éste es introducido a modo de ejemplo en la zona inferior (5) de la etapa de absorción C

55 Con el fin de tener en cuenta la finalidad adicional del disolvente, es decir efectuar la separación de impurezas potencialmente formadoras de polímeros, la matriz de disolvente debe de ser purificada. Para ello, a partir de la corriente parcial 6 de la solución de sorción 6 devuelta a la columna de absorción (etapa C) se separa con el

5 separador de fases II una fase orgánica II (LM II). Se mantiene en tal caso un funcionamiento en un intervalo de 10 °C - 90 °C, de manera especialmente apropiada un intervalo de temperaturas de 15 °C - 60 °C. Correspondiendo a ello el separador de fases II está integrado en el proceso detrás del intercambiador de calor caracterizado como WT1. En el WT1, para la optimización de la asociación energética, el líquido de sorción moderadamente caliente  
 5 procedente del sumidero de la columna de desorción es enfriado con un líquido de sorción cargado y frío procedente del sumidero de la columna de absorción y el líquido de sorción cargado es calentado previamente antes de la entrada en la columna de desorción.

10 La fase orgánica que contiene un disolvente puede ser separada a partir de una corriente parcial del líquido de sorción, pero también el líquido de sorción recirculado puede ser conducido en total a través del separador de fases II. A partir del volumen del separador de fases II completamente inundado y del caudal volumétrico de líquido conducido a su través, se establece el período de tiempo de permanencia (VWZ) en el separador de fases II. Una separación suficientemente buena se consigue con unos períodos de tiempo de permanencia de 0,5 - 20 min, de manera especialmente preferida con un VWZ de 1 - 10 min y se ajusta de modo correspondiente a éste.

15 La fase orgánica separada II (LM II) es conducida seguidamente a los platos superiores del circuito de sumidero en la columna de extinción (etapa B) (7). La cantidad retirada desde el separador de fases II es dimensionada en tal caso de manera que se retire alguna cantidad de líquido más que en la que resulta la LM II en el separador de fases II y de esta manera se evita la formación de una capa límite en el separador de fases II. Esto se ha manifestado como ventajoso, puesto que junto a la capa límite se forman polímeros de manera aumentada.

20 A partir de la fases II orgánica aportada al circuito de sumidero del extintor (7, LM II) se separan luego por arrastre mediante el gas de proceso caliente las porciones volátiles de la matriz de disolvente, al contrario que los demás compuestos de alto punto de ebullición, puesto que la LM II forma una segunda fase (según el principio de la destilación con vapor de agua). En el circuito de refrigeración superior (que incluye la parte de cabeza) se condensa a las bajas temperaturas la LM II en su mayor parte con el resto de material condensado y luego se separa desde el  
 25 circuito de refrigeración a través de un separador de fases I que se encuentra en el circuito de refrigeración superior (8). La fase orgánica I (LM I) separada es devuelta al sumidero de la columna de absorción (etapa C) (9). Los parámetros de funcionamiento para el separador de fases I son iguales, en lo que se refiere al VWZ, que los del separador de fases II, pero la temperatura de trabajo se puede ajustar a un valor más bajo, puesto que la LM I separada por destilación tiene una viscosidad más baja que la de la LM II cargada con compuestos que hierven a alta temperatura, procedente del separador de fases II.

30 Este modo de funcionamiento permite un caudal de disolvente ajustable libremente dentro de amplios intervalos en el circuito cerrado representado mediante la parte moderadamente caliente de la columna de desorción (etapa D), sin que aparezcan mayores pérdidas de disolvente. La cantidad ajustable está limitada sobre todo por la capacidad de destilación en la columna de extinción. El contenido de LM se ajusta de un modo correspondiente a la cantidad de disolvente fresco aportado y a las pérdidas de LM, con el agua residual (15, 16) y con el gas de salida (18). El  
 35 contenido de LM debería ser por lo menos tan alto que se forme una fase orgánica (que comprenda la LM), unas concentraciones de LM demasiado altas en la solución de sorción empeorarían eventualmente el efecto de separación en la columna de absorción. A modo de ejemplo de manera ventajosa el contenido de LM en la solución de sorción es de 0,1 a 5 % en peso, preferiblemente de 0,2 - 3 % en peso.

40 Las impurezas recogidas por el disolvente permanecen en el sumidero de la columna de extinción y son quemadas conjuntamente con el agua residual. Es ventajoso en este caso el hecho de que en el agua residual (16) que contiene ácido acrílico las impurezas son suficientemente bien solubles y no resulta ninguna fase orgánica separada, que pudiera perjudicar al subsiguiente proceso de combustión mediante un poder calorífico fluctuante. Otra ventaja  
 45 manifiesta de este proceso consiste en que se utilizan los aparatos condicionados por el procedimiento y no se necesitan aparatos adicionales para un tratamiento externo del disolvente. El consumo de disolvente es disminuido en tal grado que solo deben ser complementadas unas pérdidas de disolvente comparativamente pequeñas en el gas de salida y en el agua residual.

