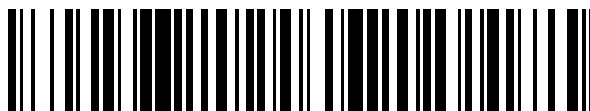


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 619 642**

51 Int. Cl.:

B01D 3/36 (2006.01)

C07C 231/06 (2006.01)

C07C 67/20 (2006.01)

C07C 67/54 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **31.08.2007 PCT/EP2007/059095**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.06.2008 WO08071464**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.08.2007 E 07866279 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.12.2016 EP 2051957**

54 Título: **Procedimiento para la obtención de metacrilatos de alquilo por medio de destilación azeotrópica**

30 Prioridad:

14.12.2006 DE 102006059513

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

26.06.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**GROPP, UDO;
WEBER, ROBERT;
SCHÄFER, THOMAS;
PERL, ANDREAS;
SING, RUDOLF y
MERTZ, THOMAS**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 619 642 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 obtención de metacrilatos de alquilo por medio de destilación azeotrópica

La presente invención se refiere en general a un procedimiento para la obtención de metacrilatos de alquilo.

5 Por el estado de la técnica son conocidos procedimientos para la obtención de metacrilatos de alquilo, en especial metacrilato de metilo. A modo de ejemplo, el documento EP 0 561 264 A2 da a conocer un procedimiento para la obtención de metacrilato de metilo, obteniéndose sulfato de metacrilamida como un precursor de metacrilato de metilo mediante una reacción de transporte a temperaturas elevadas. Además de los elevados costes de consumo de energía vinculados a las guías de procedimiento a temperaturas elevadas, en general es desfavorable someter especialmente a carga térmica el metacrilato de metilo y sus productos previos, que tienden a la polimerización en medida bastante elevada.

10 El documento US 2 987 542 da a conocer un procedimiento para la obtención de metacrilato de metilo mediante reacción de acetocianhidrina con ácido sulfúrico concentrado y un exceso de metanol. El azeótropo separado por destilación de la mezcla de reacción se lava con poca agua a bajas temperaturas para la eliminación de metanol.

15 Por consiguiente, la presente invención tomaba como base generalmente la tarea de superar los inconvenientes resultantes del estado de la técnica.

Una tarea consistía en especial en obtener metacrilatos de alquilo de modo especialmente cuidadoso y económico, con rendimientos elevados.

20 Una tarea según la invención consistía además en emplear, además de los eductos necesarios para la obtención de metacrilatos de alquilo, la menor cantidad posible de otros productos químicos en la obtención de metacrilatos de alquilo que, emplearse, se deben separar mediante pasos de purificación costosos, ya que estos otros productos químicos son generalmente indeseables en la elaboración subsiguiente de los metacrilatos, en especial si esto se refiere a la obtención de materiales sintéticos empleados en el sector de técnica médica.

25 Una tarea según la invención consistía además en reducir los tiempos de parada de instalaciones para la obtención de metacrilatos de alquilo, que están vinculados en especial a la eliminación del polímero que se forma de modo indeseable en piezas de la instalación que entran en contacto con metacrilatos de alquilo.

Una tarea según la invención consistía además en realizar aún un gasto de elaboración y purificación lo menor posible tras la obtención de un metacrilato de alquilo.

30 Los objetos de las reivindicaciones que forman las reivindicaciones terminantes ofrecen una contribución a la solución de al menos una de las tareas anteriores, representando las reivindicaciones subordinadas formas preferentes de realización de la presente invención.

De este modo, la invención se refiere también a un procedimiento para la obtención de metacrilatos de alquilo, que comprende los pasos:

- i) puesta a disposición de una acetocianhidrina;
- ii) puesta en contacto de la acetocianhidrina con un ácido inorgánico bajo obtención de una metacrilamida;
- 35 iii) puesta en contacto de la metacrilamida con un alcohol en presencia de un ácido inorgánico en un reactor bajo obtención de un metacrilato de alquilo;
- iv) descarga continua de al menos una parte de metacrilato de alquilo del reactor en una columna de destilación como una corriente de vapores;

40 efectuándose la descarga mediante alimentación de una corriente de descarga que contiene vapor de agua en el reactor.

Como corriente de descarga, en principio entran en consideración todas las corrientes que contienen vapor de agua conocidas y de apariencia apropiada. La corriente de descarga puede estar constituida completamente por vapor de agua, o bien agua, así como contener otros gases, además de vapor de agua, a modo de ejemplo nitrógeno o aire. En general es preferente que la corriente de descarga contenga al menos un 40 % en volumen, preferentemente al

menos un 60 % en volumen, y de modo especialmente preferente al menos un 85 % en volumen de vapor de agua, referido respectivamente a la corriente de descarga. La corriente de descarga puede presentar una temperatura en el intervalo de aproximadamente 90 a aproximadamente 180°C, preferentemente en un intervalo de aproximadamente 100 a aproximadamente 160°C, preferentemente en un intervalo de aproximadamente 100 a aproximadamente 140°C, y de modo especialmente preferente en un intervalo de aproximadamente 105 a aproximadamente 135°C. Además puede ser preferente que la corriente de descarga se alimente al reactor con una presión que sea mayor que la presión del reactor. En general, la presión de alimentación es al menos 1,01, preferentemente al menos 1,2, y de modo especialmente preferente al menos el doble que la presión dominante en el reactor. De modo preferente, la presión de alimentación se sitúa en un intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 8 bar, preferentemente en un intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 5 bar, y de modo especialmente preferente en un intervalo de aproximadamente 1,5 a aproximadamente 3 bar.

Según la invención, se entiende por descarga continua las descargas efectuadas durante un intervalo de tiempo más largo, frecuentemente al menos una hora, preferentemente al menos 24 horas, y de modo especialmente preferente 7 días sin interrupción, y no en porciones. El funcionamiento continuo del procedimiento no está limitado solo al paso iv. Más bien se pueden efectuar también otros pasos del procedimiento según la invención de manera continua, siendo preferente además el funcionamiento continuo de los pasos ii. y iv. preferentemente, y de los pasos ii. a iv. de modo especialmente preferente, así como el funcionamiento continuo de los pasos i. a iv.

En principio entran en consideración como reactores todos los recipientes conocidos por el especialista y de apariencia apropiada. Frecuentemente, los reactores están calentados en sus paredes, de modo que en el reactor domina una temperatura en un intervalo de aproximadamente 70 a aproximadamente 180°C, de modo preferente aproximadamente 90 a aproximadamente 150°C, y de modo especialmente preferente en un intervalo de aproximadamente 95 a aproximadamente 145°C. No obstante, el calentamiento de los reactores, o bien de sus contenidos, se puede efectuar también a través de la corriente de descarga.

Además es preferente que el alcohol empleado para la reacción según la invención se alimente en una zona inferior del reactor, frecuentemente también el fondo del reactor. Por regla general, se entiende por zona inferior la mitad inferior del volumen del reactor. La alimentación de alcohol se efectúa preferentemente a través de un cuerpo poroso. De este modo se contribuye a un mejor entremezclado de la mezcla de reacción que se encuentra en el reactor. Frecuentemente, mediante esta medida ya no es necesario que el reactor disponga de mecanismos de agitación adicionales accionados. Como cuerpo poroso, en general entran en consideración los cuerpos porosos conocidos por el especialista y de apariencia apropiada para este fin, como diafragmas o espumas de vidrio o metal. Es ventajoso, así como el acondicionamiento total de la zona interna del reactor, que el cuerpo poroso esté constituido por un material especialmente resistente a ácidos. Éste debía soportar los ácidos inorgánicos empleados en el procedimiento según la invención, que se emplean preferentemente en forma de ácidos concentrados, como ácido sulfúrico concentrado. Como cuerpos porosos entran en consideración también tubos perforados, ajustándose las medidas de los tubos y las dimensiones y posición de los orificios previstos en los mismos a la forma y densidad de burbujas a obtener. En general, el tamaño de los orificios se sitúa en un intervalo de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 50 mm, preferentemente en un intervalo de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 25 mm, y de modo especialmente preferente en un intervalo de aproximadamente 0,5 a 10 mm.

Según un acondicionamiento adicional del procedimiento según la invención, es igualmente posible que el alcohol se alimente en una zona superior del reactor. Esta alimentación se efectúa preferentemente mediante inyección, pulverización o atomización del alcohol, siendo preferente que el alcohol circule en este caso contra las paredes internas del espacio de vapor, para lavar metacrilatos adheridos al mismo, y no llegar a la polimerización no deseada de este modo. Para la alimentación de alcohol en la zona superior son especialmente apropiadas coronas de pulverización, que están instaladas por debajo de la tapa del reactor.

Además es preferente que las condiciones dentro de la columna de destilación se seleccionen de modo que, por una parte, el metacrilato salga de la columna de destilación como producto de bajo punto de ebullición en la zona superior, preferentemente a través de la cabeza, y los productos de punto de ebullición elevado, en la mayor parte de los casos ácido acrílico, hidroxisobutirato y agua, se puedan devolver de nuevo al reactor al menos parcialmente. La selección de la temperatura se efectúa en función del metacrilato a destilar, y se sitúa en un intervalo de aproximadamente 50 a aproximadamente 150°C, de modo preferente de aproximadamente 60 a aproximadamente 120°C, y de modo especialmente preferente en un intervalo de aproximadamente 65 a aproximadamente 110°C. En el caso del metacrilato de metilo, estos intervalos de temperatura pueden ser igualmente apropiados, efectuándose la destilación de modo especialmente preferente en un intervalo de aproximadamente 65°C a aproximadamente 110°C, y de modo especialmente preferente en un intervalo de aproximadamente 70°C a aproximadamente 80°C. La destilación se efectúa bajo presiones conocidas por el especialista y de apariencia apropiada en función del metacrilato de alquilo a destilar. Las presiones se sitúan en general en un intervalo de aproximadamente 0,7 a aproximadamente 1,2 bar, preferentemente en un intervalo de aproximadamente 0,95 a aproximadamente 1,1 bar, y de modo especialmente preferente en un intervalo de aproximadamente 0,99 a aproximadamente 1,03 bar. Además,

la composición de la corriente de vapores a destilar influye en la selección correcta de condiciones de presión y temperatura. La corriente de vapores puede presentar en general la siguiente composición, referida a la corriente de vapores, más de un 70 % en peso de metacrilato de alquilo, y además un 30 y un menor % en peso de agua, metanol, acetona, formiato de metilo, ácido alfa-hidroxiisobutírico, DME, ácido metacrílico y/o ácido fórmico.

5 Además, según la invención es preferente efectuar una destilación azeotrópica en la columna de destilación. En este caso se forma generalmente el azeótropo a partir de los metacrilatos de alquilo producidos en el reactor, así como del agua del vapor de agua y del alcohol. Para el caso de que la destilación se efectúe como destilación azeotrópica, es preferente que las condiciones de presión y temperatura dominantes en la columna de destilación se sitúen con una desviación de un máximo de un 10 % alrededor de la presión, o bien la temperatura del respectivo azeótropo de
10 metacrilato de alquilo.

Además, según la invención es preferente que la corriente de vapores se alimente a la columna de destilación en un movimiento circulatorio. La alimentación a la columna de destilación se efectúa ahora preferentemente en la zona inferior de la columna de destilación, que se forma como máximo por la mitad inferior del volumen de la columna. Como movimiento circulatorio entran en consideración todos los movimientos en forma de circuito apropiados para el
15 especialista, que describen la circulación de la corriente de vapores en la alimentación. De este modo, la corriente de vapores se puede alimentar en las paredes de la columna de destilación en movimientos circulares, que pueden tener también la forma de una espiral o una hélice. Mediante este tipo de alimentación se puede obtener una separación de los componentes líquidos arrastrados en la corriente de vapores de los componentes gaseosos. Los componentes líquidos separados de la corriente de vapores se pueden devolver de nuevo al reactor al menos
20 parcialmente.

Además, según la invención es preferente que la corriente de vapores atraviese un separador ante o en la columna de destilación. En este caso entran en consideración todos los dispositivos de separación conocidos por el especialista y de apariencia apropiada, en especial separadores de masa. Son especialmente preferentes separadores de ciclón, que se denominan también separadores centrífugos, para conseguir la separación de
25 vapores que contienen líquido y gas en componentes líquidos y gaseosos, alimentándose los componentes gaseosos a continuación de la destilación, que se lleva a cabo, como se ha descrito con anterioridad, preferentemente como destilación azeotrópica.

La invención se lleva a cabo en un dispositivo para la obtención de metacrilatos de alquilo, que comprende unidos entre sí en conducción fluidica:

- 30
- un elemento de instalación para la obtención de acetoniato de hidrato, seguido de;
 - un elemento de instalación para la obtención de metacrilamida, seguido de;
 - un elemento de instalación para la obtención de metacrilato de alquilo, en caso dado seguido de;
 - un elemento de instalación para la purificación de metacrilato de alquilo, comprendiendo el elemento de instalación para la obtención de metacrilato de alquilo
- 35
- o al menos un reactor, preferentemente 2 o más, seguido de
 - o al menos una columna de destilación.

En el presente documento, se entiende por unión fluidica que se pueden conducir gases, líquidos, y mezclas de gases-líquidos, u otras sustancias fluidas. En relación con los distintos acondicionamientos del material sólido de purificación se hace referencia a las anteriores explicaciones.

40 En relación con las partes del dispositivo se hace referencia a las explicaciones en este texto.

Además, la invención da a conocer un procedimiento para la obtención de polímeros basados en metacrilatos de alquilo al menos parcialmente, que comprende los pasos:

- i. obtención de un metacrilato de alquilo según un procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1 a 10,
- 45 ii. polimerización de metacrilato de alquilo, y en caso dado un comonomero;

iii. elaboración del metacrilato de alquilo.

Como comonómeros entran en consideración todos los conocidos por el especialista y de apariencia apropiada, siendo especialmente preferentes monómeros polimerizables a través de radicales. Entre éstos se deben citar sobre todo estireno, acrilato de butilo o acrilonitrilo, acrilato de metilo o acrilato de etilo. La polimerización se puede llevar a cabo como polimerización en disolución, perlas, emulsión o suspensión, también como polimerización en substancia. La elaboración del polímero se efectúa, a modo de ejemplo, mediante precipitación del polímero que contiene disolventes en un no disolvente para el polímero como agente de precipitación. A modo de ejemplo, un polímero que presenta una acetona como disolvente y metacrilato de polimetilo se precipita en un agente de precipitación constituido por metanol y agua, se separa del agente de precipitación y se seca.

Además, la invención da a conocer el empleo de un metacrilato de alquilo ultrapuro obtenible mediante el procedimiento según la invención en fibras, películas, esmaltes, masas de moldeo, cuerpos moldeados, adyuvantes de papel, adyuvantes de cuero, agentes de floculación y aditivos para suelos como productos químicos preferentes.

Además, la invención da a conocer fibras, películas, esmaltes, masas de moldeo, cuerpos moldeados, adyuvantes de papel, adyuvantes de cuero, agentes de floculación y aditivos para suelos como productos químicos preferentes, que se basan en un metacrilato puro obtenible conforme al procedimiento según la invención.

