

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 639 166**

51 Int. Cl.:

| | | | |
|-------------------|-----------|--------------------|-----------|
| C07C 51/44 | (2006.01) | C07C 51/25 | (2006.01) |
| C07C 57/04 | (2006.01) | C07C 51/46 | (2006.01) |
| C07C 67/54 | (2006.01) | C07C 51/215 | (2006.01) |
| C07C 69/54 | (2006.01) | B01D 3/36 | (2006.01) |
| B01D 3/00 | (2006.01) | | |
| B01D 3/42 | (2006.01) | | |
| B08B 3/08 | (2006.01) | | |
| B01D 3/14 | (2006.01) | | |
| B01D 3/40 | (2006.01) | | |
| B08B 9/08 | (2006.01) | | |

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.09.2003 PCT/JP2003/011205**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **18.03.2004 WO04022518**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.09.2003 E 03794184 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.06.2017 EP 1535893**

54 Título: **Procedimiento para producir un compuesto de ácido (met)acrílico**

30 Prioridad:

03.09.2002 JP 2002257275

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

25.10.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás

ES 2 639 166 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 producir un compuesto de ácido (met)acrílico

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un procedimiento para la purificación mediante destilación de ácido acrílico, ácido metacrílico o sus ésteres. Particularmente, la presente invención se refiere a un método de lavado en el momento de la suspensión o reanudación del funcionamiento de una columna de destilación, que se requiere en el momento de separar y purificar mediante destilación ácido metacrílico, ácido acrílico en bruto o sus ésteres, obtenibles mediante la oxidación catalítica en fase vapor de propileno, propano o isobutileno. A continuación en el presente documento, en la presente invención, el ácido acrílico y el ácido metacrílico pueden denominarse generalmente "ácido (met)acrílico". Además, el ácido (met)acrílico y su éster pueden denominarse generalmente "un compuesto de ácido (met)acrílico".

15 **Técnica anterior**

El método de destilación es común como método para separar y purificar un monómero de acrílico tal como un compuesto de ácido (met)acrílico. En los últimos años, se ha desarrollado un material de relleno de alto rendimiento con el propósito de por ejemplo mejorar la eficacia de separación mediante destilación o aumentar la cantidad que va a tratarse y se ha empleado de manera práctica en columnas de destilación en diversos procedimientos. Sin embargo, un compuesto de ácido (met)acrílico es extremadamente polimerizable, y la formación de un polímero en una columna de destilación ha sido un problema grave en una columna de destilación de tipo bandejas convencional, particularmente en una columna de relleno de alto rendimiento.

Hasta ahora, se conoce mejorar la estructura de bandejas (por ejemplo el documento JP-A-2000-300903) como método para evitar la formación de un polímero de un compuesto de ácido (met)acrílico. Además, se ha propuesto un método de uso de un inhibidor de la polimerización especial (por ejemplo el documento JP-A-7-53449). Sin embargo, ha sido difícil realizar un funcionamiento continuo durante un largo periodo de tiempo, y se han requerido inspecciones periódicas, lavado, reparación, etc., lo que requiere la suspensión del funcionamiento.

Como método para un lavado o una reparación de este tipo, se ha propuesto un método que comprende lavar con una disolución básica de por ejemplo hidróxido de sodio o hidróxido de potasio, seguido por lavar con un disolvente (de manera particularmente preferible agua) (por ejemplo el documento JP-A-2000-319223). En un caso en el que un compuesto de ácido (met)acrílico se trata por tanto mediante una columna de destilación, es común lavar finalmente el interior con agua con el propósito de seguridad, con el fin de inspeccionar la columna de destilación durante la suspensión.

En el momento de reanudar el funcionamiento tras la finalización de la inspección, etc. de la columna de destilación lavada con agua tal como se mencionó anteriormente, si tal agua sigue quedando en el sistema, el tiempo tras la reanudación del funcionamiento hasta que la columna de destilación se estabiliza en un estado estacionario, será prolongado, y debe continuarse un estado de composición de funcionamiento no estacionario. Se ha encontrado que la continuación de este estado no estacionario da lugar a la polimerización del compuesto de ácido (met)acrílico que es una sustancia polimerizable.