Otra ventaja de este modo de realización del proceso consiste en que el contenido de disolvente antes de la alimentación del líquido de sorción a la columna de absorción y antes de la alimentación del circuito de refrigeración superior a la columna de extinción o respectivamente el reflujo de la columna de extinción es disminuido en cuanto al  
 50 contenido de disolvente hasta tal grado que en estos lugares se pueden emplear en las columnas unas empaquetaduras (como en el ejemplo de realización). Esto, en el caso de haberse establecido un tamaño de los aparatos, permite de manera conocida un caudal más alto que en el caso del uso de platos como construcciones internas de la columna.

#### Descripción de los ensayos de los Ejemplos comparativos 1 hasta 3

55 Los Ejemplos comparativos se realizaron de una manera análoga a la del Ejemplo más arriba descrito, con las siguientes diferencias:

- Figura 2: Al contrario que en el procedimiento de acuerdo con el Ejemplo 1 (Figura 1) en el Ejemplo comparativo 1 no se instalan el separador de fases I y el separador de fases II y al procedimiento no se le aporta ningún disolvente.
- 5 Figura 3: Al contrario que en el procedimiento de acuerdo con el Ejemplo 1 (Figura 1) en el Ejemplo comparativo 2 no se instalan el separador de fases I y el separador de fases II y al procedimiento se le aporta un disolvente en el sumidero de la columna de absorción. Éste se enriquece en el líquido de sorción en cierto grado y se retira del proceso juntamente con el agua residual del proceso desde el circuito de sorción (corriente 15) como una fase orgánica ensuciada.
- 10 Figura 4: Al contrario que en el procedimiento de acuerdo con el Ejemplo 1 (Figura 1) en el Ejemplo comparativo 3 se instala el separador de fases II y al procedimiento se le aporta un disolvente en el sumidero de la columna de absorción. La fase orgánica II (LM II) retirada desde el separador de fases II, que se hace funcionar como en el Ejemplo 1, se aporta a una destilación en vacío de 2 etapas. En una primera etapa se separan los compuestos que hierven a baja temperatura y en una segunda etapa se separa por destilación la porción destilable de la LM con respecto de compuestos de alto punto de ebullición.
- 15 Esta porción se devuelve junto con el disolvente fresco (corriente 5) nuevamente al sumidero de la etapa de absorción.

Los ajustes en el procedimiento utilizados en los Ejemplos (Ejemplos comparativos) están recopilados en la Tabla 1.

Tabla 1: Ajustes en el procedimiento de los Ejemplos/Ejemplos comparativos

Nº en las Fig.	Descripción	Unidad	Ejemplo según la Figura 1	Ejemplo comparativo 1 según la Figura 2	Ejemplo comparativo 2 según la Figura 3	Ejemplo comparativo 3 según la Figura 4
1	Aire (seco)	Nm <sup>3</sup> /h	28.500	24.000	28.500	28.500
2	Vapor	kg/h	1.500	1.263	1.500	1.500
3	Propeno (Pe)	Nm <sup>3</sup> /h	3.800	3.200	3.800	3.800
4	Gas de proceso	°C	240	240	240	240
5	2-Etil-hexanol	kg/h	14		30	30
		kg/100kgPe	0,2		0,4	0,4
	Material destilado procedente del tratamiento externo	kg/h	n.a	n.a.		70
6	Solución de sorción	m <sup>3</sup> /h	67,5	n.a.	n.a.	67,5
	Temperatura	°C	25	n.a.	n.a.	25
	VWZ	Min	6	n.a.	n.a.	6
	Contenido de fase orgánica	% en peso	0,3	n.a.	n.a.	0,5
7	Fase orgánica procedente del separador de fases II	kg/h	60	n.a.	n.a.	n.a.
		kg/100kgPe	0,8			
8	Circuito de refrigeración	m <sup>3</sup> /h	60	n.a.	n.a.	n.a.
	Temp.	°C	20	n.a.	n.a.	n.a.
	VWZ	Min.	6	n.a.	n.a.	n.a.
9	Fase orgánica procedente del separador de fases I	kg/h	40	n.a.	n.a.	n.a.
		kg/100kgPe	0,6			
10	Solución de sorción	m <sup>3</sup> /h	135	120	135	135
		°C	8	8	8	8
11	Agua VE	m <sup>3</sup> /h	1,2	1,2	1,2	1,2