A continuación se explican diversos elementos del procedimiento y piezas de la instalación, que son vinculables con la presente invención, en principio por separado o como conjunto de dos o más de los citados elementos de procedimiento. En caso dado puede ser ventajoso combinar con la presente invención los elementos de procedimiento presentados en el ámbito del presente texto, de modo que se reúnan en suma para dar un procedimiento para la obtención de ésteres de ácido metacrílico, o un procedimiento para la obtención de ácido metacrílico. No obstante, remítase también a que los efectos, ventajosos en la mayor parte de los casos, se pueden conseguir también si el objeto de la presente invención se emplea como tal en otro contexto, o si solo se combina con una parte de los elementos de procedimiento aquí presentados.

Obtención de acetoncianhidrina

En este elemento de procedimiento se obtiene acetoncianhidrina según procedimientos conocidos generalmente (véase, a modo de ejemplo, Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4ª edición, tomo 7). En este caso se emplean frecuentemente acetona y ácido cianhídrico como reactivos. En el caso de la reacción se trata de una reacción exotérmica. Para contrarrestar una descomposición de la acetoncianhidrina formada en el ámbito de esta reacción, el calor de reacción se descarga habitualmente a través de un dispositivo apropiado. En este caso, la reacción se puede llevar a cabo en principio como proceso por cargas o como proceso continuo, en tanto sea preferente un régimen continuo, la reacción se lleva a cabo frecuentemente en una columna de destilación con circulación en bucles, que está instalada correspondientemente.

Una característica principal de un régimen que conduce al producto deseado en rendimientos elevados consiste frecuentemente en enfriar el producto de reacción en un tiempo de reacción suficiente, y desplazar el equilibrio de reacción en el sentido del producto de reacción. Además, el producto de reacción se puede mezclar frecuentemente con un correspondiente estabilizador en beneficio del rendimiento total, para prevenir una descomposición en la elaboración posterior en las sustancias de partida.

El mezclado de los reactivos acetona y ácido cianhídrico se puede efectuar en principio de modo sensiblemente arbitrario. El tipo de mezclado depende en especial de que se seleccione un régimen discreto, a modo de ejemplo en el reactor por cargas, o un régimen continuo, a modo de ejemplo en la columna de destilación con circulación en bucles.

En principio puede ser ventajoso alimentar la acetona en la reacción a través de un depósito de reserva, que dispone de una torre de lavado. Los conductos de ventilación que conducen aire de escape que contienen acetona y ácido cianhídrico se pueden conducir, a modo de ejemplo, a través de este depósito de reserva. En la torre de lavado, que está conectada al depósito de reserva, el aire de escape que se evapora del depósito de reserva se puede lavar con acetona, mediante lo cual se elimina ácido cianhídrico del aire de escape, y devolver al proceso. A tal efecto, a modo de ejemplo una parte de la cantidad de acetona introducida en la reacción desde el depósito de reserva se conduce a la cabeza de la torre de lavado en corriente parcial a través de un refrigerador, preferentemente a través de un refrigerador de agua salina, y de este modo se obtiene el resultado deseado.

Según volumen de la cantidad de productos finales a producir, puede ser ventajoso alimentar acetona a la reacción desde más de un único depósito de reserva. En este caso, cada uno de los dos o más depósitos de reserva puede portar una correspondiente torre de lavado. No obstante, en muchos casos es suficiente que solo uno de los

depósitos de reserva esté equipado con una correspondiente torre de lavado. No obstante, en este caso frecuentemente es razonable que los correspondiente conductos que transportan aire de escape, que pueden transportar acetona y ácido cianhídrico, se conduzcan a través de este depósito, o bien a través de esta torre de lavado.

5 La temperatura de la acetona en el depósito de reserva se puede situar en principio dentro de un intervalo sensiblemente arbitrario, en tanto la acetona se encuentre en estado líquido a la temperatura correspondiente. No obstante, de modo ventajoso, la temperatura en el depósito de reserva asciende aproximadamente a 0 hasta aproximadamente 20°C.

10 En la torre de lavado se enfría la acetona empleada para el lavado a través de un correspondiente refrigerador, a modo de ejemplo a través de un refrigerador de capas con disolución salina, a una temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 10°C. Por lo tanto, la temperatura de la acetona en la entrada en la torre de lavado asciende, a modo de ejemplo, aproximadamente a 2 hasta aproximadamente a 6°C.

15 El ácido cianhídrico requerido en el ámbito de la reacción se puede introducir en el reactor en forma líquida, o bien en forma gaseosa. En este caso se puede tratar, a modo de ejemplo, de gas crudo del proceso de BMA o de Andrussov.

20 El ácido cianhídrico se puede licuar, a modo de ejemplo mediante el empleo de disoluciones salinas refrigerantes correspondientes. En lugar de ácido cianhídrico licuado se puede emplear gas de plantas de coquefacción. A modo de ejemplo, gases de plantas de coquefacción que contienen cianuro de hidrógeno, tras un lavado con potasa, se lavan continuamente con acetona, que contiene un 10 % de agua, en contracorriente, y la reacción para dar acetonecianhidrina se puede llevar a cabo en presencia de un catalizador básico en dos columnas de lavado de gas conectadas en serie.

En el ámbito de otra forma de realización se puede hacer reaccionar con acetona una mezcla de reacción que contiene cianuro de hidrógeno y gases inertes, en especial un gas crudo del proceso de BMA o Andrussov, en presencia de un catalizador básico y acetonecianhidrina en un reactor de líquido-gas.

25 En el ámbito del procedimiento aquí descrito se emplea preferentemente un gas crudo de BMA o un gas crudo de Andrussov. La mezcla de gases resultante del procedimiento habitual para la obtención de cianuro de hidrógeno citado anteriormente se puede emplear como tal o tras un lavado con ácido. El gas crudo del proceso de BMA, en el cual se forman esencialmente ácido cianhídrico e hidrógeno a partir de metano y amoníaco, contiene típicamente un 22,9 % en volumen de HCN, un 71,8 % en volumen de H₂, un 2,5 % en volumen de NH₃, un 1,1 % en volumen de N₂, un 1,7 % en volumen de CH₄. En el proceso de Andrussov conocido se forman ácido cianhídrico y agua a partir de metano y amoníaco, y oxígeno ambiental. El gas crudo del proceso de Andrussov contiene, en el caso de empleo de oxígeno como fuente de oxígeno, típicamente un 8 % en volumen de HCN, un 22 % en volumen de H₂O, un 46,5 % en volumen de N₂, un 15 % en volumen de H₂, un 5 % en volumen de CO, un 2,5 % en volumen de NH₃, y respectivamente un 0,5 % en volumen de CH₄ y CO₂.

35 En el caso de empleo de un gas crudo no lavado con ácido a partir del proceso de BMA o Andrussov, el amoníaco que contiene gas crudo actúa frecuentemente como catalizador para la reacción. Ya que el amoníaco contenido en el gas crudo sobrepasa frecuentemente la cantidad necesaria como catalizador y, por consiguiente, puede conducir a pérdidas elevadas de ácido sulfúrico empleado para la estabilización, tal gas crudo se somete con frecuencia a un lavado con ácido, para eliminar amoníaco del mismo. Sin embargo, en el caso de empleo de tal gas crudo lavado con ácido, se debe añadir al reactor un catalizador básico apropiado en cantidad catalítica. En este caso, los compuestos básicos inorgánicos u orgánicos conocidos pueden actuar como catalizador.

45 En el ámbito del régimen continuo, el cianuro de hidrógeno en forma gaseosa o líquida, o bien una mezcla gaseosa que contiene cianuro de hidrógeno y acetona se alimentan continuamente a una columna de destilación con circulación en bucles. En este caso, la columna de destilación con circulación en bucles comprende al menos una posibilidad de alimentación de acetona o dos o más posibilidades de tal naturaleza, al menos una posibilidad de alimentación de ácido cianhídrico líquido o gaseoso, o dos o más posibilidades de tal naturaleza, así como al menos una posibilidad de alimentación de un catalizador.

50 En principio es apropiado como catalizador cualquier compuesto alcalino, como amoníaco, hidróxido sódico o hidróxido potásico, que pueden catalizar la reacción de acetona y ácido cianhídrico para dar acetonecianhidrina. No obstante, se ha mostrado ventajoso emplear como catalizador un catalizador orgánico, en especial una amina. A modo de ejemplo son apropiadas aminas secundarias o terciarias, como dietilamina, dipropilamina, trietilamina, tri-n-propilamina, y similares.

Una columna de burbujas con circulación en bucles empleable en el ámbito del elemento de procedimiento descrito presenta aún, además, al menos una bomba, o dos o más bombas, y al menos un dispositivo de mezclado, o dos o más dispositivos de mezclado de tal naturaleza.

5 Como bombas son apropiadas en principio todas las bombas que sean apropiadas para garantizar la circulación de la mezcla de reacción en la columna de burbujas con circulación en bucles.

10 Como dispositivos de mezclado son apropiados tanto dispositivos de mezclado con elementos móviles, como también los denominados mezcladores estáticos, en los cuales están previstos elementos de circulación inmóviles. En el caso de empleo de mezcladores apropiados, a modo de ejemplo son apropiados aquellos que permiten una presión de trabajo de al menos aproximadamente 10, a modo de ejemplo al menos aproximadamente 15, o al menos aproximadamente 20 bar, bajo condiciones de trabajo sin limitaciones esenciales de la funcionalidad. Los correspondientes mezcladores pueden estar constituidos por material sintético o metal. Como material sintético son apropiados, a modo de ejemplo, PVC, PP; HDPE, PVDF, PFA o PTFE. Los mezcladores metálicos pueden estar constituidos, a modo de ejemplo, por aleaciones de níquel, circonio, titanio y similares. A modo de ejemplo, son igualmente apropiados mezcladores rectangulares.

15 La adición de catalizador se efectúa preferentemente en la columna de burbujas con circulación en bucles tras la bomba y antes de un elemento de mezclado previsto en la columna de burbujas con circulación en bucles. En el ámbito de la reacción descrita, los catalizadores se emplean en una cantidad tal que la reacción total se realiza a un valor de pH de un máximo de 8, en especial un máximo de aproximadamente 7,5, o aproximadamente 7. Puede ser preferente que el valor de pH en la reacción se mueva dentro de un intervalo de aproximadamente 6,5 a aproximadamente 7,5, a modo de ejemplo aproximadamente 6,8 a aproximadamente 7,2.

20 En el ámbito del procedimiento descrito, alternativamente a la adición del catalizador en la columna de burbujas con circulación en bucles tras la bomba y antes de un dispositivo de mezclado, también es posible alimentar el catalizador junto con la acetona en la columna de burbujas con circulación en bucles. En tal caso puede ser ventajoso que se procure un mezclado correspondiente de acetona y catalizador antes de la alimentación en la columna de burbujas con circulación en bucles. A modo de ejemplo, se puede efectuar un mezclado correspondiente mediante el empleo de un mezclador con partes móviles, o mediante empleo de un mezclador estático.

30 Si en el ámbito del procedimiento descrito se selecciona un régimen continuo en una columna de burbujas con circulación en bucles como tipo de operación, puede ser conveniente investigar el estado de la mezcla de reacción mediante análisis puntuales o continuos. Esto ofrece la ventaja de que se puede reaccionar rápidamente, en caso dado, también a modificaciones de estado en la mezcla de reacción. Además, a modo de ejemplo, los reactivos se pueden dosificar lo más exactamente posible para minimizar pérdidas de rendimiento.

35 Se puede efectuar una analítica correspondiente, a modo de ejemplo, mediante toma de muestras en la columna de burbujas con circulación en bucles. Procedimientos de análisis apropiados son, a modo de ejemplo, medida de pH, medida del tono térmico, o medida de la composición de la mezcla de reacción mediante procedimientos espectroscópicos apropiados.

En especial en el ámbito de control de conversión, aspectos de calidad y seguridad, frecuentemente ha dado buen resultado determinar la conversión en la mezcla de reacción a través del calor eliminado a partir de la mezcla de reacción, y comparar con el calor liberado teóricamente.

40 En el caso de selección apropiada de la columna de burbujas con circulación en bucles, la verdadera reacción se puede efectuar en los sistemas tubulares dispuestos dentro de la columna de burbujas con circulación en bucles. No obstante, ya que la reacción es exotérmica, para evitar pérdidas de rendimiento se debía considerar una refrigeración suficiente, o bien una descarga suficiente del calor de reacción. Frecuentemente se ha mostrado ventajoso que la reacción transcurra dentro de un cambiador de calor, preferentemente dentro de un cambiador de calor de haz de tubos. Según cantidad de producto a producir se puede seleccionar de manera variable la capacidad de un cambiador de calor correspondiente. Para procedimientos a escala industrial se han mostrado especialmente apropiados en particular cambiadores de calor con un volumen de aproximadamente 10 a aproximadamente 40 m³. En el caso de los cambiadores de calor de haz de tubos empleados preferentemente se trata de cambiadores de calor que presentan un haz de tubos en una camisa inundada de líquido. Según diámetro de tubo, densidad de empaquetadura, etc., se puede ajustar correspondientemente la transferencia de calor entre ambos líquidos. En el ámbito del procedimiento descrito, en principio es posible llevar a cabo la reacción de modo que la mezcla de reacción se conduzca a través del cambiador de calor en el propio haz de tubos, y la reacción tenga lugar dentro del haz de tubos, descargándose el calor del haz de tubos en el líquido de la camisa.

No obstante, se ha mostrado practicable y razonable en muchos casos hacer pasar la mezcla de reacción a través de la camisa del cambiador de calor, mientras que el líquido empleado para la refrigeración circula dentro del haz de tubos. En muchos casos se ha mostrado ventajoso que la mezcla de reacción se distribuya en la camisa para la consecución de un mayor tiempo de residencia y un mejor entremezclado a través de resistencias de circulación, preferentemente chapas deflectoras.

Según diseño del reactor, la proporción de volumen de camisa respecto a volumen de haz de tubos puede ascender en este caso aproximadamente 10 a 1 hasta aproximadamente 1 respecto a 10, el volumen de la camisa es preferentemente mayor que el volumen del haz de tubos (referido al contenido de los tubos).

La descarga de calor del reactor se ajusta con un correspondiente agente refrigerante, a modo de ejemplo con agua, de modo que la temperatura de reacción dentro de un corredor se sitúe aproximadamente en 25 hasta aproximadamente 45°C, en especial en aproximadamente 30 hasta aproximadamente 38, en especial a aproximadamente 33 hasta aproximadamente 35°C.