Por tanto, el objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para lavar una columna de destilación para separar y purificar un compuesto de ácido (met)acrílico en bruto. Particularmente, en un procedimiento para producir un compuesto de ácido (met)acrílico, es proporcionar un método para limpiar la columna de destilación de manera eficaz en un tiempo corto y recuperar una sustancia valiosa, utilizando una sustancia usada en un procedimiento antes y después de la columna de destilación.

Divulgación de la invención

Como resultado de un amplio estudio para solucionar los problemas anteriores, los presentes inventores han encontrado diversos hechos tales como los siguientes, y han realizado la presente invención;

(1) El material obstructor en la columna de destilación está compuesto principalmente por un polímero ácido formado mediante polimerización de un compuesto de ácido (met)acrílico, y se disolverá o hinchará fácilmente con agua alcalina.

(2) Para retirar un componente alcalino, es eficaz lavar con agua.

(3) Si el agua está presente en una cantidad sustancial en la columna de destilación, tras la reanudación del funcionamiento, llevará un largo tiempo hasta que el funcionamiento esté en un estado de funcionamiento estacionario.

(4) En un periodo inestable tras la reanudación del funcionamiento, la formación del polímero es sustancial.

(5) La formación del polímero puede suprimirse de manera notable eliminando el agua en la columna de destilación.

5 (6) Una sustancia usada en un procedimiento antes o después de la columna de destilación, puede utilizarse de manera eficaz como agente de deshidratación.

(7) Si sigue quedando un componente alcalino, el compuesto de ácido (met)acrílico puede descomponerse.

10 Concretamente, la esencia de la presente invención reside en un procedimiento para producir un compuesto de ácido (met)acrílico que comprende destilar ácido acrílico, ácido metacrílico o un éster de los mismos en una columna de destilación para obtener un compuesto de ácido (met)acrílico purificado, caracterizado porque en el transcurso del funcionamiento de la columna de destilación, incluyendo la suspensión y reanudación del funcionamiento, la columna de destilación se lava con agua y, después de eso, se realiza una destilación azeotrópica en presencia del
15 disolvente orgánico, en el que la columna de destilación lavada con agua se lava después de eso con un disolvente orgánico.

Breve descripción de los dibujos

20 La figura 1 es un ejemplo de un diagrama de flujo de procedimiento para producir ácido acrílico usando propileno como material de partida.

La figura 2 es otro ejemplo de un diagrama de flujo de procedimiento para producir ácido acrílico usando propileno como material de partida.

25 La figura 3 es otro ejemplo de un diagrama de flujo de procedimiento para producir ácido acrílico usando propileno como material de partida.

30 La figura 4 es un ejemplo de un diagrama de flujo de procedimiento para producir un éster de ácido acrílico.

La figura 5 es un ejemplo de una columna de destilación para un compuesto de ácido (met)acrílico en bruto y sus instalaciones secundarias.

35 Descripción de símbolos de referencia

A: Columna de recogida de ácido acrílico

B: Columna de deshidratación

40 C: Columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición (columna de separación de ácido acético)

D: Columna de separación de compuestos de alto punto de ebullición (columna de purificación de ácido acrílico)

45 E: Reactor de descomposición de compuestos de alto punto de ebullición

F: Columna de destilación que tiene la columna de deshidratación B y la columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición (columna de separación de ácido acético) C unidas en una columna