12	Presión a la salida de la etapa de absorción	Bara	1,3	1,3	1,3	1,3
13	Agente estabilizador (hidroquinona al 10 % en acroleína)	kg/h	50	42	50	50
14	Acroleína	kg/h	8.000	6.737	8.000	8.000
15	Agua residual procedente del circuito de sorbato	t/h	1,2	1,2	1,2	1,2
16	Agua residual procedente de la etapa de extinción	t/h	5,4	4,6	5,4	5,4
17	Fase orgánica procedente del separador de fases II para el tratamiento externo	kg/h	n.a.	n.a.	n.a.	100
18	Gas de salida del proceso para la combustión	Nm <sup>3</sup> /h	25.600	21.600	25.600	25.600
19	Gas de proceso recirculado	Nm <sup>3</sup> /h	22.000	18.560	22.000	22.000
20	Temperatura en el sumidero del extintor	°C	70	70	70	70
21	Presión en la cabeza del extintor	bara	1,5	1,5	1,5	1,5
22	Temperatura en el circuito de cabeza del extintor	°C	14	14	14	14

n. a.: no aplicable  
 bara = bares absolutos

Resultados de los Ejemplos/Ejemplos comparativos

- 5 Los Ejemplos/Ejemplos comparativos expuestos se llevaron a cabo en cada caso en una instalación que corresponde a las instalaciones mostradas en las Figuras 1 hasta 4. Los resultados indicados son determinados en este caso esencialmente mediante los parámetros que se han descrito.

Fig. 1 Procedimiento conforme al invento  
 Es necesario el funcionamiento de la instalación durante > 1 año hasta efectuar la limpieza  
 El consumo específico de disolvente es de aproximadamente 0,2 % en peso del disolvente fresco referido a la cantidad empleada de propeno

Ejemplos comparativos 1-3:

Fig. 2 Se muestra en este caso que la carga máxima ajustable de la instalación (es decir la alimentación de Pe) está limitada a aproximadamente a 80 % de la carga de la instalación del Ejemplo 1. En el caso de una carga más alta, el comportamiento de funcionamiento de la instalación es inestable por causa de la formación de espuma en la instalación. Por lo demás se observa que, incluso en el caso de esta carga más baja, ya después de como máximo 3 meses se necesita una limpieza de la zona de sumidero de la destilación (formación de depósitos de polímeros). No hay ningún consumo de disolvente.

Fig. 3 Se muestra que en este caso ya no se necesita ninguna disminución de la producción por causa de la formación de espuma en la destilación y el intervalo entre limpiezas de la instalación de producción es

prolongado hasta 6 meses. El consumo de disolvente fresco está situado en tal caso en  $\geq 0,4$  % en peso de disolvente, referido a la cantidad empleada de propeno.

- 5 Fig. 4 Se muestra en tal caso que se hace posible un funcionamiento de la instalación como en el Ejemplo 1, pero en tal caso el consumo de disolvente fresco está situado también en  $\geq 0,4$  % en peso de disolvente, referido a la cantidad empleada de propeno. El volumen de inversión para la instalación de destilación en vacío es esencialmente más alto que para el separador de fases I y el funcionamiento, a causa de la consistencia alquitranosa del residuo de destilación, es propenso a perturbaciones.