De la columna de burbujas con circulación en bucles se descarga continuamente un producto. El producto presenta una temperatura en el intervalo de las temperaturas de reacción citadas anteriormente, a modo de ejemplo una temperatura de aproximadamente 35°C. El producto se enfría a través de uno o varios cambiadores de calor, en especial a través de uno o varios cambiadores de calor de placas. En este caso se emplea, a modo de ejemplo, una refrigeración de disolución salina. La temperatura del producto tras enfriamiento debía ascender aproximadamente a 0 hasta 10, en especial a 1 hasta aproximadamente 5°C. El producto se transporta preferentemente a un depósito de almacenaje, que presenta una función de tampón. Adicionalmente, el producto en el depósito de almacenaje se puede enfriar ulteriormente, o bien mantener a una temperatura de almacenaje apropiada, a modo de ejemplo, mediante descarga continua de una corriente parcial del depósito de almacenaje a un cambiador de calor apropiado, a modo de ejemplo a un cambiador de calor de placas. Es absolutamente posible que en el depósito de almacenaje tenga lugar una reacción subsiguiente.

La recirculación del producto en el depósito de almacenaje se puede efectuar en principio de manera arbitraria. No obstante, en algunos casos se ha mostrado ventajoso que el producto se recircule en el depósito de almacenaje a través de un sistema constituido por una o varias toberas, de modo que dentro del depósito de almacenaje tenga lugar un correspondiente entremezclado del producto almacenado.

Del depósito de almacenaje se descarga además producto en un depósito de estabilizador de manera continua. En éste se mezcla el producto con un ácido apropiado, a modo de ejemplo con H_2SO_4 . En este caso, el catalizador se desactiva y la mezcla de reacción se ajusta a un valor de pH de aproximadamente 1 a aproximadamente 3, en especial aproximadamente 2. Como ácido es apropiado en especial ácido sulfúrico, a modo de ejemplo ácido sulfúrico con un contenido de aproximadamente un 90 a aproximadamente un 105 %, en especial de aproximadamente un 93 a aproximadamente un 98 % de H_2SO_4 .

El producto estabilizado se extrae del depósito de estabilizador y se traslada a la etapa de purificación. En este caso, una parte del producto extraído, estabilizado, se puede recircular al depósito de estabilizador de modo que se garantice un entremezclado suficiente del depósito a través de un sistema constituido por una o varias toberas.

Elaboración de ACH

En el ámbito de un elemento de procedimiento ulterior, que se puede emplear en relación con la presente invención, la acetonecianhidrina, que se obtuvo en una etapa previa, a modo de ejemplo a partir de la reacción de acetona con ácido cianhídrico, se somete a una elaboración por destilación. En este caso, la acetonecianhidrina cruda estabilizada se libera de componentes de bajo punto de ebullición a través de una columna correspondiente. Un procedimiento de destilación apropiado se puede llevar a cabo, a modo de ejemplo, a través de solo una columna. No obstante, es igualmente posible emplear una combinación de dos o más columnas de destilación también en combinación con un evaporador molecular por gravedad, en el ámbito de una purificación correspondiente de acetonecianhidrina cruda. Además se pueden combinar entre sí dos o más evaporadores moleculares por gravedad, o también dos o más columnas de destilación.

Por regla general, la acetonecianhidrina cruda llega del almacenaje a la destilación con una temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 15°C, a modo de ejemplo una temperatura de aproximadamente 5 a aproximadamente 10°C. En principio, la acetonecianhidrina cruda se puede introducir directamente en la columna. No obstante, en algunos casos ha dado buen resultado que la acetonecianhidrina cruda, fría, absorba primeramente una parte del calor del producto ya purificado por destilación a través de un cambiador de calor. Por lo tanto, en el ámbito de otra forma de realización del procedimiento descrito en este caso, la acetonecianhidrina cruda se calienta a una temperatura de aproximadamente 60 a aproximadamente 80°C a través de un cambiador de calor.

La purificación por destilación de acetocianhidrina se efectúa a través de una columna de destilación, preferentemente con más de 10 platos, o a través de una cascada de dos o más columnas de destilación correspondientemente apropiadas. El calentamiento de la cola de la columna se efectúa preferentemente con vapor. Se ha mostrado ventajoso que la temperatura de la cola no sobrepase una temperatura de 140°C, se han podido obtener buenos rendimientos y una buena purificación si la temperatura de cola no es mayor que aproximadamente 130°C, o no es más elevada que aproximadamente 110°C. En este caso, los datos de temperatura se refieren a la temperatura de pared de la cola de la columna.

La acetocianhidrina cruda se alimenta al cuerpo de la columna en el tercio superior de la columna. La destilación se lleva a cabo preferentemente a presión reducida, a modo de ejemplo a una presión de aproximadamente 50 hasta aproximadamente 900 mbar, en especial aproximadamente 50 a aproximadamente 250 mbar, y con buenos resultados entre 50 y aproximadamente 150 mbar.

En la cola de la columna se extraen impurezas gaseosas, en especial acetona y ácido cianhídrico, las sustancias gaseosas separadas se enfrían a través de un cambiador de calor o una cascada de dos o más cambiadores de calor. En este caso se emplea preferentemente una refrigeración de disolución salina con una temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 10°C. En este caso se da la oportunidad de condensar a las sustancias de contenido gaseosas de los vapores. La primera etapa de condensación puede tener lugar, a modo de ejemplo, a presión normal. No obstante, es igualmente posible, y en algunos casos se ha mostrado ventajoso que esta primera etapa de condensación se efectúe bajo presión reducida, preferentemente a la presión que predomina en el ámbito de la destilación. El condensado se conduce ulteriormente a un depósito colector refrigerado, y se recoge en el mismo a una temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 15°C, en especial de aproximadamente 5 a aproximadamente 10°C.

Los compuestos gaseosos que no se condensan en el ámbito del primer paso de condensación se eliminan del espacio de presión negativa a través de una bomba de vacío. En este caso, en principio es empleable cualquier bomba de vacío. No obstante, en muchos casos se ha mostrado ventajoso emplear una bomba de vacío que no conduzca a la introducción de impurezas líquidas en la corriente gaseosa debido a su modo de construcción. Por lo tanto, en este caso se emplean preferentemente, a modo de ejemplo, bombas de vacío que funcionan en seco.

La corriente gaseosa que se evapora en el lado de presión de la bomba se conduce a través de un cambiador de calor ulterior, que se enfría preferentemente a una temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 15°C con una disolución salina. En este caso, las sustancias de contenido que se condensan se recogen igualmente en un depósito colector, que captura los condensados obtenidos ya bajo las condiciones de vacío. La condensación llevada a cabo en el lado de presión de la bomba de vacío se puede efectuar, a modo de ejemplo, a través de un cambiador de calor, pero también con una cascada de dos o más cambiadores de calor dispuestos paralelamente en serie. Las sustancias gaseosas remanentes tras este paso de condensación se descargan y se alimentan a cualquier otra utilización, a modo de ejemplo una utilización térmica.

Los condensados reunidos se pueden utilizar ulteriormente de manera igualmente arbitraria. No obstante, bajo puntos de vista económicos se ha mostrado extremadamente ventajoso devolver los condensados a la reacción para la obtención de acetocianhidrina. Esto se efectúa preferentemente en uno o varios puntos, que posibilitan el acceso a la columna de burbujas con circulación en bucles. Los condensados pueden presentar en principio cualquier composición, en tanto no interfieran en la obtención de acetocianhidrina. No obstante, en muchos casos la cantidad predominante de condensado estará constituida por acetona y ácido cianhídrico, a modo de ejemplo en una proporción molar de aproximadamente 2 : 1 a aproximadamente 1 : 2, frecuentemente en una proporción de aproximadamente 1 : 1.

La acetocianhidrina obtenida a partir de la cola de la columna de destilación se enfría primeramente a través de un primer cambiador de calor mediante la acetocianhidrina cruda alimentada, fría, a una temperatura de aproximadamente 40 a aproximadamente 80°C. A continuación, la acetocianhidrina se enfría a una temperatura de aproximadamente 30 a aproximadamente 35°C a través de al menos un cambiador de calor ulterior, y en caso dado se almacena provisionalmente.

Amidación

En el ámbito de un elemento de procedimiento ulterior, como está previsto frecuentemente en la obtención de ácido metacrílico o de ésteres de ácido metacrílico, se somete acetocianhidrina a una hidrólisis. En este caso se forma metacrilamida como producto en diferentes etapas de temperatura, tras una serie de reacciones.

La reacción se ocasiona, de modo conocido por el especialista, mediante una reacción entre ácido sulfúrico concentrado y acetoncianhidrina. La reacción es exotérmica, de modo que se descarga ventajosamente calor de reacción del sistema.

5 También en este caso, la reacción se puede llevar a cabo de nuevo en procedimiento por cargas o en procedimiento continuo. Este último se ha mostrado ventajoso en muchos casos. En tanto la reacción se lleve a cabo en el ámbito de un procedimiento continuo, el empleo de columnas de burbujas con circulación en bucles ha dado buen resultado. La reacción se puede efectuar, a modo de ejemplo, en solo una columna de burbujas con circulación en bucles. No obstante, puede ser ventajoso llevar a cabo la reacción en una cascada de dos o más columnas de burbujas con circulación en bucles.

10 En el ámbito del procedimiento descrito, una columna de burbujas con circulación en bucles presenta uno o varios puntos de alimentación para acetoncianhidrina, uno o varios puntos de alimentación para ácido sulfúrico concentrado, uno o varios separadores de gas, uno o varios cambiadores de calor, y uno o varios mezcladores, y frecuentemente una bomba como medio de transporte.

15 La hidrólisis de acetoncianhidrina con ácido sulfúrico para dar metacrilamida, como ya se ha descrito, es exotérmica. No obstante, el calor de reacción producido en el ámbito de la reacción se debe extraer del sistema al menos sensiblemente, ya que el rendimiento desciende con temperatura creciente en la reacción. En principio es posible conseguir una descarga rápida y extensa del calor de reacción con cambiadores de calor correspondientes. No obstante, también puede ser desfavorable enfriar la mezcla en exceso, ya que es necesaria una transferencia de calor suficiente para un intercambio correspondiente en los cambiadores de calor. Ya que la viscosidad de la mezcla
20 aumenta en gran medida con temperatura descendente, por una parte se dificulta la circulación en, o bien el paso a través de la columna de burbujas con circulación en bucles, por otra parte ya no se puede garantizar una descarga suficiente de la energía de reacción del sistema.

Además, temperaturas demasiado bajas en la mezcla de reacción pueden conducir a una cristalización de
25 sustancias de contenido de la mezcla de reacción en los cambiadores de calor. De este modo se empeora adicionalmente la transferencia de calor, por lo cual se puede registrar una clara disminución de rendimiento. Además, la columna de burbujas con circulación en bucles no se puede cargar con las cantidades de reactivos óptimas, de modo que se resiente la eficiencia del procedimiento en total.

En el ámbito de un acondicionamiento del procedimiento, a partir de una corriente de acetoncianhidrina se introduce
30 una parte, de modo preferente aproximadamente dos tercios hasta aproximadamente tres cuartos de la corriente volumétrica, en una primera columna de burbujas con circulación en bucles. Una primera columna de burbujas con circulación en bucles presenta preferentemente uno o varios cambiadores de calor, una o varias bombas, uno o varios elementos de mezclado, y uno o varios separadores de gas. Las corrientes de circulación que recorren la primera columna de burbujas con circulación en bucles se sitúan preferentemente en el intervalo de
35 aproximadamente 50 a 650 m³/h, preferentemente en un intervalo de 100 a 500 m³/h, y además preferentemente en un intervalo de aproximadamente 150 a 450 m³/h. En al menos una columna de burbujas con circulación en bucles adicional que sigue a la primera columna de burbujas con circulación en bucles, las corrientes de circulación se sitúan preferentemente en un intervalo de aproximadamente 40 a 650 m³/h, preferentemente en un intervalo de 50 a 500 m³/h, y además preferentemente en un intervalo de aproximadamente 60 a 350 m³/h. Además, como diferencia de temperaturas a través del cambiador de calor son preferentes aproximadamente 1 a 20°C, siendo especialmente
40 preferentes aproximadamente 2 a 7°C.

La alimentación de acetoncianhidrina se puede efectuar en principio en cualquier punto en la columna de burbujas con circulación en bucles. No obstante, se ha mostrado ventajoso que la alimentación se efectúe en un elemento de mezclado, a modo de ejemplo en un mezclador con partes móviles o un mezclador estático, o en un punto convenientemente entremezclado. La alimentación de ácido sulfúrico se efectúa ventajosamente antes de la adición
45 de acetoncianhidrina. No obstante, por lo demás es igualmente posible introducir el ácido sulfúrico en cualquier punto en la columna de burbujas con circulación en bucles.

La proporción de reactivos en la columna de burbujas con circulación en bucles se controla de modo que se presente un exceso de ácido sulfúrico. Respecto a la proporción molar de sustancias de contenido, el exceso de ácido sulfúrico asciende aproximadamente a 1,8 : 1 hasta aproximadamente 3 : 1 en la primera columna de burbujas, y a aproximadamente 1,3 : 1 hasta aproximadamente 2 : 1 en la última columna de burbujas con
50 circulación en bucles.

En algunos casos se ha mostrado ventajoso realizar la reacción en la columna de burbujas con circulación en bucles con un exceso tal. En este caso, el ácido sulfúrico puede servir, a modo de ejemplo, como disolvente, y mantener reducida la viscosidad de la mezcla de reacción, mediante lo cual se puede garantizar una descarga más elevada de

calor de reacción, y una menor temperatura de la mezcla de reacción. Esto puede traer consigo claras ventajas de rendimiento. La temperatura en la mezcla de reacción asciende aproximadamente a 90 hasta aproximadamente 120°C.

5 La descarga de calor se garantiza a través de uno o varios cambiadores de calor en la columna de burbujas con
 10 circulación en bucles. En este caso se ha mostrado ventajoso que los cambiadores de calor dispongan de un
 sistema de sensores apropiado para el ajuste del rendimiento de refrigeración, para impedir una refrigeración
 demasiado fuerte de la mezcla de reacción por los motivos citados anteriormente. A modo de ejemplo, puede ser
 ventajoso medir puntual o continuamente la transferencia de calor en el cambiador de calor o en los cambiadores de
 15 calor, y adaptar el rendimiento de refrigeración de los cambiadores de calor a la misma. Esto se puede efectuar, a
 modo de ejemplo, a través del propio agente refrigerante. También es igualmente posible alcanzar un calentamiento
 correspondiente de la mezcla de reacción mediante variación correspondiente de la adición de reactivos, y mediante
 la generación de más calor de reacción. También es concebible una combinación de ambas posibilidades. La
 columna de burbujas con circulación en bucles debía disponer además de al menos un separador de gas. Por una
 parte, a través del separador de gas se extrae producto formado continuamente de la columna de burbujas con
 20 circulación en bucles. Por otra parte, los gases formados en el ámbito de la reacción se pueden extraer del espacio
 de reacción de este modo. Como gas se forma principalmente monóxido de carbono, el producto extraído de la
 columna de burbujas con circulación en bucles se traslada preferentemente a una segunda columna de burbujas con
 circulación en bucles. En esta segunda columna de burbujas con circulación en bucles, la mezcla de reacción que
 contiene ácido sulfúrico y amida de ácido metacrílico, como se obtuvo mediante la reacción en la primera columna
 25 de burbujas con circulación en bucles, se hace reaccionar con la corriente parcial remanente de acetonehidrina.
 En este caso, el exceso de ácido sulfúrico de la primera columna de burbujas con circulación en bucles, o al menos
 una parte de ácido sulfúrico excedente, reacciona con la acetonehidrina bajo formación ulterior de amida de ácido
 metacrílico. La puesta en práctica de la reacción en dos o más columnas de burbujas con circulación en bucles
 presenta la ventaja de que, debido al exceso de ácido sulfúrico en la primera columna de burbujas con circulación
 30 en bucles, se puede mejorar la bombeabilidad de la mezcla de reacción, y con ella la transferencia de calor, y en último
 término el rendimiento. En la segunda columna de burbujas con circulación en bucles está dispuesto a su vez al
 menos un elemento de mezclado, al menos un cambiador de calor y al menos un separador de gas. Del mismo
 modo, la temperatura de reacción en la segunda columna de burbujas con circulación en bucles asciende a
 aproximadamente 90 hasta aproximadamente 120°C.