G: Columna de desorción

50 H: Columna de eliminación de compuestos de alto punto de ebullición

K: Columna de recuperación de disolvente

55 L: Reactor de esterificación

M: Columna de separación de ácido acrílico

60 N: Reactor de descomposición de compuestos de alto punto de ebullición

Q: Columna de extracción de alcohol

P: Columna de recuperación de alcohol

65 R: Columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición

S: Columna de purificación de éster

Mejor modo de llevar a cabo la invención

5 La mezcla que va a tratarse mediante destilación en la presente invención es ácido acrílico, ácido metacrílico o sus ésteres, es decir compuestos de ácido (met)acrílico. Por ejemplo, puede mencionarse el ácido acrílico que se obtiene mediante oxidación catalítica en fase vapor de propileno en presencia de un catalizador de óxido compuesto de tipo Mo-Bi para formar acroleína, seguido por oxidación catalítica en fase vapor en presencia de un catalizador de óxido compuesto de tipo Mo-V. En tal caso, el procedimiento puede ser una reacción de dos etapas en la que se
10 llevan a cabo en reactores independientes una reacción preliminar de oxidación de propileno para formar principalmente acroleína y una reacción posterior de oxidación de acroleína para formar principalmente ácido acrílico, respectivamente, o una reacción de una etapa en la que se rellena simultáneamente un reactor con un catalizador para la reacción preliminar y el catalizador para la reacción posterior para llevar a cabo las reacciones. Además, la presente invención también puede aplicarse a un procedimiento para producir ácido acrílico, que puede obtenerse mediante oxidación en fase vapor de propano por medio de un catalizador de óxido compuesto de tipo Mo-V-Te o un catalizador de óxido compuesto de tipo Mo-V-Sb. Además, puede mencionarse un éster de ácido acrílico o un éster de ácido metacrílico que puede obtenerse en una etapa de producción de un éster de este tipo usando ácido (met)acrílico como material de partida.

20 El éster de ácido acrílico puede ser, por ejemplo, acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de isobutilo, acrilato de terc-butilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de 2-hidroxietilo, acrilato de 2-hidroxipropilo o acrilato de metoxietilo. También con respecto al éster de ácido metacrílico, pueden mencionarse compuestos similares.

25 La mezcla de reacción de la oxidación catalítica en fase vapor mencionada anteriormente se absorbe en agua para obtener una disolución acuosa que contiene ácido (met)acrílico. Una disolución acuosa de este tipo se concentra en presencia de un agente azeotrópico tal como un alcohol, una cetona o un hidrocarburo aromático, por lo que puede obtenerse ácido (met)acrílico en bruto. Como agente azeotrópico, se prefieren particularmente metil etil cetona, metil isobutil cetona, benceno, tolueno o acetato de isopropilo.

30 Tales compuestos de ácido (met)acrílico no purificado incluyen impurezas de alto punto de ebullición tales como un dímero y trímero de ácido (met)acrílico, sus productos esterificados, anhídrido maleico, benzaldehído, ácido β -hidroxipropiónico, ésteres del ácido β -hidroxipropiónico, ácido β -alcoxipropiónico y ésteres del ácido β -alcoxipropiónico. El contenido del compuesto de ácido (met)acrílico que va a suministrarse a la columna de destilación es habitualmente de al menos el 2% en peso, preferiblemente al menos el 5% en peso, más
35 preferiblemente al menos el 10% en peso, en la presente invención. A pesar de la baja concentración del compuesto de ácido (met)acrílico, tales impurezas y (o) una composición mixta formada junto con agua, son a menudo extremadamente polimerizables en las condiciones de temperatura y de presión en la columna para el tratamiento de destilación. Sin embargo, un fenómeno de polimerización de este tipo se producirá probablemente en la fase inicial de la operación de destilación. Por consiguiente, el intervalo aplicable de la presente invención es amplio, y la
40 presente invención proporciona un efecto sustancial incluso en el tratamiento de una disolución de procedimiento que contiene una pequeña cantidad de compuesto de ácido (met)acrílico.

45 Concretamente, la destilación de un compuesto de ácido (met)acrílico en la presente invención es habitualmente una etapa (etapa de purificación) de obtención de un compuesto de ácido (met)acrílico de alta pureza, pero no se limita a esta, y es aplicable también a una etapa (etapa de separación) de recuperación de un componente rico en un compuesto de ácido (met)acrílico a partir de una mezcla que contiene el compuesto de ácido (met)acrílico.