Tabla de signos de referencia

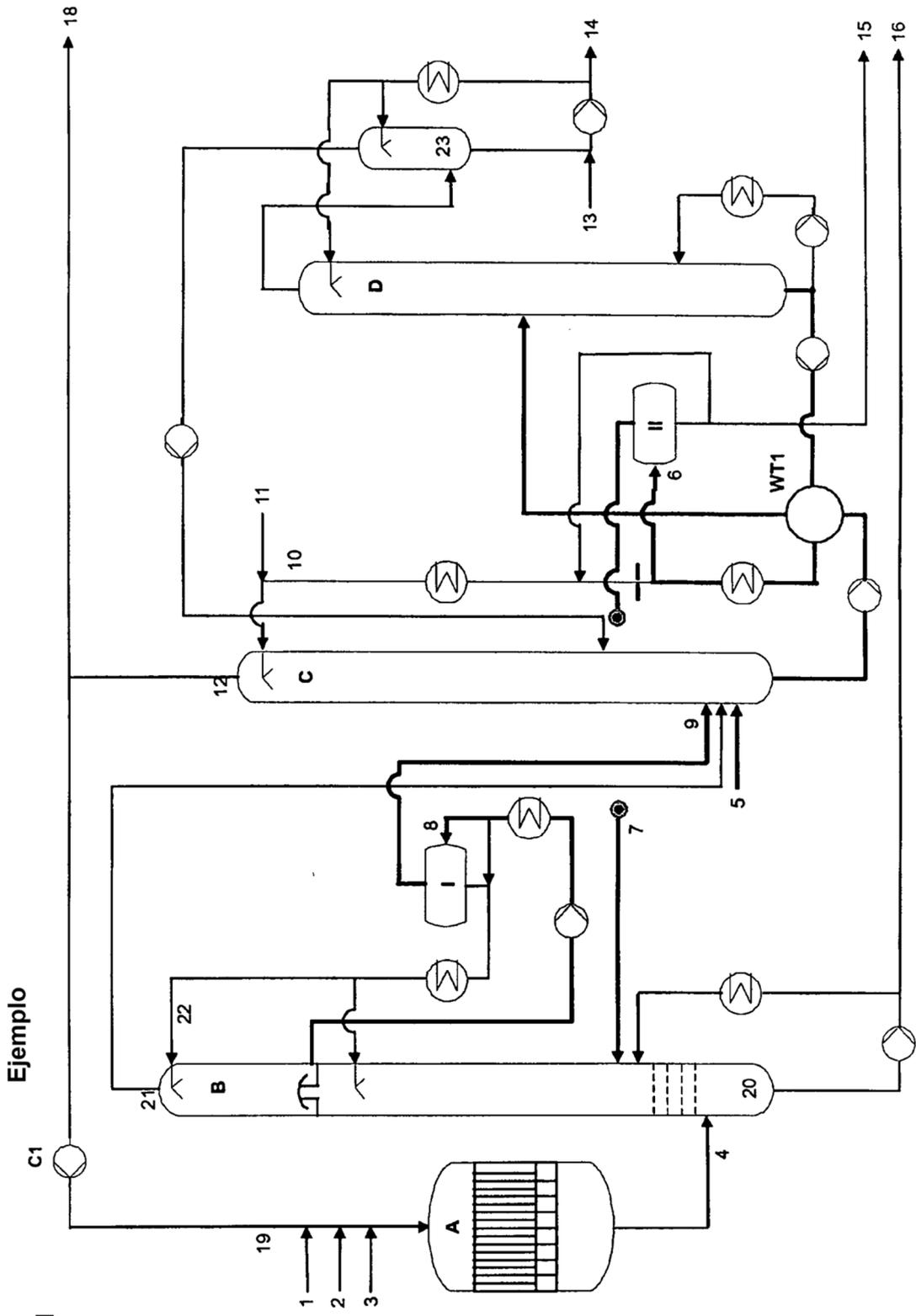
10

Nº en las Figuras	Descripción
1	Aire (seco)
2	Vapor
3	Propeno
4	Gas de proceso
5	2-etil-hexanol destilado procedente del tratamiento externo
6	Solución de sorción
7	Fase orgánica procedente del separador de fases II
8	Circuito de refrigeración
9	Fase orgánica procedente del separador de fases I
10	Solución de sorción
11	Agua VE
12	Presión a la salida de la etapa de absorción
13	Agente estabilizador (hidroquinona al 10 % en acroleína)
14	Acroleína
15	Agua residual procedente del circuito de sorbato
16	Agua residual procedente de la etapa de extinción
17	Fase orgánica procedente del separador de fases II para el tratamiento externo
18	Gas de salida del proceso para la combustión
19	Gas de salida del proceso recirculado
20	Temperatura en el sumidero del extintor
21	Presión en la cabeza del extintor
22	Temperatura en el circuito de cabeza del extintor
23	Condensador de inyección
WT1	Intercambiador de calor 1