30 El problema de la bombeabilidad de la mezcla de reacción, de la transferencia de calor, y de una temperatura de
 reacción lo más reducida posible, se plantea en cada columna de burbujas con circulación en bucles adicional
 exactamente como en la primera. Por lo tanto, de modo ventajoso, también la segunda columna de burbujas con
 circulación en bucles dispone de un cambiador de calor, cuyo rendimiento de refrigeración se puede regular
 mediante un sistema de sensores apropiado.

35 La alimentación de acetonehidrina se efectúa a su vez en un elemento de mezclado apropiado, preferentemente
 en un mezclador estático o en un punto convenientemente entremezclado.

El producto se extrae del separador, en especial separador de gas, de la segunda columna de burbujas con
 circulación en bucles, y se calienta a una temperatura de aproximadamente 130 a aproximadamente 180°C para la
 consecución de la reacción y para la formación de amida de ácido metacrílico.

40 El calentamiento se lleva a cabo preferentemente de modo que se alcance la temperatura máxima solo durante un
 intervalo de tiempo lo más corto posible, a modo de ejemplo durante un tiempo de aproximadamente un minuto a
 aproximadamente 30 minutos, en especial durante un tiempo de aproximadamente dos a aproximadamente ocho,
 o aproximadamente tres a aproximadamente cinco minutos. Esto se puede efectuar en principio en cualquier
 45 instalación para la consecución de tal temperatura durante un intervalo de tiempo tan corto. A modo de ejemplo,
 la alimentación de energía se puede efectuar por vía convencional mediante energía eléctrica o mediante vapor. No
 obstante, es igualmente posible alimentar la energía por medio de radiación electromagnética, a modo de ejemplo
 mediante microondas.

50 En diversos casos se ha mostrado ventajoso que el paso de calentamiento se efectúe en un cambiador de calor con
 disposición de dos o más etapas de tubos helicoidales, que se pueden presentar preferentemente en una
 disposición al menos doble, de circulación opuesta. En este caso, la mezcla de reacción se calienta rápidamente a
 una temperatura de aproximadamente 130 a 180°C.

55 El cambiador de calor se puede combinar, a modo de ejemplo, con uno o varios separadores de gas. A modo de
 ejemplo es posible conducir la mezcla de reacción a través de un separador de gas después de abandonar el primer
 tubo helicoidal en el cambiador de calor. En este caso, los componentes gaseosos producidos, a modo de ejemplo,
 durante la reacción, se pueden separar de la mezcla de reacción. Es igualmente posible tratar la mezcla de reacción

con un separador de gas después de abandonar el segundo tubo. Además se puede mostrar ventajoso tratar la mezcla de reacción con un separador de gas en ambos puntos, tanto después de abandonar el primero, como también después de abandonar el segundo tubo helicoidal.

5 La disolución de amida obtenible de este modo presenta generalmente una temperatura de más de 100°C, habitualmente una temperatura de aproximadamente 130 a 180°C.

10 Los compuestos gaseosos que se producen en el ámbito de la amidación se pueden eliminar en principio de cualquier modo, o alimentar a una elaboración ulterior. No obstante, en algunos casos puede ser ventajoso reunir los correspondientes gases en un conducto de transporte, de tal manera que se puedan cargar y así transportar ulteriormente de manera continua, o bien con presión, en caso dado si se requiere, a modo de ejemplo con presión de vapor.

Esterificación

15 Un paso ulterior que constituye un elemento de procedimiento, que se puede emplear en el ámbito de la presente invención en relación con el procedimiento según la invención, es una hidrólisis de amida de ácido metacrílico para dar ácido acrílico, y su esterificación simultánea para dar metacrilato. Esta reacción se puede llevar a cabo en una o varias calderas calentadas, a modo de ejemplo mediante vapor. En muchos casos se ha mostrado ventajoso llevar a cabo la esterificación en al menos dos calderas sucesivas, pero, a modo de ejemplo, también en tres o cuatro calderas sucesivas. En este caso se introduce una disolución de amida de ácido metacrílico en la caldera, o bien en la primera caldera de una cascada de calderas que comprende dos o más calderas.

20 Frecuentemente es preferente llevar a cabo una reacción de esterificación correspondiente con una cascada de dos o más calderas. Por lo tanto, en lo sucesivo se debe hacer referencia exclusivamente a esta variante.

25 En el ámbito del procedimiento aquí descrito se puede alimentar a una primera caldera, a modo de ejemplo, una disolución de amida, como es obtenible a partir de la reacción de amidación aquí descrita. La caldera se calienta, a modo de ejemplo, con vapor. La disolución de amida alimentada presenta generalmente una temperatura elevada, a modo de ejemplo una temperatura de aproximadamente 100 a aproximadamente 180°C, esencialmente de modo correspondiente a la temperatura de descarga de la disolución de amida de la reacción de amidación presentada anteriormente. Además se alimenta a las calderas un alcohol, que se puede emplear para la esterificación.

30 En este caso, en principio es apropiado cualquier alcohol con 1 a aproximadamente 4 átomos de carbono, que pueden ser lineales o ramificados, saturados o insaturados, siendo especialmente preferente metanol. Del mismo modo, estos alcoholes se pueden emplear junto con metacrilatos, lo que es el caso en especial en transesterificaciones.

La caldera se carga además con agua, de modo que en suma domina una concentración de agua en la caldera de aproximadamente un 13 a aproximadamente un 26 % en peso, en especial aproximadamente un 18 a aproximadamente un 20 % en peso.

35 La cantidad de disolución de amida y de alcohol se regula de tal manera que domine una proporción molar total de amida respecto a alcohol de aproximadamente 1 : 1,4 hasta aproximadamente 1 : 1,6. El alcohol se puede distribuir en la caldera de cascadas de modo que, en el primer reactor, la proporción molar asciende aproximadamente a 1 : 1,1 hasta aproximadamente 1 : 1,4, y en las siguientes etapas de reacción, respecto a la corriente de amida total, se pueden ajustar proporciones molares de aproximadamente 1 : 0,05 a aproximadamente 1 : 0,3. El alcohol alimentado en la esterificación se puede componer de "alcohol fresco", así como alcohol de corrientes de reciclaje de etapas de elaboración y, en caso necesario, también de corrientes de reciclaje de procesos posteriores de la combinación de producción.

40 La carga de la primera caldera con agua se puede efectuar en principio de modo que se alimenta agua a la caldera desde cualquier fuente, en tanto este agua no presente sustancias de contenido que puedan influir en la reacción de esterificación o en las siguientes etapas de proceso. A modo de ejemplo, se puede alimentar a la caldera agua completamente desalinizada o agua de pozo. No obstante, es igualmente posible alimentar a la caldera una mezcla de agua y compuestos orgánicos, como se producen, a modo de ejemplo, en la purificación de ácido metacrílico o metacrilatos. En el ámbito de una forma preferente de realización del procedimiento aquí presentado, las calderas se cargan al menos parcialmente con una mezcla de agua y tales compuestos orgánicos.

50 Emplear una cascada de dos o más calderas en el ámbito de la reacción de esterificación, las sustancias gaseosas producidas, en especial los metacrilatos, se pueden extraer en principio de cualquier caldera aislada, y alimentar a una purificación. No obstante, en algunos casos se ha mostrado ventajoso alimentar los productos gaseosos de la

primera caldera primeramente a la segunda caldera de reacción, en el caso de una cascada de dos o más calderas, sin que los compuestos gaseosos de la primera caldera se alimenten directamente a una purificación. Este modo de proceder ofrece la ventaja de no tener que combatir el desarrollo de espuma, frecuentemente intenso, mediante antiespumado técnico costoso. En el caso de una alimentación en cascada de sustancias gaseosas de la primera caldera a la segunda caldera, la espuma formada en la primera caldera, y arrastrada en caso dado, entra fácilmente en el espacio de reacción de la segunda caldera. Ya que en ésta la formación de espuma es claramente más reducida por regla general, no se tiene que eliminar la espuma técnicamente.

La segunda caldera dispuesta tras la primera caldera recoge ahora por una parte el rebose de la primera caldera, por otra parte se alimenta con las sustancias gaseosas formadas en la primera caldera, o presentes en la primera caldera. La segunda caldera y las siguientes eventualmente se cargan asimismo con metanol. En este caso es preferente que la cantidad de metanol de caldera a caldera descienda en al menos un 10 %, referido respectivamente a la caldera previa. La concentración de agua en la segunda caldera, así como en las calderas ulteriores, se puede diferenciar de la concentración de la primera caldera, aunque las diferencias de concentración son reducidas frecuentemente.

Los vapores producidos en la primera caldera se descargan de la caldera y se introducen en la cola de una columna de destilación.

Si la esterificación se lleva a cabo con una cascada de tres o más calderas, el rebose de la caldera se traslada respectivamente a una tercera caldera, y el rebose de la tercera caldera se traslada, en caso dado, a una cuarta caldera. Las demás calderas se calientan con vapor del mismo modo. La temperatura en las calderas 3, y en caso dado 4, se ajusta a aproximadamente 120°C hasta aproximadamente 140°C.

Los vapores que se desprenden de las calderas se introducen en una columna de destilación, efectuándose esto preferentemente en la zona inferior de la columna de destilación. Los vapores comprenden una mezcla azeotrópica de soporte-vapor, metacrilato y alcohol, y presentan, según alcohol empleado, una temperatura de aproximadamente 60 a aproximadamente 120°C, a modo de ejemplo aproximadamente 70 a aproximadamente 90°C, en el caso de empleo de metanol. En la columna de destilación, el metacrilato se separa en forma gaseosa de los componentes de vapor que entran en ebullición a temperaturas más elevadas. Las fracciones de punto de ebullición elevado (principalmente ácido metacrílico, hidroxisisobutirano y agua) se alimentan a la primera caldera de reacción. El metacrilato formado se extrae en la cabeza de la columna y se enfría a través de un cambiador de calor o una cascada de dos o más cambiadores de calor. En algunos casos ha dado buen resultado efectuar el enfriamiento de metacrilato a través de al menos dos cambiadores de calor, efectuando un primer cambiador de calor con agua la condensación y un enfriamiento a una temperatura de aproximadamente 60 a aproximadamente 30°C, mientras que un segundo cambiador de calor, refrigerado con disolución salina, efectúa un enfriamiento a aproximadamente 5 hasta aproximadamente 15°C. Del condensado refrigerado con agua se puede introducir en las columnas una corriente parcial como reflujo para el control de concentración de la columna. No obstante, es igualmente posible enfriar el metacrilato formado a través de una cascada de dos o más cambiadores de calor. En este caso es posible, a modo de ejemplo, efectuar en primer lugar una refrigeración a través de dos cambiadores de calor conectados en serie, refrigerados con agua, y obtener una refrigeración ulterior a continuación a través de un correspondiente cambiador de calor refrigerado con disolución salina.

A modo de ejemplo, en el ámbito del procedimiento aquí presentado, el metacrilato formado se puede enfriar en estado gaseoso a través de un primer cambiador de calor con refrigeración de agua. A continuación, tanto las sustancias condensadas, como también las sustancias no condensadas, se conducen ulteriormente a un segundo cambiador de calor, donde tiene lugar una condensación adicional a través de refrigeración de agua. En este punto, a modo de ejemplo, las sustancias gaseosas se pueden trasladar ahora a un cambiador de calor separado, refrigerado con disolución salina. El condensado en este cambiador de calor refrigerado con disolución salina se añade a continuación a la corriente de destilado, mientras que las sustancias gaseosas remanentes se pueden utilizar ulteriormente o alimentar a una descarga. El condensado de metacrilato del segundo cambiador de calor refrigerado con agua se enfría ahora a una temperatura de menos de 15°C, de modo preferente aproximadamente 8 a aproximadamente 12°C en un cambiador de calor refrigerado con agua o con disolución salina. Este paso de refrigeración puede conducir a que el metacrilato formado presente un contenido en ácido fórmico claramente más reducido que el que se daría sin el correspondiente paso de refrigeración. El condensado refrigerado se traslada a continuación a un separador de fases. En este caso, la fase orgánica (metacrilato) se separa de la fase acuosa. La fase acuosa, que puede presentar, además de agua, aún un contenido en compuestos orgánicos, en especial alcohol, del paso de destilación, se puede seguir utilizando, en principio, a voluntad. No obstante, como ya se ha descrito anteriormente, puede ser preferente devolver esta mezcla de agua y compuestos orgánicos de nuevo al proceso de esterificación, efectuándose una alimentación a la primera caldera de reacción.

La fase orgánica separada se alimenta a un lavador. En éste se lava el metacrilato con agua desmineralizada. La fase acuosa precipitada, que contiene una mezcla de agua y compuestos orgánicos, en especial alcohol, se puede

seguir utilizando a su vez, en principio a voluntad. No obstante, bajo puntos de vista económicos es ventajoso devolver esta fase acuosa de nuevo al paso de esterificación, alimentándose la misma, a modo de ejemplo, a la primera caldera.

5 Ya que los metacrilatos presentan una fuerte tendencia a la polimerización, en muchos casos es ventajoso procurar que se impida tal polimerización en el ámbito de la esterificación de ácido metacrílico.

10 En instalaciones para la obtención de ácido metacrílico o metacrilato, la polimerización tiene lugar frecuentemente si el ácido metacrílico o los metacrilatos presentan por una parte una velocidad de circulación reducida, de modo que se puedan formar localmente zonas de reposo, en las que se puede ajustar un contacto prolongado durante más tiempo entre ácido metacrílico o metacrilato y un iniciador de polimerización, que puede conducir a la polimerización en consecuencia.

15 Para evitar un comportamiento de polimerización correspondiente, puede ser ventajoso llevar a cabo una optimización del flujo de sustancias, de modo que, por una parte, la velocidad de metacrilato o de ácido metacrílico, en lo posible en todos los puntos en el sistema, sea tan elevada que se minimice el número de zonas de reposo. Además, puede ser ventajoso mezclar la corriente de ácido metacrílico, o bien metacrilato, con estabilizadores apropiados, de modo que se suprima sensiblemente una polimerización.