A continuación, se describirá la presente invención con referencia a los dibujos.

50 La figura 1 es un ejemplo de un diagrama de flujo de procedimiento para producir ácido acrílico usando propileno como material de partida. Los símbolos y números en la figura son tal como sigue.

A: Columna de recogida de ácido acrílico

55 B: Columna de deshidratación

C: Columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición (columna de separación de ácido acético)

60 D: Columna de separación de compuestos de alto punto de ebullición (columna de purificación de ácido acrílico)

E: Reactor de descomposición de compuestos de alto punto de ebullición

1 a 3: Conducto de suministro de inhibidor de la polimerización o disolución de lavado

65 4: Gas de reacción de oxidación que contiene ácido acrílico

5: Disolución acuosa de ácido acrílico

11: Ácido acrílico en bruto

5 15: Conducto de descarga de ácido acrílico

19: Conducto de descarga de ácido acrílico de alta pureza

10 Un gas que contiene ácido acrílico obtenido mediante oxidación catalítica en fase vapor de propileno y/o acroleína usando un gas que contiene oxígeno molecular, se introduce por medio de un conducto 4 en una columna de recogida de ácido acrílico A y entra en contacto con agua para obtener una disolución acuosa de ácido acrílico.

15 Entonces, la disolución acuosa de ácido acrílico se suministra a una columna de deshidratación B. En la columna de deshidratación, se suministra un agente azeotrópico, se destila una mezcla azeotrópica que comprende agua y el agente azeotrópico de la parte superior de la columna, y se obtiene ácido acrílico que contiene ácido acético de la parte inferior de la columna. La mezcla azeotrópica que comprende agua y el agente azeotrópico, destilado de la parte superior de la columna de deshidratación se introduce en un tanque de almacenamiento 10, en el que se separa en una fase orgánica compuesta principalmente por el agente azeotrópico y una fase acuosa compuesta principalmente por agua. La fase orgánica se recircula a la columna de deshidratación B. Por otro lado, la fase acuosa se recircula por medio de un conducto 7 a la columna de recogida de ácido acrílico A y se usa como agua de recogida que va a entrar en contacto con el gas que contiene ácido acrílico, por lo que puede utilizarse de manera eficaz. El agua vuelve a suministrarse desde un conducto 8, según requiera el caso.

25 El ácido acrílico en bruto extraído de la parte inferior de la columna de deshidratación B por medio de un conducto 11, se introduce en una columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición C (columna de separación de ácido acético) con el fin de eliminar el ácido acético restante. En este caso, se separa el ácido acético y se elimina de la parte superior de la columna por medio de los conductos 12 y 13. El ácido acético en el conducto 13 contiene ácido acrílico, y por tanto, una parte o la cantidad total puede devolverse algunas veces al procedimiento. Por otro lado, el ácido acrílico que no contiene sustancialmente ácido acético, se obtiene de la parte inferior de la columna por medio de un conducto 14. Este ácido acrílico tiene una pureza considerablemente alta y puede usarse como tal, como material para la producción de un éster de ácido acrílico, y en algunos casos, se obtendrá como producto por medio de un conducto 15. Puede obtenerse ácido acrílico de una pureza todavía mayor introduciéndolo por medio de un conducto 16 en una columna de separación de compuestos de alto punto de ebullición D (columna de purificación de ácido acrílico) para separar y eliminar sustancias de alto punto de ebullición de un conducto 17 y para obtener ácido acrílico altamente puro por medio de los conductos 18 y 19. Las sustancias de alto punto de ebullición del conducto 17 se conducen a un reactor de descomposición de compuestos de alto punto de ebullición E, por lo que se recupera una parte como ácido acrílico al procedimiento por medio de un conducto 20. Las sustancias de alto punto de ebullición se separarán y eliminarán por medio de un conducto 21.