## REIVINDICACIONES

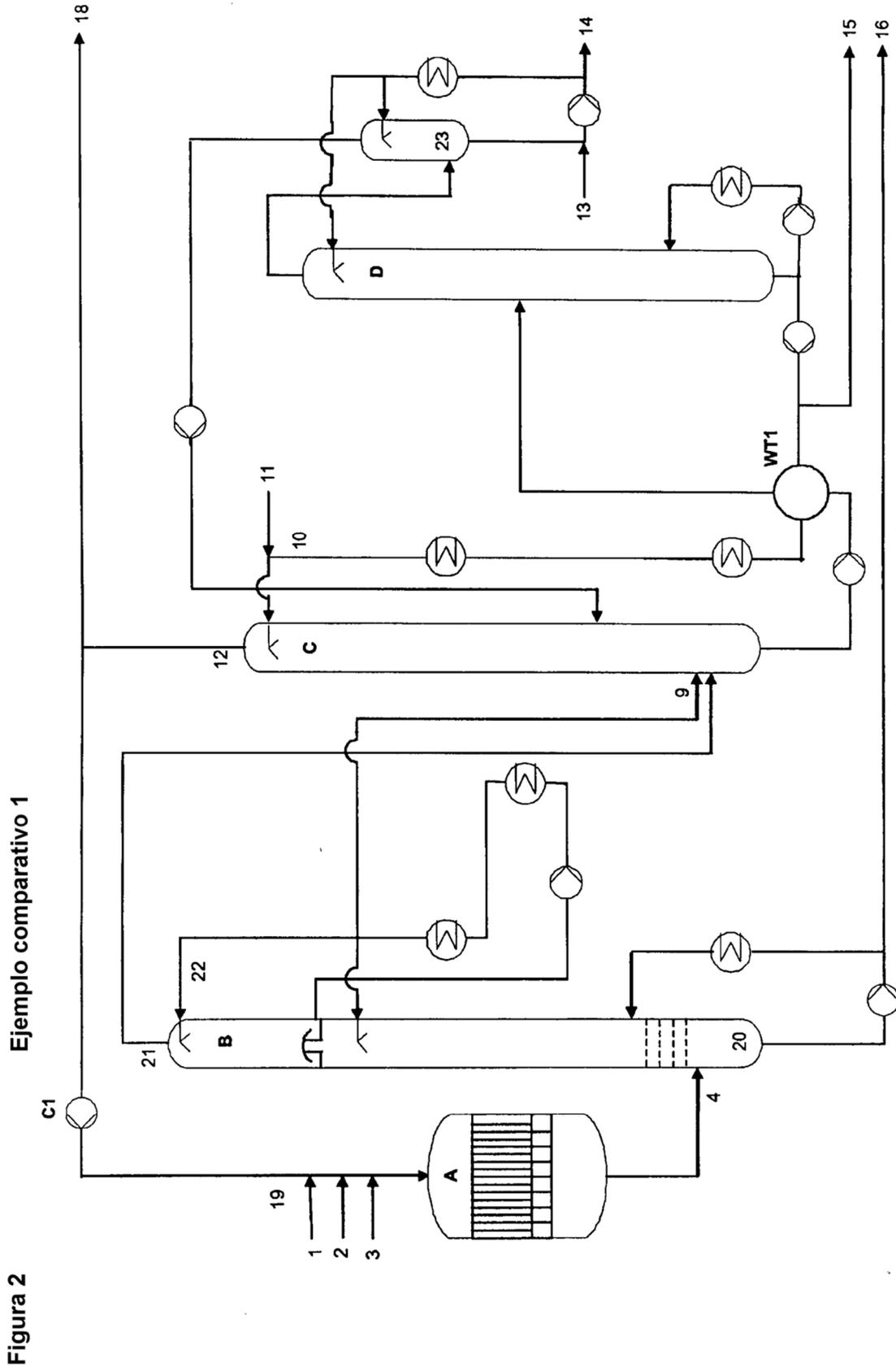
1. Un procedimiento continuo para la preparación de acroleína, en el que se llevan a cabo las siguientes etapas
- 5 A) Oxidar propeno en fase gaseosa con ayuda de aire en el seno de un catalizador heterogéneo en presencia de un gas de dilución en una etapa de reacción
- B) Recoger la corriente gaseosa que contiene acroleína procedente de A) en una etapa de extinción que se compone de una parte de sumidero, una parte central y una parte de cabeza para la separación de productos secundarios en presencia de agua y de una fase orgánica que contiene un disolvente orgánico apenas soluble en agua
- 10 C) Recoger la corriente gaseosa que contiene acroleína procedente de la etapa de extinción B) en una etapa de absorción que se compone de una parte de sumidero, una parte central y una parte de cabeza en presencia de agua y de una fase orgánica que contiene un disolvente orgánico apenas soluble en agua para la recuperación de una solución acuosa de acroleína que contiene una fase orgánica y de una corriente gaseosa no condensable
- 15 C1) Devolver por lo menos parcialmente la corriente gaseosa no condensable procedente de C) como un gas de dilución en la etapa de reacción A)
- D) Separar por destilación la acroleína a partir de la solución acuosa de acroleína que contiene la fase orgánica procedente de C) en una etapa de destilación,
- 20 siendo descargada desde la etapa de destilación D) la solución acuosa remanente que contiene una fase orgánica, liberada de acroleína, de manera tal que se forma una fase orgánica II, que es separada de la correspondiente porción acuosa II (separación de fases II), la fase orgánica II es introducida en la parte de sumidero de la etapa extinción B) a partir de la que la fase orgánica II es separada por destilación y/o por separación por arrastre junto con una porción acuosa a través de la parte de cabeza, de manera tal que se forma una fase orgánica I, que es separada de la correspondiente porción acuosa I (separación de fases I) e introducida en la parte de sumidero de la
- 25 etapa de absorción C), y teniendo el disolvente orgánico apenas soluble en agua una solubilidad en agua de  $\leq 20$  g/l a 20 °C.
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que, de manera permanente o intermitente, el disolvente orgánico apenas soluble en agua es introducido en un sitio apropiado del procedimiento para complementar la fase orgánica.