Con este fin, en el ámbito del procedimiento aquí presentado, en principio se pueden mezclar las corrientes de sustancias con estabilizadores, de modo que tenga lugar la menor polimerización posible en el propio sistema. A tal efecto se abastece de estabilizadores correspondientes en especial la parte de la instalación en la que el ácido metacrílico, o bien el metacrilato, se presenta en concentración elevada durante o tras la destilación.

20 A modo de ejemplo, se ha mostrado razonable alimentar un estabilizador en la cabeza de la columna de destilación, a la corriente de metacrilato extraída en la misma. Además, se ha mostrado ventajoso lavar con una disolución de estabilizador en metacrilato aquellas partes de la instalación en las que circula ácido metacrílico o metacrilato con una temperatura de más de aproximadamente 20°C, preferentemente con una temperatura en el intervalo de aproximadamente 20 a aproximadamente 120°C. A modo de ejemplo, una parte del condensado producido en los
25 cambiadores de calor se devuelve a la cabeza de la columna de destilación junto con un estabilizador apropiado, de modo que la cabeza de la columna, en su lado interno, se pulveriza continuamente con metacrilato estabilizado o ácido metacrílico estabilizado. Esto se efectúa preferentemente de modo que en la cabeza de la columna no se puedan formar zonas de reposo, en las que es de temer una polimerización de ácido metacrílico o metacrilato. Los propios cambiadores de calor se pueden cargar igualmente, de modo correspondiente, con una disolución
30 estabilizada de ácido metacrílico o metacrilato, de modo que tampoco en este caso se puedan formar zonas de reposo.

En el ámbito del procedimiento aquí presentado se ha mostrado además ventajoso conducir, a modo de ejemplo, los gases de escape de procesos precedentes que contienen monóxido de carbono, en especial del paso de amidación, junto con vapor a través de la instalación de esterificación. De este modo se efectúa una nueva reunión de la mezcla gaseosa de compuestos, que se pueden separar como producto sólido o como líquido. Por otra parte, éstos se reunen en un punto central, y se pueden alimentar a una utilización o eliminación ulterior.

35 La MMA obtenida, o bien el metacrilato obtenido, o el ácido metacrílico obtenido en el ámbito de la esterificación y la subsiguiente purificación, se alimentan a continuación a un tratamiento ulterior. De la esterificación resulta como sustancia residual remanente ácido sulfúrico diluido, que se puede alimentar igualmente a una utilización ulterior.

40 Purificación previa de éster o de ácido.

En el ámbito del procedimiento aquí presentado, el objeto de la presente invención se puede emplear también en relación con un procedimiento para la purificación previa de ácido metacrílico o metacrilato, como se describe en el siguiente elemento de procedimiento. De este modo, en principio se somete ácido metacrílico crudo o un metacrilato
45 crudo a una purificación ulterior, para llegar a un producto lo más puro posible. A modo de ejemplo, tal purificación, que representa un elemento de procedimiento ulterior, puede ser de una etapa. No obstante, en muchos casos se ha mostrado ventajoso que tal purificación comprenda al menos dos etapas, eliminándose en una primera purificación previa, como se describe en este caso, los componentes de bajo punto de ebullición del producto. A tal efecto se traslada metacrilato crudo, o bien ácido metacrílico crudo, en primer lugar a una columna de destilación, en la que se pueden separar los componentes de bajo punto de ebullición y agua. A tal efecto, el metacrilato crudo se alimenta a
50 una columna de destilación, llevándose a cabo la adición aproximadamente en la mitad superior de la columna. La cola de la columna se calienta con vapor, por ejemplo de tal manera que se alcance una temperatura de pared de aproximadamente 50 a aproximadamente 120°C. La purificación se lleva a cabo bajo vacío. De modo preferente, la presión dentro de la columna asciende aproximadamente 100 hasta aproximadamente 600 mbar en el caso del

éster. De modo preferente, la presión dentro de la columna asciende aproximadamente a 40 hasta aproximadamente 300 mbar en el caso del ácido.

5 En la cabeza de la columna se extraen los componentes de bajo punto de ebullición. Estos pueden ser en especial, a modo de ejemplo, éter, acetona y formiato de metilo. Los vapores se condensan a continuación a través de uno o
10 varios cambiadores de calor. A modo de ejemplo, en algunos casos ha dado buen resultado llevar a cabo primeramente una condensación a través de dos cambiadores de calor conectados en serie, refrigerados con agua. No obstante, es igualmente posible emplear también solo un cambiador de calor en este punto. Los cambiadores de calor se accionan preferentemente en estado vertical para el aumento de la velocidad de flujo y para evitar la
15 formación de fases estacionarias, siendo preferente obtener una humectación lo más completa posible. Tras el cambiador de calor refrigerado con agua o los cambiadores de calor refrigerados con agua puede estar conectado un cambiador de calor refrigerado con disolución salina, pero también es posible conectar posteriormente una cascada de dos o más cambiadores de calor refrigerados con disolución salina. En la cascada de cambiadores de calor se condensan los vapores, se dotan de estabilizador, y se alimentan, a modo de ejemplo, a un separador de fases. Ya que los vapores pueden contener también agua, una fase acuosa, producida eventualmente, se elimina o se alimenta a una utilización ulterior. Como utilización ulterior se ofrece, a modo de ejemplo, la recirculación en una reacción de esterificación, a modo de ejemplo en una reacción de esterificación como se describió anteriormente. En este caso, la fase acuosa se devuelve preferentemente a la primera caldera de esterificación.

20 La fase orgánica separada se alimenta como reflujo a la cabeza de la columna. Una parte de la fase orgánica se puede emplear de nuevo para la pulverización de las cabezas de cambiadores de calor y de la cabeza de la columna. Ya que en el caso de la fase orgánica separada se trata de una fase que está mezclada con estabilizador, de este modo se puede impedir eficazmente, por una parte, la formación de zonas de reposo. Por otra parte, la presencia de estabilizador ocasiona una inhibición ulterior de la tendencia a la polimerización.

25 Preferentemente, la corriente de condensado obtenida a partir de los cambiadores de calor se mezcla además con agua desmineralizada, de modo que se pueda obtener una acción de separación suficiente en el separador de fases.

Los compuestos gaseosos que permanecen en la cascada de intercambiadores de calor tras la condensación se pueden someter de nuevo a una condensación a través de uno o varios cambiadores de calor posteriores, preferentemente por medio de inyector de vapor. En este caso, bajo puntos de vista económicos se ha mostrado
30 ventajoso condensar no solo las sustancias gaseosas de la purificación previa en el ámbito de tal condensación subsiguiente. A modo de ejemplo, es posible alimentar a tal condensación subsiguiente otras sustancias gaseosas, como resultan de la purificación principal de metacrilatos. La ventaja de tal tipo de procedimiento consiste, a modo de ejemplo, en que una fracción de metacrilato, que no se condensó en el ámbito de la etapa de purificación principal, se puede trasladar de nuevo a la columna de purificación a través del separador de fases en el ámbito de la purificación previa. A modo de ejemplo se garantiza que pueda tener lugar una maximización de rendimiento, y se presenten pérdidas de metacrilato lo más reducidas posible. Además, mediante la selección apropiada del diseño y del funcionamiento de este cambiador de calor ulterior se puede ajustar la composición del gas de escape que abandona este cambiador de calor, en especial el contenido en productos de bajo punto de ebullición.

40 Debido a la alimentación de agua en el ámbito de la purificación previa de metacrilato, el contenido en agua en la esterificación y la concentración de componentes de bajo punto de ebullición en el metacrilato de metilo crudo aumentan continuamente. Para evitar esto puede ser ventajoso excluir del sistema una parte del agua alimentada al sistema, preferentemente de manera continua. Este esclusado se puede efectuar en principio, a modo de ejemplo, en un orden de magnitud en el que se alimenta agua al sistema en la purificación previa. La fase acuosa separada en el separador de fases presenta habitualmente un contenido en sustancias constitutivas orgánicas. Por lo tanto, puede ser ventajoso alimentar este agua a una forma de eliminación, que utiliza este contenido en sustancias orgánicas.

45 A modo de ejemplo puede ser ventajoso añadir con mezclado al espacio de combustión un agua cargada de tal manera con sustancias orgánicas en el ámbito de un procedimiento de disociación de ácido sulfúrico. Debido a las sustancias de contenido oxidables se puede utilizar aún su valor calorífico, al menos parcialmente. Además, de este modo se evita con frecuencia una eliminación, posiblemente costosa, del agua cargada con sustancias orgánicas.

Purificación fina de metacrilato

Para la purificación fina de metacrilato, el metacrilato crudo, purificado previamente, se somete a una nueva destilación. En este caso, el metacrilato crudo se libera de sus componentes de punto de ebullición elevado con ayuda de una columna de destilación, y de este modo se obtiene un metacrilato puro. A tal efecto, el metacrilato

crudo se introduce ocasionalmente en la mitad inferior de una columna de destilación de modo conocido por el especialista.

La columna de destilación puede corresponder en principio a cualquier realización que el especialista considere apropiada. No obstante, para la pureza del producto obtenido, en muchos casos se ha mostrado ventajoso accionar la columna de destilación con una o varias empaquetaduras, que corresponden a las siguientes especificaciones:

por una parte, en las columnas, así como en los otros conductos inundados con metacrilato, se deben formar la menor cantidad posible de los denominados "espacios muertos". Los espacios muertos conducen a un tiempo de residencia de ácido metacrílico relativamente largo, que favorece su polimerización. Esto conduce a su vez a costosas interrupciones de producción y a purificaciones de las partes correspondientes a las que se añadió polímero. La formación de espacios muertos se puede combatir, entre otras maneras, cargándose las columnas siempre con una cantidad suficiente de líquido, tanto mediante diseño, como también mediante un modo de operación apropiado de las mismas, de modo que se obtenga una circulación permanente de las columnas, y en especial de los elementos de inserción de columnas, como empaquetaduras. De este modo, las columnas pueden presentar dispositivos de instalación que son diseñados para la pulverización de elementos de inserción de columnas. Además, los elementos de inserción de columnas pueden estar unidos entre sí de apenas se produzcan, o mejor no se produzcan espacios muertos. A tal efecto, los elementos de inserción de columnas pueden estar unidos entre sí o con la columna a través de rebabas de adherencia ininterrumpidas. Tales rebabas de adherencia presentan al menos aproximadamente 2, preferentemente al menos aproximadamente 5, y de modo especialmente preferente al menos aproximadamente 10 interrupciones sobre 1 m de longitud de rebaba de adherencia. La longitud de estas interrupciones se puede seleccionar de modo que éstas constituyan al menos aproximadamente un 10, de modo preferente al menos un 20, y de modo especialmente preferente al menos aproximadamente un 50 %, pero en general no más de un 95 % de la longitud de rebaba de adherencia. Otra medida constructiva puede consistir en, en las zonas internas de las columnas, en especial las que entran en contacto con el metacrilato, menos de aproximadamente un 50 %, de modo preferente menos de aproximadamente un 25 %, y de modo especialmente preferente menos de aproximadamente un 10 % de todas las superficies, en especial de elementos de inserción de columnas, sean horizontales. A modo de ejemplo, los apoyos que desembocan en el interior de la columna pueden ser cónicos, o estar configurados con superficies oblicuas. Además, una medida puede consistir en mantener lo más reducida posible la cantidad líquida de metacrilato que se encuentra en la cola de la columna durante el funcionamiento de la columna, y evitar por otra parte un calentamiento excesivo de esta cantidad, a pesar de temperaturas moderadas y grandes superficies de evaporación durante la evaporación. En este caso puede ser ventajoso que la cantidad de líquido en la cola de la columna se sitúe en el intervalo de aproximadamente un 0,1 a un 15 %, y de modo preferente aproximadamente un 1 a un 10 % de la cantidad total de metacrilato en la columna. Las medidas propuestas en este párrafo se pueden aplicar también en la destilación de ácido metacrílico.

En el ámbito de la purificación de metacrilato, sus componentes de punto de ebullición elevado se separan del producto mediante destilación. A tal efecto, la cola de la columna se calienta con vapor. En este caso, la temperatura de cola asciende de modo preferente a aproximadamente 50 hasta aproximadamente 80°C, en especial aproximadamente 60 a aproximadamente 75°C, en el caso de temperatura de pared de menos de aproximadamente 120°C.

El material que se produce en la cola de la columna se descarga preferentemente de manera continua y se enfría a una temperatura en un intervalo de aproximadamente 40 a aproximadamente 80°C, de modo preferente aproximadamente 40 a aproximadamente 60°C, y de modo especialmente preferente en un intervalo de aproximadamente 50 a 60°C, a través de un cambiador de calor o una cascada de varios cambiadores de calor.

Este material, que contiene predominantemente metacrilato, hidroxisobutirato, ácido metacrílico y componentes estabilizadores, a modo de ejemplo, se elimina o se alimenta a otro empleo a continuación a través de un depósito de reserva. En muchos casos se ha mostrado ventajoso devolver a la reacción de esterificación el material obtenido en la cola de la columna. A modo de ejemplo, el material de la cola de la columna se devuelve en este caso a la primera caldera de esterificación. De esto resulta la ventaja de que los compuestos de punto de ebullición más elevado, contenidos en la cola de la columna, se devuelven a la reacción de esterificación con respecto a un régimen lo más rentable posible y a un rendimiento lo más elevado posible.

En la cola de la columna se extrae el metacrilato purificado por destilación, y éste se enfría a través de un cambiador de calor o una cascada de dos o más cambiadores de calor. En este caso, el calor de los vapores se puede descargar mediante cambiadores de calor refrigerados con agua, o mediante cambiadores de calor refrigerados con disolución salina, o mediante una combinación de ambos. En algunos casos ha dado buen resultado trasladar los vapores de la columna de destilación a dos o más cambiadores de calor conectados en paralelo, que se accionan por medio de refrigeración de agua. Las fracciones no condensadas de los cambiadores de calor refrigerados con agua se pueden introducir, a modo de ejemplo, en un cambiador de calor refrigerado con disolución salina, o en una cascada de dos o más cambiadores de calor refrigerados con disolución salina, que pueden estar dispuestos en

serie o en paralelo. Los condensados obtenibles a partir de los cambiadores de calor se introducen en un depósito colector y se alimentan a un depósito de tampón por medio de una bomba a través de un cambiador de calor ulterior, o una cascada de dos o más cambiadores de calor ulteriores. En este caso, la corriente de condensado se enfría a una temperatura en un intervalo de aproximadamente 0 a aproximadamente 20°C, de modo preferente aproximadamente 0 a aproximadamente 15°C, y de modo especialmente preferente en un intervalo de aproximadamente 2 a 10°C, a modo de ejemplo a través de una cascada de dos o más cambiadores de calor refrigerados con agua y uno o dos cambiadores de calor refrigerados con disolución salina.

De la corriente de condensado se extrae una corriente parcial, que se devuelve a la columna de destilación a través de la cabeza de la columna. En este caso, la alimentación de la corriente de condensado en la cabeza de la columna se puede efectuar en principio de modo arbitrario, por ejemplo a través de distribuidores. No obstante, puede ser ventajoso alimentar, a modo de ejemplo introducir por pulverización una parte de la corriente de condensado en el conducto de vapores por encima de la cabeza de la columna. Además es preferente que se introduzca estabilizador en la cabeza de la columna con esta alimentación.