40 La figura 2 es otro ejemplo de un diagrama de flujo de procedimiento para producir ácido acrílico.

Este es un procedimiento que tiene la columna de deshidratación B y la columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición C (columna de separación de ácido acético) en la figura 1 unidas en una columna, es decir, una columna de destilación F, por lo que el flujo de las sustancias es básicamente el mismo que en la figura 1.

45 La figura 3 es otro ejemplo de un diagrama de flujo de procedimiento para producir ácido acrílico.

A: Columna de recogida de ácido acrílico

50 G: Columna de desorción

D: Columna de separación de compuestos de alto punto de ebullición (columna de purificación de ácido acrílico)

H: Columna de eliminación de compuestos de alto punto de ebullición

55 K: Columna de recuperación de disolvente

1 a 3: Conducto de suministro de inhibidor de la polimerización o disolución de lavado

60 4: Gas de reacción de oxidación que contiene ácido acrílico

5: Disolución que contiene ácido acrílico

65 11: Ácido acrílico en bruto

19: Conducto de descarga de ácido acrílico de alta pureza

El gas que contiene ácido acrílico obtenido mediante oxidación catalítica en fase vapor de propileno y/o acroleína por medio de un gas que contiene oxígeno molecular, se introduce por medio de un conducto 4 en la columna de recogida de ácido acrílico A y entra en contacto con un disolvente para obtener una disolución que contiene ácido acrílico.

Entonces, se suministra la disolución que contiene ácido acrílico a la columna de desorción G. En la columna de desorción G, se suministra un gas (un gas de un conducto 6 descargado desde la parte superior de la columna de recogida de ácido acrílico A, o un gas tras oxidar y eliminar sustancias orgánicas en el gas en el conducto 6) desde un conducto 10, se destilan agua y ácido acético desde la parte superior de la columna, y se obtiene ácido acético que contiene el disolvente de la parte inferior de la columna. Se introducen el agua y ácido acético destilados desde la parte superior de la columna de desorción G en la columna de recogida de ácido acético A, y finalmente se descargan agua y ácido acético desde la parte superior de la columna de recogida de ácido acético A. Con el fin de obtener ácido acético de alta pureza, se introduce el ácido acético desde la parte inferior de la columna de desorción G por medio de un conducto 11 en una columna de separación de compuestos de alto punto de ebullición D (columna de purificación de ácido acético), por lo que se separan y eliminan las sustancias de alto punto de ebullición de un conducto 14, y puede obtenerse ácido acético de alta pureza por medio de un conducto 19. Las sustancias de alto punto de ebullición en el conducto 14 son específicamente anhídrido maleico, benzaldehído, etc., y se conducen a una columna de eliminación de compuestos de alto punto de ebullición H, tras lo cual estas sustancias de alto punto de ebullición se descargan desde un conducto 21. El disolvente de la parte inferior de la columna se conduce por medio de un conducto 17 a una columna de recuperación de disolvente K. Desde la parte superior de la columna, el disolvente recuperado se devuelve por medio de un conducto 7 a la columna de recogida de ácido acético A. Desde la parte inferior de la columna, por medio de un conducto 22, se separan y eliminan las sustancias de punto de ebullición más alto.

La figura 4 es un ejemplo de un diagrama de flujo de procedimiento para producir un éster de ácido acético. Los símbolos y números en la figura son tal como sigue.

L: Reactor de esterificación

M: Columna de separación de ácido acético

N: Reactor de descomposición de compuestos de alto punto de ebullición

Q: Columna de extracción de alcohol

P: Columna de recuperación de alcohol

R: Columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición

S: Columna de purificación de éster

31: Conducto de suministro de ácido acético

32: Conducto de suministro de alcohol

33: Mezcla de reacción de esterificación

35: Ácido acético recirculado

37: Conducto de descarga de impurezas de alto punto de ebullición

39: Conducto de descarga de éster de ácido acético en bruto

41: Conducto de suministro de agua

42: Conducto de agua/alcohol recuperado

46: Conducto de descarga de producto de éster de ácido acético

El ácido acético del conducto 31, el alcohol del conducto 32, el ácido acético recirculado del conducto 35 y el alcohol recirculado del conducto 48 se suministran respectivamente al reactor de esterificación L. Se rellena el reactor de esterificación L con un catalizador tal como una resina de intercambio iónico fuertemente ácida. Por medio del conducto 33, se retira la mezcla de reacción de esterificación que comprende el éster formado, el ácido acético sin reaccionar, un alcohol sin reaccionar y agua formada, y se suministra a la columna de separación de ácido acético M. De la columna de separación de ácido acético M; se retira el líquido de la parte inferior que contiene