- 30 3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado por que el disolvente orgánico es introducido en la parte de sumidero de la etapa de absorción y/o de la etapa de destilación.
4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2 ó 3, caracterizado por que se emplea un disolvente orgánico, que tiene un punto de ebullición a la presión normal de 150 a 230 °C, de manera preferida de 170 a 190 °C.
- 35 5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado por que como disolvente orgánico se utiliza un alcohol de cadena abierta de C6 hasta C10 ramificado o respectivamente no ramificado, de manera preferida 2-etilhexanol.
6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2 ó 3, caracterizado por que, referido a la cantidad de propeno introducido en la etapa de reacción A), se complementa con 0,05 a 1 % en peso, de manera preferida con entre 0,1 y 0,5 % en peso, de un disolvente orgánico, se complementa preferiblemente con tanta cantidad de disolvente orgánico que se mantiene un contenido constante de fase orgánica.
- 40 7. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 6, caracterizado por que la corriente gaseosa procedente de A), que contiene acroleína, llega con una temperatura de 200-280 °C, de manera preferida de 220-250 °C, a la parte de sumidero de la correspondiente etapa B).
- 45 8. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 7, caracterizado por que en la etapa de extinción B la temperatura del sumidero se ajusta entre 60 y 90 °C a una presión en la parte de cabeza de 1,2 hasta 1,8 bares de tal manera que no esté presente ninguna fase orgánica separada en la parte de sumidero de la etapa de extinción B.
9. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, caracterizado por que la temperatura del sumidero de la etapa de extinción B se ajusta, retirando una corriente parcial del líquido que allí se ha condensado y, después de un correspondiente enfriamiento, aportándola de nuevo al tercio inferior de la etapa de extinción B (trasiego por bombeo inferior).
- 50 10. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9, caracterizado por que desde la corriente parcial retirada del líquido condensado, se deja salir desde el proceso una corriente parcial.