Una corriente parcial ulterior del condensado previsto para la recirculación en la columna se puede desviar, a modo de ejemplo antes de la introducción en el conducto de vapores, e introducir directamente en la cabeza de la columna. También en este caso es preferente que se introduzca estabilizador en la cabeza de la columna con esta alimentación. En este caso, la introducción en la cabeza de la columna se puede efectuar, por ejemplo, de modo que el interior de la cabeza de la columna se pulverice con el condensado de modo que no se puedan formar zonas de reposo en la cabeza de la columna, en las que se pueda efectuar una polimerización de metacrilato. Además puede ser ventajoso añadir un estabilizador a una corriente parcial de condensado, que se devuelve a la columna, para la inhibición de la polimerización. Esto se puede realizar, a modo de ejemplo, añadiéndose a la corriente parcial de condensado, prevista para la pulverización de la cabeza de la columna, una cantidad correspondiente de inhibidor de polimerización como estabilizador. En algunos casos se ha mostrado ventajoso que la corriente parcial de condensado, tras la adición de estabilizador, pero antes de la entrada en la cabeza de la columna, atraviese un dispositivo de mezclado apropiado, preferentemente un mezclador estático, para obtener una distribución lo más uniforme posible de estabilizador en la corriente parcial de condensado.

Las sustancias gaseosas no condensables que se producen en el ámbito del procedimiento de purificación se alimentan, a modo de ejemplo, a la eliminación.

El producto crudo que se encuentra en el depósito de tampón se mantiene a una temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 20°C, de modo preferente aproximadamente 0 a aproximadamente 15°C, y de modo especialmente preferente en un intervalo de aproximadamente 2 a 10°C, con ayuda de un refrigerador de disolución salina.

En caso dado, para eliminar impurezas ulteriores del producto y para llegar a metacrilatos de alquilo de pureza elevada, el producto se puede someter aún a una etapa de purificación por adsorción. En este caso, a modo de ejemplo ha dado buen resultado purificar el producto puro por completo, o al menos una parte del producto puro, con ayuda de un tamiz molecular. Especialmente las impurezas ácidas, en especial ácido fórmico formado en el ámbito del procedimiento de obtención, se puede eliminar fácilmente de la corriente de producto de este modo. Además, en algunos casos ha dado buen resultado que la corriente de producto, tras el paso a través de la etapa de purificación por adsorción, atraviese aún uno o varios filtros para eliminar materiales sólidos, en caso dado contenidos en el producto.

Las corrientes de sustancias que se producen en el ámbito de la elaboración comprenden predominantemente compuestos polimerizables. Para suprimir la formación de zonas de reposo, como se describe ya varias veces en el ámbito de este texto, también en el caso del procedimiento aquí descrito se ha mostrado ventajoso que las partes de la instalación que entran en contacto con metacrilato estén permanentemente inundadas con metacrilato. Por lo tanto, en el ámbito de otra forma de realización del procedimiento aquí descrito se extrae una corriente parcial de metacrilato tras el depósito de tampón, pero antes de la etapa de purificación por adsorción, para sumergir las zonas de cabeza de aquellos cambiadores de calor que absorben los vapores procedentes de la columna de destilación.

El producto obtenido en el ámbito de la etapa de purificación se extrae a continuación de la etapa de purificación con una temperatura en un intervalo de aproximadamente -5 a aproximadamente 20°C, de modo preferente aproximadamente 0 a aproximadamente 15°C, y de modo especialmente preferente en un intervalo de aproximadamente 2 a 10°C.

Rectificación del ácido consumido

En el ámbito del procedimiento aquí presentado, a modo de ejemplo en un elemento de procedimiento ulterior puede ser razonable someter a una purificación el ácido sulfúrico consumido, producido en el procedimiento, para devolverlo de nuevo al procedimiento. En este caso, a modo de ejemplo una corriente con ácido sulfúrico consumido, como se puede obtener de la esterificación, se puede cargar con vapor en un depósito de flotación. En este caso, al menos una parte de las sustancias sólidas se pueden precipitar en la superficie del líquido, pudiéndose eliminar del circuito estas sustancias sólidas precipitadas. A continuación, los vapores se condensan en un cambiador de calor, preferentemente con refrigeración de agua, se enfrían, y se devuelven a la reacción de esterificación.

En algunos casos, para la reducción de la corrosión en los cambiadores de calor, y para la mejora ulterior de la acción refrigerante, se ha mostrado ventajoso introducir en los cambiadores de calor una mezcla de agua y compuestos orgánicos, como se obtiene en el ámbito de la esterificación en la purificación del metacrilato obtenido mediante lavado, de tal manera que las cabezas de los cambiadores de calor se pulvericen con esta mezcla. Además de la acción reductora de corrosión y de la refrigeración del ácido en el cambiador de calor, este modo de proceder presenta una ventaja adicional. El material que procede de la esterificación (una mezcla de agua y predominantemente alcohol) se devuelve al proceso de esterificación junto con el ácido metacrílico y el metacrilato, procedentes igualmente de este proceso. Mediante la flotación descrita anteriormente, en la columna de rectificación se obtienen mezclas de ácido y sustancias sólidas. Tras su separación, éstas se alimentan a cualquier otro empleo o a la eliminación. A modo de ejemplo es posible incinerar la mezcla obtenida en una instalación de disociación, y de este modo generar de nuevo ácido sulfúrico y recuperar una parte de la energía empleada en el proceso.

Los compuestos no condensables gaseosos, producidos en la rectificación, se alimentan a cualquier empleo ulterior o se eliminan.

La instalación aquí descrita para la eliminación de sustancias sólidas del ácido consumido, así como para la recirculación de material del proceso de esterificación al mismo proceso, también se puede realizar doblemente por motivos de seguridad de trabajo. De este modo, los dos o más depósitos de flotación se pueden emplear con un desfase temporal. Ya que las sustancias sólidas pueden sedimentar en estos depósitos, es ventajoso eliminar las mismas cuando el respectivo depósito de flotación no está en uso.

Lo anterior se explica ahora más detalladamente por medio de dibujos y ejemplos no limitantes. Muestran esquemáticamente:

la fig. 1: una red de instalación para la obtención y elaboración de ácido metacrílico, o bien metacrilato de metilo,

la fig. 2: una instalación para la obtención de acetonehidrina,

la fig. 3: una instalación de elaboración de acetonehidrina,

la fig. 4: una instalación de amidación,

la fig. 5: una instalación de esterificación,

la fig. 6: una instalación para la purificación previa de éster,

la fig. 7: una instalación de purificación fina de éster,

la fig. 8: una sección de la fig. 5.

En la fig. 1 se muestran los elementos preferentes de una red de instalación 1 para la obtención de ácido metacrílico, o bien metacrilatos, y sus productos de elaboración subsiguiente. La red de instalación 1 presenta diversas instalaciones unidas entre sí, en la mayor parte de los casos en conducción fluidica, como elementos de esta combinación. A esta red de instalación pertenece la obtención de acetonehidrina 20, seguida de la elaboración de acetonehidrina 30, seguida de una amidación 40, seguida de una esterificación/hidrólisis 50/50a), seguida de una elaboración para éster o ácido metacrílico 60, seguida a su vez de una purificación fina 70, tras la cual se presenta el éster, en la mayor parte de los casos metacrilato de metilo, o ácido metacrílico. El éster puro/ácido puro obtenido de este modo se puede alimentar a una instalación de elaboración ulterior 80. Como instalaciones de elaboración ulterior 80 entran en consideración sobre todo dispositivos de polimerización y reactores para reacciones orgánicas ulteriores. En los reactores de polimerización se pueden obtener polimetacrilatos, y en los reactores para reacciones orgánicas se pueden hacer reaccionar los monómeros puros aquí obtenidos para dar otros compuestos orgánicos. A la instalación de elaboración ulterior o las instalaciones de

5 elaboración ulterior 80 se conecta una confección 90. En tanto en el caso de los productos de elaboración
 subsiguiente se trate de polímeros de ácido metacrílico o metacrilato, en especial metacrilato de metilo, éstos se
 elaboran ulteriormente para dar fibras, masas de moldeo, en especial granulado, láminas, placas, piezas de
 10 automóvil, y otros cuerpos moldeados, mediante aparatos apropiados, como extrusoras, extrusoras de soplado,
 aparatos de moldeo por inyección, toberas de hilatura y similares. Además, la red de instalación 1 contiene en
 muchos casos una instalación de ácido sulfúrico 100. En este caso, en principio entran en consideración todas las
 instalaciones de ácido sulfúrico que el especialista considere apropiadas. A modo de ejemplo, en este contexto
 remítase al capítulo 4, páginas 89 y siguientes, en "Integrated Pollution Prevention and Control-Draft Reference
 15 Document on Best Available Techniques for the Manufacture of Large Volume Inorganic Chemicals – Amonia Acids
 and Fertilizers", accesible a través de la Comisión Europea. La instalación de ácido sulfúrico 100 está conectada a
 una serie de instalaciones adicionales. De este modo, la obtención de acetoncianhidrina 20 se abastece de ácido
 sulfúrico concentrado a través de un conducto de ácido sulfúrico 2. Además, existe un conducto de ácido sulfúrico 3
 adicional entre la instalación de ácido sulfúrico 100 y la amidación 40. El ácido sulfúrico diluido, denominado también
 "ácido donador", de la esterificación 50 (hidrólisis 50a), se traslada a la instalación de ácido sulfúrico 100 a través de
 20 los conductos para ácido sulfúrico consumido 4, o bien 5. En la instalación de ácido sulfúrico 100 se puede elaborar
 el ácido sulfúrico diluido. La elaboración de ácido sulfúrico diluido se puede efectuar, a modo de ejemplo, como se
 describe en los documentos WO 02/23088 A1 o WO 02/23089 A1. En general, las instalaciones son realizadas a
 partir de materiales comunes por el especialista, y apropiados para las respectivas reivindicaciones. En la mayor
 parte de los casos se trata de acero refinado, que debe poseer en especial una resistencia a ácido especial. Las
 25 zonas de las instalaciones que se accionan con ácido sulfúrico, y en especial con ácido sulfúrico concentrado, están
 revestidas y protegidas además con materiales cerámicos o materiales sintéticos. Además, el ácido metacrílico
 obtenido en la instalación de ácido metacrílico 50a se puede alimentar a la purificación previa 60 a través de un
 conducto de ácido metacrílico 6. Además, ha dado buen resultado añadir un estabilizador, caracterizado con "S", en
 la obtención de acetoncianhidrina 20, la amidación 40, la esterificación 50, la hidrólisis 50a, la purificación previa 60,
 y también la purificación final 70.

En la obtención de acetoncianhidrina 20 representada en la figura 2, se pone a disposición la acetona en un depósito
 de acetona 21, y el ácido cianhídrico en un depósito de ácido cianhídrico 22. El depósito de acetona 21 presenta una
 torre de lavado 23, que presenta uno o varios elementos refrigeradores 24 en su zona superior. En la torre de lavado
 30 23 desemboca una serie de conductos de gas de escape 25, que proceden de diversas instalaciones de la red de
 planta 1. En una columna de burbujas con circulación en bucles 26 se alimenta la acetona a través del conducto de
 alimentación de acetona 27 y el ácido cianhídrico a través del conducto de alimentación de ácido cianhídrico 28. Con
 la corriente del conducto de alimentación de ácido cianhídrico 28 se encuentra una bomba 29, seguida a su vez de
 una alimentación de catalizador 210, a la que se conecta un mezclador estático 211. A éste se conecta un
 35 cambiador de calor 212, que presenta una serie de resistencias de circulación 213 y al menos un conducto de
 refrigeración 214. En la columna de burbujas con circulación en bucles 26, la mezcla de reacción, constituida por
 acetona, ácido cianhídrico y catalizador, se conduce en una parte considerable en un circuito que está caracterizado
 por líneas gruesas. A partir del cambiador de calor 212 se conduce la mezcla de reacción a través de las
 resistencias de circulación a lo largo de los conductos de refrigeración 214, y una parte de corriente de circulación se
 40 conduce a un cambiador de calor ulterior 215, al que se conecta un depósito colector 216, en el que se encuentra
 una tobera 217 como parte de un circuito de circulación 218 con un cambiador de calor 219, mediante lo cual el
 producto de reacción se mantiene en movimiento por una parte, y frío por otra parte. A través de un conducto de
 descarga 220 que sigue al depósito colector 216 está conectado un depósito de estabilizador 221, en el que
 desemboca un conducto de alimentación de ácido sulfúrico 222, y a partir del cual la acetoncianhidrina cruda se
 conduce a través del conducto de descarga 223 a la elaboración de acetoncianhidrina 30.

45 En la figura 3, el conducto de descarga 223 procedentes de la obtención de cianhidrina 20 desemboca en un
 cambiador de calor 31, en el que se calienta la corriente procedente de la obtención de ciano 20. Al cambiador de
 calor 31 se conecta un conducto de alimentación de vapores 32, que desemboca en la zona superior,
 preferentemente en la zona de cabeza de una columna 33. La columna 33 presenta una pluralidad de
 50 empaquetaduras 34, que están configuradas como platos en la mayor parte de los casos. En la zona inferior de la
 columna 33 se encuentra la cola de la columna 35, a partir de la cual se conduce una descarga de cola 36 al
 cambiador de calor 31, y se calientan las corrientes conducidas al cambiador de calor 31 a través del conducto de
 descarga 233. Al cambiador de calor 31 sigue una guía de producto puro 37, a la que se conecta la amidación 40
 con la corriente. En la zona de cabeza de la columna 33 se encuentra un conducto de descarga de cabeza 38, que
 55 desemboca en un cambiador de calor 39, al que se conecta una bomba de vacío 310, que desemboca a su vez en
 un cambiador de calor 311. Tanto el cambiador de calor 39, como también el cambiador de calor 311, están unidos a
 través de conductos con un depósito refrigerante 312, al que se conecta una recirculación 313, que está unida a la
 columna de burbujas con circulación en bucles 26 en la obtención de acetoncianhidrina 20.

La amidación 40 representada en la fig. 4 presenta primeramente una alimentación de acetoncianhidrina 41 y una
 60 alimentación de ácido sulfúrico 42, que desembocan en una columna de burbujas con circulación en bucles 43. La
 alimentación de acetoncianhidrina 41 unida a la elaboración de acetoncianhidrina 30 desemboca en el circuito de la

columna de burbujas con circulación en bucles 43 tras una bomba 44 antes de un mezclador 45. Antes de esta bomba 44 desemboca la alimentación de ácido sulfúrico 42. Con la corriente del mezclador 45 sigue un cambiador de calor 46, que desemboca a su vez en un separador de gas 47, del que sale, por una parte, una descarga de gas 48 y una alimentación 49 a otra columna de burbujas con circulación en bucles 410. La columna de burbujas con circulación en bucles ulterior 410, o una tercera, presenta una estructura comparable a la primera columna de burbujas con circulación en bucles 43. De la columna de burbujas con circulación en bucles 410 ulterior sale un conducto de alimentación 411 a un cambiador de calor 412, al que sigue un separador de gas 413, del que parte por un lado un conducto de descarga de gas 414 y un conducto de amida 415, que conduce a la instalación de esterificación/saponificación 50/MAS 50a.