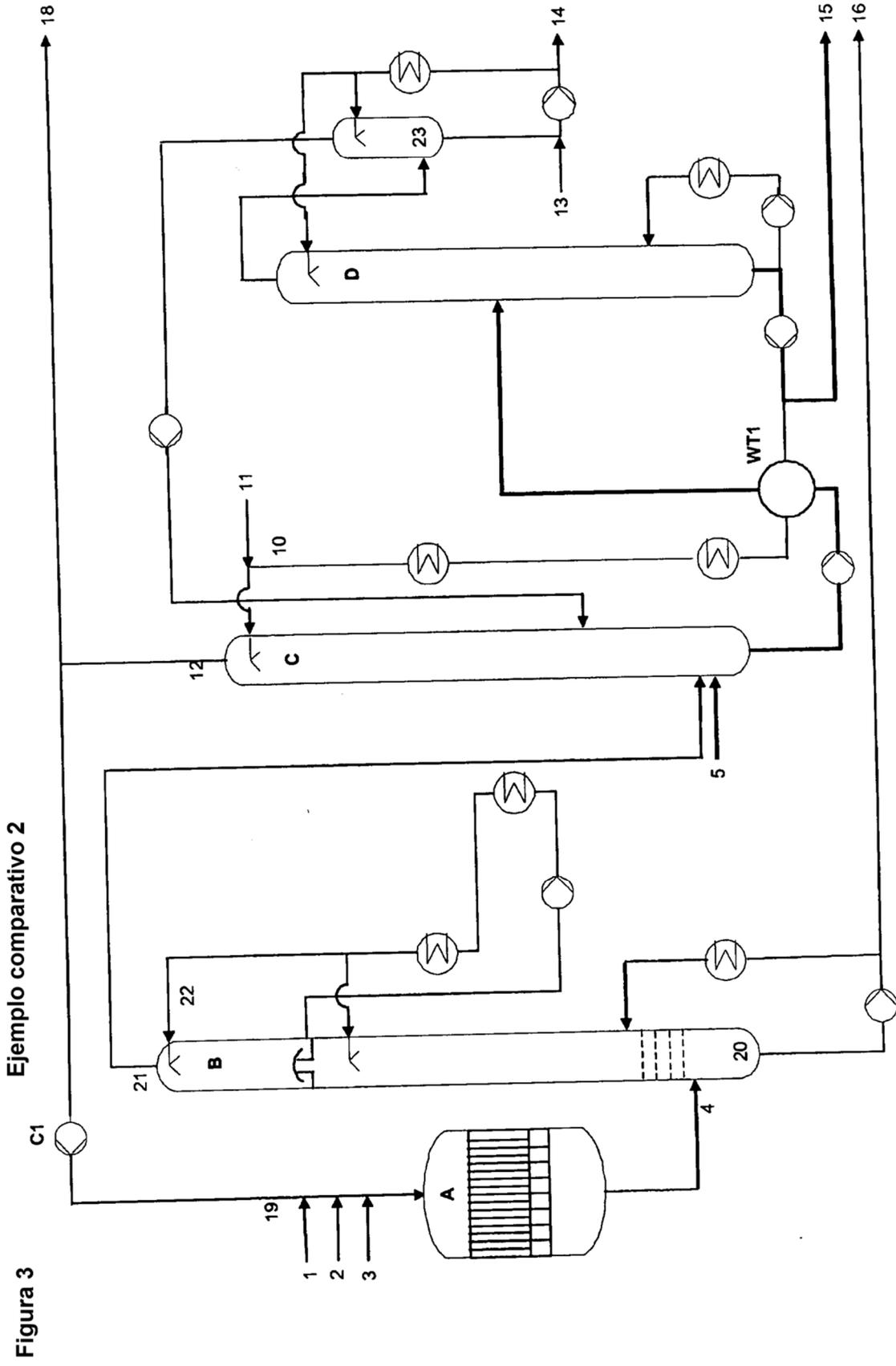
- 5 11. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 10, caracterizado por que se retira una corriente parcial del material condensado presente en la parte de cabeza de la etapa de extinción B, preferiblemente se enfría a  $< 20\text{ }^{\circ}\text{C}$  y se la aporta de nuevo a la parte de cabeza de la etapa de extinción B, con lo cual es enfriada la corriente gaseosa que contiene acroleína que entra procedente de la parte central de la etapa de extinción B y constantemente se produce más cantidad de material condensado que es aportado como reflujo a la parte central de la etapa de extinción (trasiego por bombeo superior).
12. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, caracterizado por que se aporta una corriente parcial del material condensado a la separación de fases I.
- 10 13. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 12, caracterizado por que la separación de fases I se lleva a cabo a una temperatura de  $8\text{ a }60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , de manera preferida de  $10\text{ a }50\text{ }^{\circ}\text{C}$ , de manera especialmente preferida de  $12\text{ a }40\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
14. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 13, caracterizado por que la separación de fases I se lleva a cabo con un período de tiempo de permanencia de  $0,5\text{ a }20\text{ min}$ , de manera preferida de  $1\text{ a }10\text{ min}$ .
- 15 15. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 11 hasta 14, caracterizado por que la porción acuosa I procedente de la separación de fases I es aportada por lo menos parcialmente al reflujo del material condensado producido.
- 20 16. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 15, caracterizado por que la solución acuosa que contiene una fase orgánica liberada de la acroleína descargada desde la etapa de destilación D (solución de sorción) es devuelta parcialmente de modo directo a la parte de cabeza de la etapa de absorción C y la parte restante es aportada a la separación de fases II.
17. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 16, caracterizado por que la separación de fases II se lleva a cabo a una temperatura de  $10\text{ a }90\text{ }^{\circ}\text{C}$ , de manera preferida de  $15\text{ a }60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , de manera especialmente preferida de  $20\text{ a }40\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- 25 18. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 17, caracterizado por que la separación de fases II se lleva a cabo con un período de tiempo de permanencia de  $0,5\text{ a }20\text{ min}$ , de manera preferida de  $1\text{ a }10\text{ min}$ .
- 30 19. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 18, caracterizado por que la cantidad de fase orgánica II que se introduce en la etapa de extinción B) es de  $0,1\text{ a }3\%$  en peso, de manera preferida de  $0,2\text{ a }1\%$  en peso, referida a las cantidades de propeno introducidas en total en la etapa de reacción A).
20. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 19, caracterizado por que la porción acuosa II procedente de la separación de fases II es devuelta parcialmente a la etapa de absorción C, de manera preferida a la parte de cabeza de la etapa de absorción, y preferiblemente se deja salir del proceso otra corriente parcial de la porción acuosa II.
- 35 21. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 20, caracterizado por que el contenido de fase orgánica en la solución de sorción es de  $0,1\text{ a }5\%$  en peso, de manera preferida de  $0,2\text{ a }3\%$  en peso.
22. Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 16 o 21, caracterizado por que la solución de sorción es introducida en la etapa de absorción C) con una temperatura de  $5 - 18\text{ }^{\circ}\text{C}$ , preferiblemente de  $6 - 12\text{ }^{\circ}\text{C}$ , y con una presión en la parte de cabeza de la etapa de absorción C) situada entre  $1,1\text{ y }1,7\text{ bares}$ .
- 40 23. Un procedimiento de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 hasta 22, caracterizado por que la etapa de extinción, la etapa de absorción y/o la etapa de destilación se ejecutan en cada caso en forma de una columna.



Ejemplo

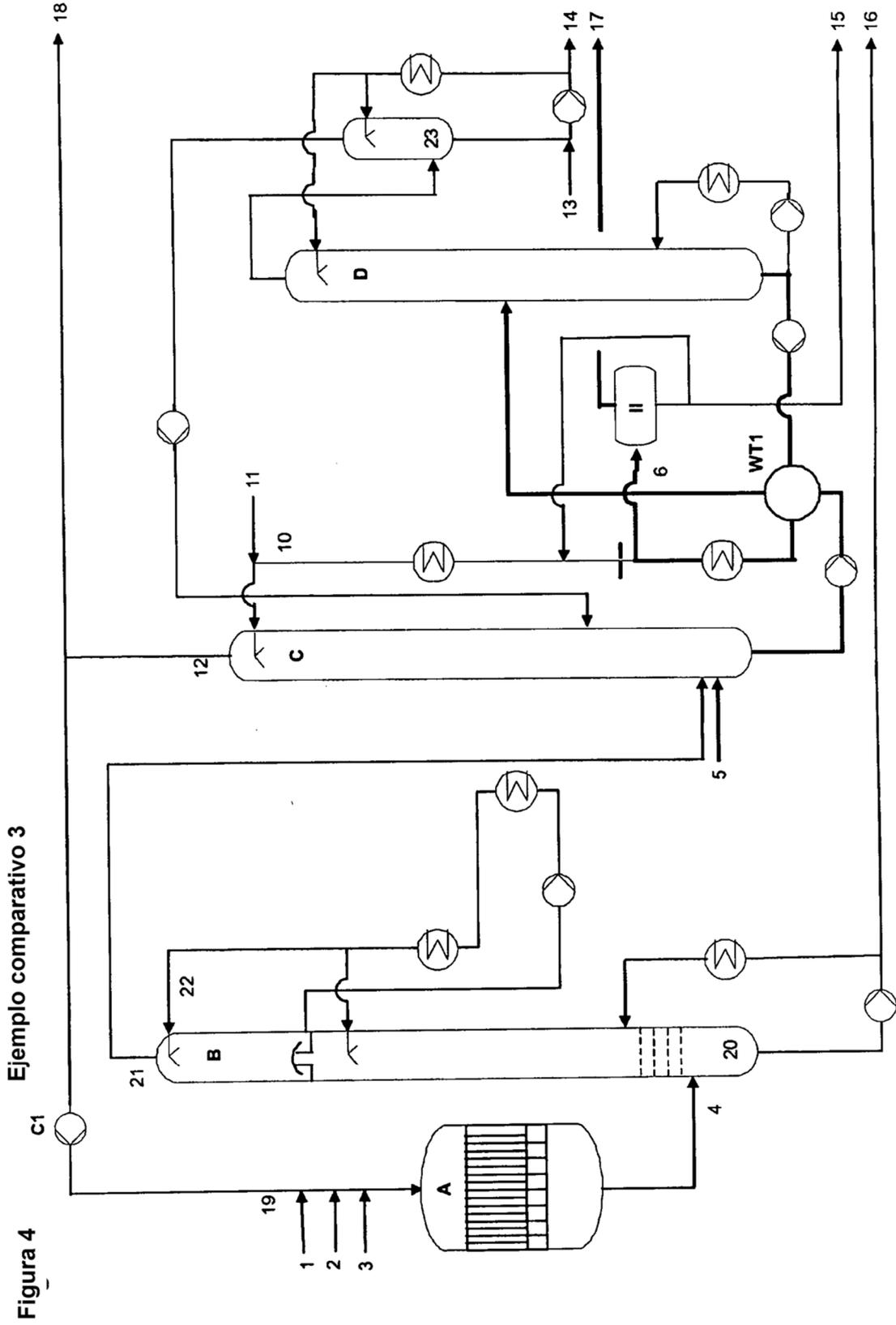
Figura 1





Ejemplo comparativo 2

Figura 3



Ejemplo comparativo 3

Figura 4