La figura 5 muestra la esterificación 50, en la que desembocan un conducto de disolvente 51, que transporta agua y disolvente orgánico, y un conducto de amida 52 unido a la amidación 40, en una caldera 53 que es calentable mediante una calefacción de caldera 54. En la caldera 53 desemboca además un conducto de alcohol 55 caracterizado con línea discontinua. El conducto de alcohol 55 desemboca tanto en la zona superior, como también en la zona inferior de la caldera 53. A través de un conducto de vapores de éster 56 caracterizado con línea de trazos y puntos, la primera caldera 53 está unida a una caldera ulterior 53', que presenta una calefacción de caldera ulterior 54'. También esta caldera ulterior 53' está unida al conducto de alcohol 55 tanto desde abajo, como también desde arriba. A la zona superior de la caldera 53' se conecta el conducto de vapores de éster 56, que desemboca en una cola 57 de una columna 58. Además, en la zona superior de la caldera 53' se encuentra un conducto para ácido sulfúrico diluido 59. Una unidad de caldera 510 encuadrada en la elipse punteada se forma por una caldera calentable 53 y 54 con conducto de alcohol 55 y conducto de vapores de éster 56. Pueden seguir una, dos o más unidades de caldera de tal naturaleza a modo de cascada, estando unida cada una de estas unidades de caldera 510 a la cola 57 de la columna 58 a través del conducto de vapores de éster 56. A partir de la cola 57 de la columna 58, un conducto de productos de punto de ebullición elevado 511 conduce además a la caldera 53, para alimentar agua y disolvente orgánico de nuevo a la esterificación. A la zona superior, preferentemente la cabeza, de la columna 58, se conecta un primer cambiador de calor 512 a través de un conducto apropiado, seguido de un separador de fases ulterior 513. Tanto en la cabeza de la columna 58, como también en el primer cambiador de calor 512, pueden estar previstas una primera alimentación de estabilizador 514 (estabilizador caracterizado con "S"), así como una alimentación de estabilizador ulterior 515, para alimentar inhibidor, o bien estabilizador, que impide una polimerización no deseada. Al separador de fases ulterior 513 se conecta un lavador 516, en cuya zona interna parte un conducto de disolvente 517, que desemboca en el conducto de disolvente 51 a través de un cambiador de calor 521. De la zona superior del lavador 516 parte un conducto de éster crudo, que desemboca en la elaboración de éster 60. El conducto de ácido donador 59, que parte de la zona superior de la caldera 53', o bien de la caldera de la última unidad de caldera 510, desemboca en un depósito de flotación 519 para la separación de sustancias sólidas, o bien componentes no solubles en el ácido donador. Del depósito de flotación 519 parte un conducto de descarga de ácido donador 520 a la instalación de ácido sulfúrico 100, así como un conducto de vapores de bajo punto de ebullición 522 que transporta componentes de bajo punto de ebullición, para la elaboración ulterior y recirculación en la esterificación.

La elaboración de éster mostrada en la figura 6 se conecta a la esterificación 50 a través de un conducto de éster crudo 61, desembocando el conducto de alimentación de éster crudo 61 en la zona media de una columna de destilación de vacío 62. Esta columna 62 presenta elementos de inserción de columna 63 y una calefacción de cola 64 dispuesta en la zona inferior de la columna 62. De la zona inferior de la columna 62, que constituye la cola de esta columna, parte un conducto de descarga de éster 65, que desemboca en la purificación fina de éster 70 y, por consiguiente, alimenta el éster crudo liberado de productos de bajo punto de ebullición a la purificación fina. En la zona superior de la columna 62, en la mayor parte de los casos en la cabeza, a través de un conducto de descarga se conecta un primer cambiador de calor 66 y uno o varios cambiadores de calor adicionales 67, en los que sigue un separador de fases 69. En el separador de fases 69 se divide la corriente 68 y la mezcla procedente del cambiador de calor 67 en componentes orgánicos y acuosos, conectándose al separador de fases 69 una recirculación 611 en la zona superior, que desemboca en la zona superior de la columna 62. En la zona inferior del separador se encuentra un conducto de descarga de agua 610, que desemboca en la esterificación 50, para alimentar de nuevo el agua separada a la esterificación. A los cambiadores de calor 66 y 67 se conecta un generador de vacío 613 a través de un conducto de vacío 612.

En la figura 7, el conducto de descarga de éster 65 procedente de la elaboración de éster 60 desemboca en una columna de destilación 71. Ésta comprende varios elementos de inserción de columna 71, así como una calefacción de cola de columna 73 en la zona inferior de la columna de destilación 71. De la zona de cabeza de la columna de destilación 71 parte un conducto de vapores de éster puro 74 a un primer cambiador de calor 75, al que siguen uno (o varios) cambiadores de calor ulteriores 76, que están unidos a un generador de vacío 717. La salida del cambiador de calor ulterior 76 presenta un conducto, del cual, por una parte, una recirculación de éster 77 desemboca en la zona superior, o bien en la cabeza de la columna de destilación 71. La recirculación de éster 77 presenta una dosificación de estabilizador 79, que está dispuesta en la recirculación de éster 77 antes de un mezclador 78. Por otra parte, del conducto del cambiador de calor ulterior 76 parte un conducto de descarga de

éster puro 710. A éste se conecta un cambiador de calor adicional 711 y otro cambiador de calor 712 en conexión en serie. A éste sigue un depósito de tamiz molecular 713, que presenta empaquetaduras de tamiz molecular 714. Purificado ulteriormente a través del tamiz molecular, el éster de pureza elevada se traslada a la instalación de elaboración subsiguiente 80 a través del conducto de descarga de éster de pureza elevada que sigue al depósito de tamiz molecular.

En relación con la sección representada en la fig. 8 de una esterificación representada en la fig. 5, en primer lugar se hace referencia a las realizaciones en la fig. 5, y éstas se complementan como sigue: en el reactor 53, que es calentable con una calefacción 54, se alimenta alcohol, preferentemente metanol, a través de un cuerpo poroso 84 configurado como frita de vidrio. El cuerpo poroso 84 puede servir también como entrada de vapor. Además se alimenta alcohol a través de una instalación de pulverización 85, que está dispuesta preferentemente como corona de pulverización en la zona de la tapa. A través de un conducto de vapores 82, el reactor 53 está unido a un ciclón 81, en el que la mezcla de gas-líquido que forma los vapores se separa en componentes gaseosos y líquidos, pudiéndose devolver los componentes líquidos al reactor a través de un conducto de productos de punto de ebullición elevado conectado con la zona inferior del ciclón 81 y la zona superior del reactor 53. Los componentes gaseosos de los vapores se alimentan a una destilación azeotrópica en una columna de destilación conectada al ciclón 81. La destilación azeotrópica se lleva a cabo por medio del vapor, alimentado en primer lugar al reactor 53 por medio de una entrada de vapor 87, o bien el cuerpo poroso 84, que se alimenta al ciclón 81, o bien a la columna 58, a través del conducto de vapores 82.

Lista de signos de referencia

20	1	Red de instalación
	2	Conducto de ácido sulfúrico
	3	Conducto de ácido sulfúrico ulterior
	4	Conducto de ácido sulfúrico consumido – éster
	5	Conducto de ácido sulfúrico consumido – ácido
25	6	Conducto de ácido metacrílico
	20	Obtención de acetonecianhidrina
	30	Elaboración de acetonecianhidrina
	40	Amidación
	50	Esterificación
30	50a	Hidrólisis
	60	Purificación previa
	70	Purificación fina
	80	Instalación de elaboración ulterior
	90	Confección
35	100	Instalación de ácido sulfúrico
	21	Depósito de acetona
	22	Depósito de ácido cianhídrico
	23	Torre de lavado

ES 2 619 642 T3

	24	Elemento refrigerante
	25	Conductos de gas de escape
	26	Columna de burbujas con circulación en bucles
	27	Conducto de alimentación de acetona
5	28	Conducto de alimentación de ácido cianhídrico
	29	Bomba
	210	Conducto de alimentación de catalizador
	211	Mezclador
	212	Cambiador de calor
10	213	Resistencia de circulación
	214	Conductos refrigerantes
	215	Cambiador de calor
	216	Depósito colector
	217	Tobera
15	218	Circuito refrigerante
	219	Cambiador de calor
	220	Conducto de descarga
	221	Depósito de estabilizador
	222	Conducto de alimentación de ácido sulfúrico
20	223	Conducto de descarga
	31	Cambiador de calor
	32	Conducto de alimentación de vapores
	33	Columna
	34	Empaquetaduras
25	35	Cola de columna con cambiador de calor
	36	Conducto de descarga de cola
	37	Guía de producto puro
	38	Conducto de descarga de cabeza
	39	Cambiador de calor
30	310	Bomba de vacío

	311	Cambiador de calor
	312	Depósito refrigerante
	313	Recirculación
	41	Alimentación de acetocianhidrina
5	42	Alimentación de ácido sulfúrico
	43	Columna de burbujas con circulación en bucles
	44	Bomba
	45	Mezclador
	46	Cambiador de calor
10	47	Separador de gas
	48	Conducto de descarga de gas
	49	Conducto de alimentación
	410	Columna de burbujas con circulación en bucles ulterior
	411	Conducto de alimentación
15	412	Cambiador de calor
	413	Separador de gas
	414	Conducto de descarga de gas
	415	Conducto de amida
	51	Conducto de disolvente
20	52	Conducto de amida
	53	Primera caldera
	54	Primera calefacción de caldera
	53'	Caldera ulterior
	54'	Calefacción de caldera ulterior
25	55	Conducto de alcohol
	56	Conducto de vapores de éster
	57	Cola de columna
	58	Columna
	59	Conducto de ácido donador
30	510	Unidad de caldera

	511	Conducto de productos de punto de ebullición elevado
	512	Cambiador de calor
	513	Separador de fases
	514	Alimentación de estabilizador
5	515	Alimentación de estabilizador ulterior
	516	Columna de extracción
	517	Conducto de disolvente
	518	Conducto de éster crudo
	519	Depósito de flotación
10	520	Conducto de descarga de ácido donador
	521	Cambiador de calor
	522	Conducto de vapores de bajo punto de ebullición
	61	Conducto de alimentación de éster crudo
	62	Columna de destilación de vacío
15	63	Elementos de inserción de columna
	64	Calefacción de cola
	65	Conducto de descarga de éster
	66	Cambiador de calor
	67	Cambiador de calor
20	68	Alimentación de agua
	69	Separador de fases
	610	Conducto de descarga de agua
	611	Recirculación
	612	Conducto de vacío
25	613	Generador de vacío
	71	Columna de destilación
	72	Elementos de inserción de columna
	73	Calefacción de cola de columna
	74	Conducto de vapores de éster puro
30	75	Primer cambiador de calor

	76	Cambiador de calor ulterior
	77	Recirculación de éster
	78	Mezclador
	79	Dosificación de estabilizador
5	710	Conducto de descarga de éster puro
	711	Cambiador de calor adicional
	712	Otro cambiador de calor
	713	Depósito de tamiz molecular
	714	Empaquetaduras de tamiz molecular
10	715	Conducto de descarga de éster de pureza elevada
	716	Conducto de productos de punto de ebullición elevado
	717	Generador de vacío
	81	Ciclón
	82	Conducto de vapores
15	83	Conducto de productos de punto de ebullición elevado
	84	Cuerpo poroso
	85	Instalación de pulverización
	86	Zona de calefacción
	87	Entrada de vapor

REIVINDICACIONES

- 1.- Un procedimiento para la obtención de metacrilatos de alquilo, que comprende como pasos:
- i) puesta a disposición de una acetonehidrina;
 - ii) puesta en contacto de la acetonehidrina con un ácido inorgánico bajo obtención de una metacrilamida;
 - 5 iii) puesta en contacto de la metacrilamida con un alcohol en presencia de un ácido inorgánico en un reactor bajo obtención de un metacrilato de alquilo;
 - iv) descarga continua de al menos una parte de metacrilato de alquilo del reactor en una columna de destilación como una corriente de vapores;
- 10 efectuándose la descarga mediante alimentación de una corriente de descarga que contiene vapor de agua en el reactor.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, siendo el ácido inorgánico ácido sulfúrico.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, alimentándose el alcohol en una zona inferior del reactor.
- 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, efectuándose la alimentación del alcohol a través de un cuerpo poroso.
- 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, alimentándose el alcohol en una zona superior del reactor.
- 15 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, efectuándose en la columna de destilación una destilación a una temperatura en un intervalo de 50 a 120°C.
- 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, efectuándose en la columna de destilación una destilación azeotrópica.
- 20 8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, devolviéndose al reactor una corriente de productos de punto de ebullición elevado a partir de la columna de destilación.
- 9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, alimentándose la corriente de vapores en un movimiento circulatorio en la columna de destilación.
- 25 10.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, atravesando la corriente de vapores un separador antes o en la columna de destilación.

Fig. 1

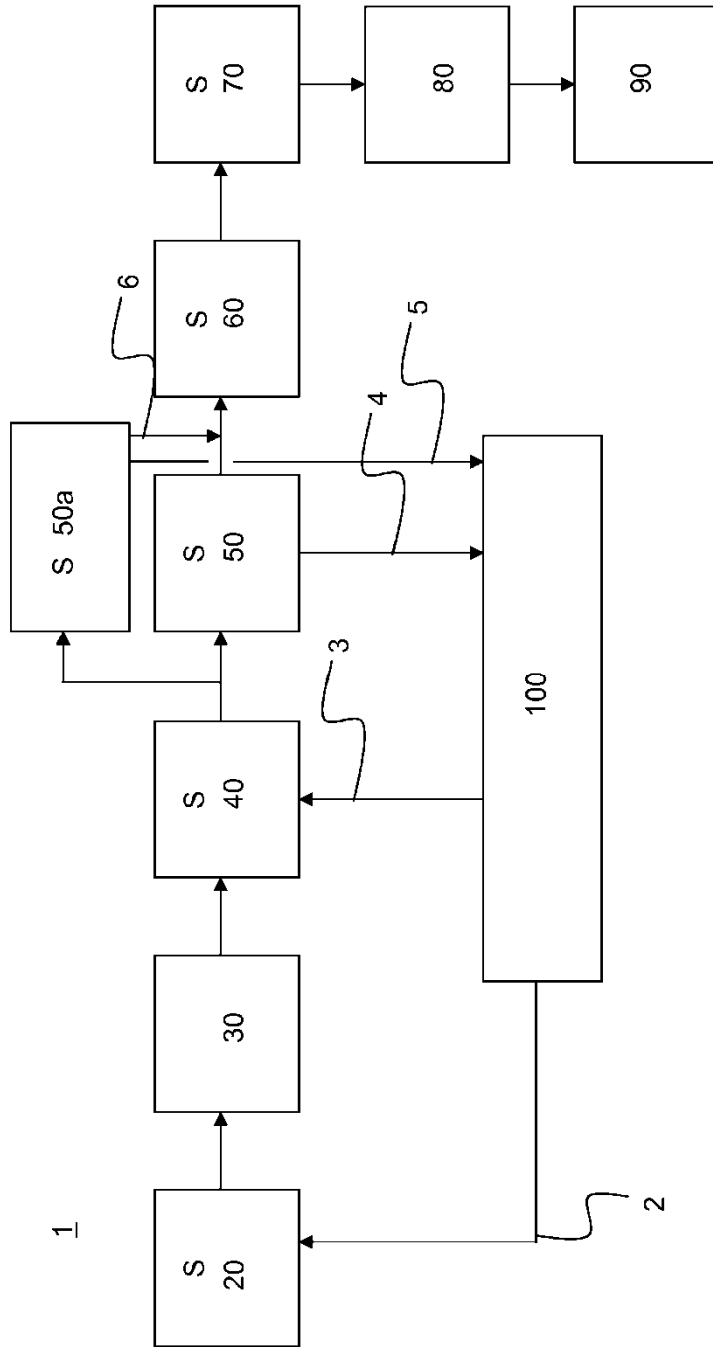


Fig. 2

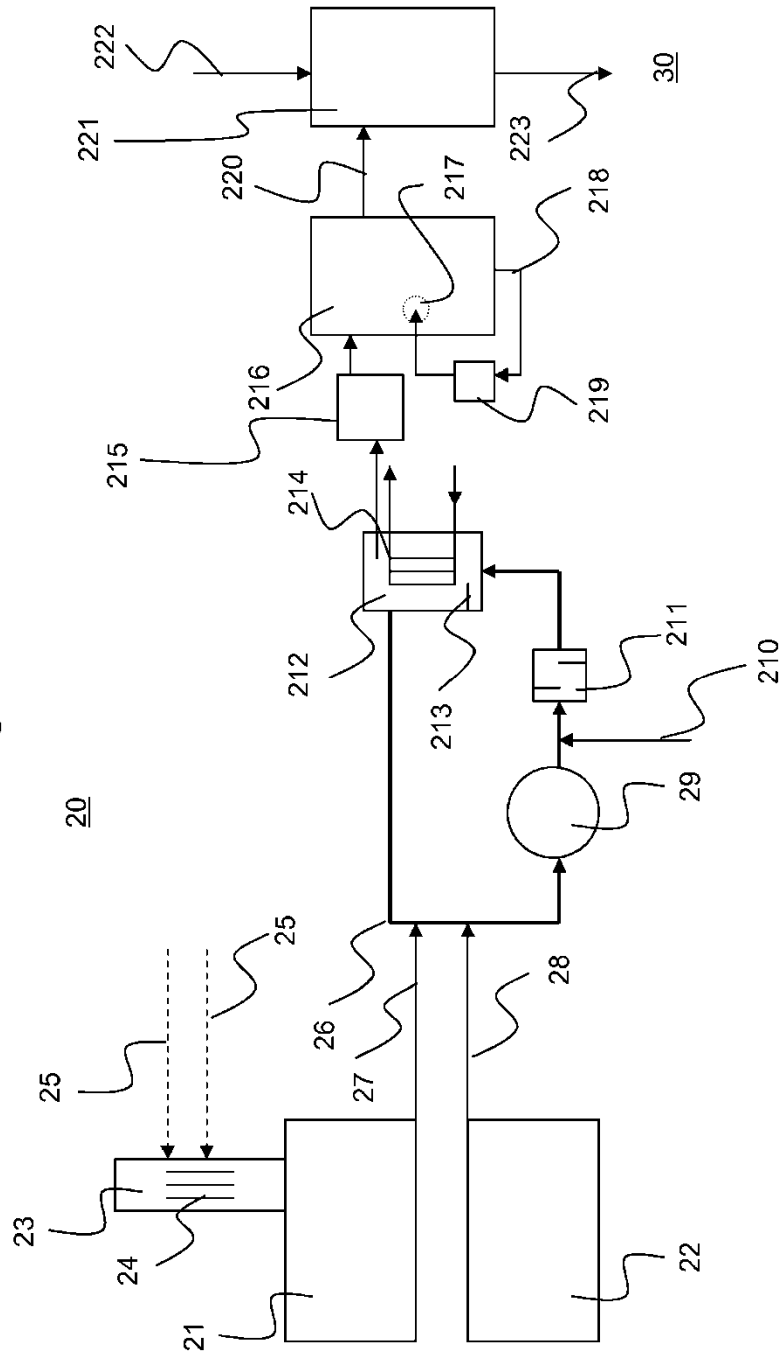


Fig. 3

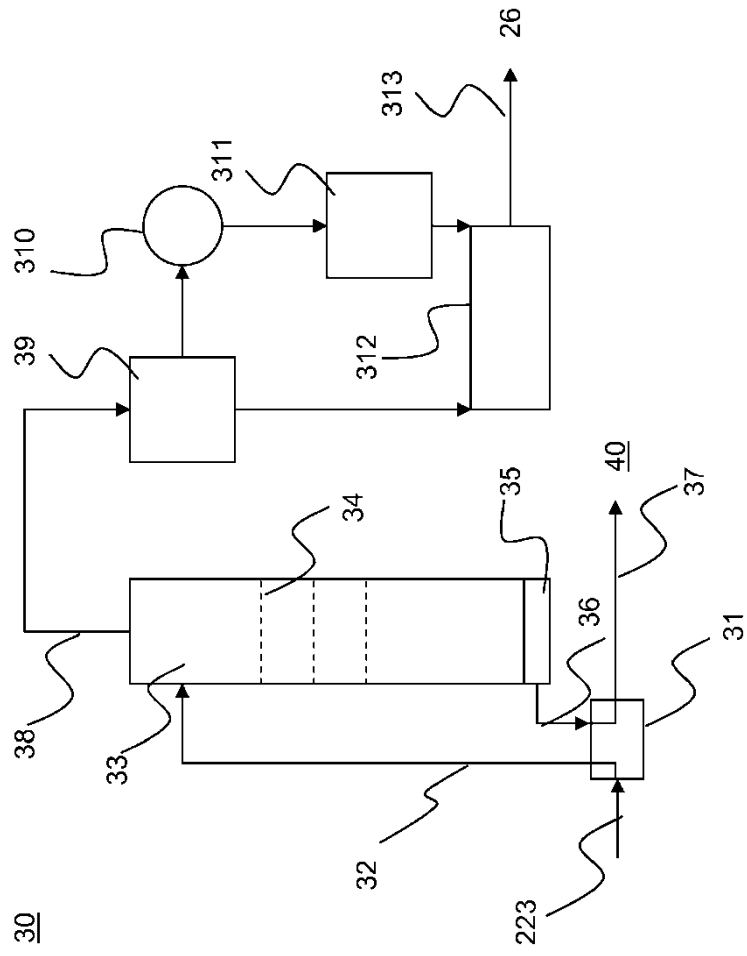


Fig. 4

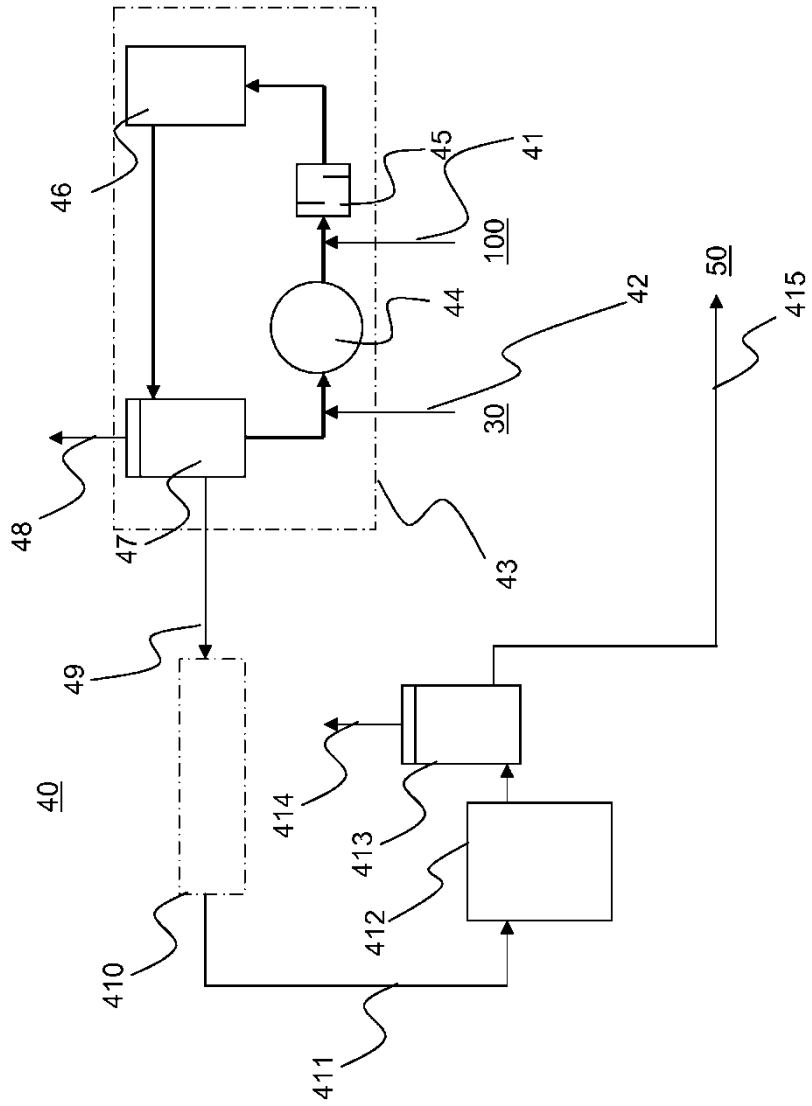
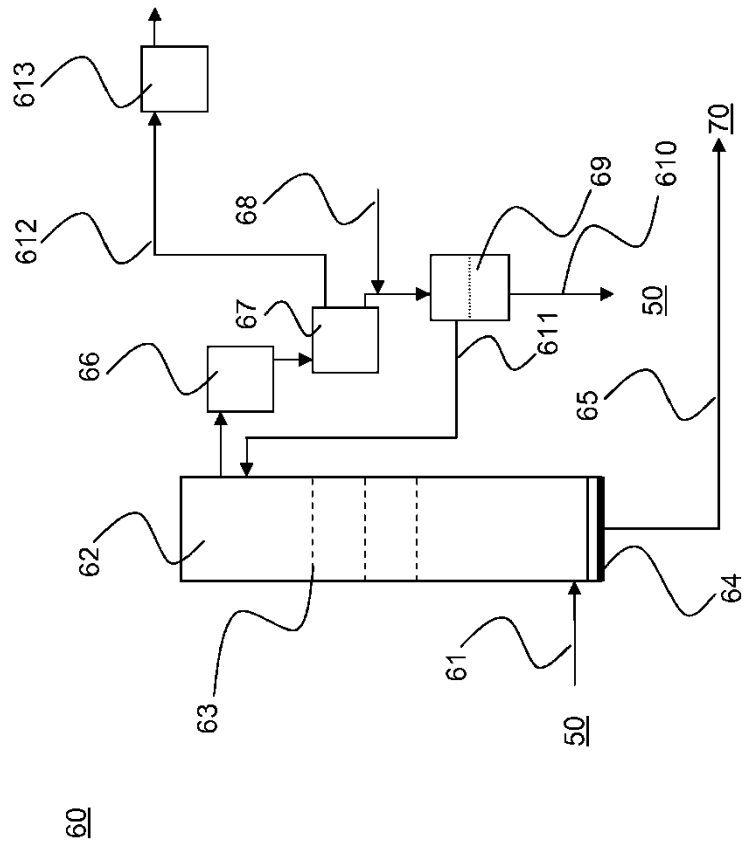


Fig. 6



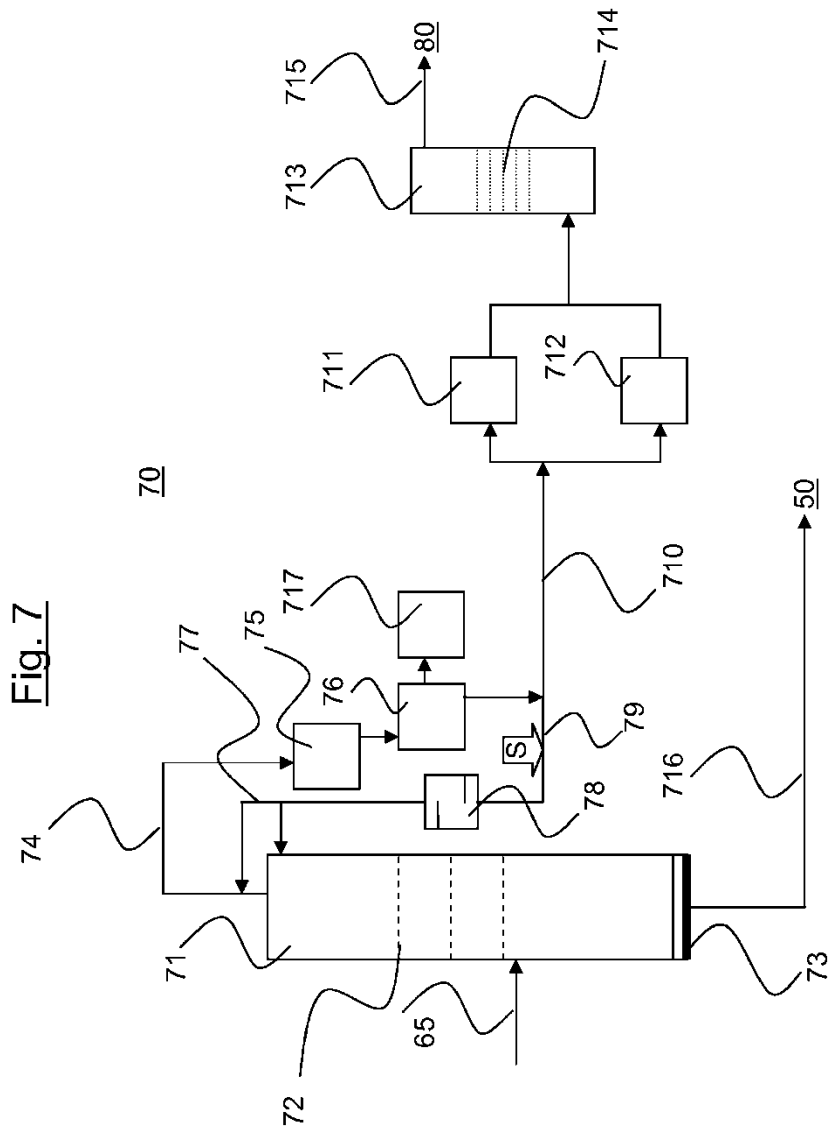


Fig. 8