sustancialmente la cantidad total de ácido acrílico sin reaccionar, por medio de un conducto 34 y se suministra como líquido recirculado por medio del conducto 35 al reactor de esterificación L.

5 Se suministra una parte del líquido de la parte inferior por medio de un conducto 36 al reactor de descomposición de compuestos de alto punto de ebullición N, y se recircula una sustancia valiosa obtenida mediante la descomposición por medio de un conducto 40 al procedimiento. El lugar dentro del procedimiento en el que se recircula varía dependiendo de las condiciones de procedimiento. Las impurezas de alto punto de ebullición tales como oligómeros, se eliminarán del sistema por medio del conducto 37. Además, de la parte superior de la columna de separación de ácido acrílico M, se destilan el éster formado, un alcohol sin reaccionar y el agua formada por medio de un conducto 10 38. Se recirculará una parte del destilado como líquido de reflujo a la columna de separación de ácido acrílico M, y se suministrará el resto por medio del conducto 39 a la columna de extracción Q.

15 Desde el conducto 41, se suministra agua para la extracción del alcohol, y se suministrará el agua que contiene el alcohol recuperado por medio del conducto 42 a la columna de recuperación de alcohol P. Se recircula el alcohol recuperado por medio de un conducto 48 al reactor de esterificación.

20 Desde un conducto 43, se suministra el éster de ácido acrílico en bruto a la columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición R. Se extraen las sustancias de bajo punto de ebullición que contienen el éster de ácido acrílico de un conducto 44 y se recircularán al procedimiento. El lugar dentro del procedimiento en el que se recircula varía dependiendo de las condiciones de procedimiento. El éster de ácido acrílico en bruto del que se han eliminado las sustancias de bajo punto de ebullición, se suministrará por medio de un conducto 45 a la columna de purificación del producto de éster de ácido acrílico S. De la parte superior de la columna, se obtiene un éster de ácido acrílico de alta pureza por medio del conducto 46. De la parte inferior de la columna, se descargará un líquido que contiene algunas sustancias de alto punto de ebullición por medio de un conducto 47 y se recirculará al procedimiento. El 25 lugar dentro del procedimiento en el que se recircula varía dependiendo de las condiciones de procedimiento.

La figura 5 es un ejemplo de una columna de destilación para un monómero acrílico en bruto y sus instalaciones secundarias. Los números en la figura son tal como sigue.

30 51: Columna de destilación

52: Capa de material de relleno o bandejas de columna de destilación, o combinación de material de relleno y bandejas de columna de destilación

35 53: Conducto de suministro de aire inhibidor

54: Intercambiador de calor para enfriar el gas de la parte superior de la columna

40 55: Intercambiador de calor para enfriar el gas de venteo

56: Tambor de reflujo

57: Distribuidor

45 58: Evaporador (intercambiador de calor para calentar)

59: Tanque de líquido que contiene disolución de lavado o inhibidor de la polimerización

50 60: Conducto de suministro de monómero de acrílico (materia prima)

61: Conducto de suministro de disolución de lavado o inhibidor de la polimerización

62: Conducto de descarga de líquido de la parte superior de la columna

55 63: Conducto de descarga de líquido de la parte inferior de la columna

64: Conducto de descarga de gas de venteo

60 El conducto 53 y el conducto 61 pueden instalarse en una o más ubicaciones en diversas partes de la destilación dependiendo de las condiciones de la columna de destilación.

65 La columna de destilación a la que puede aplicarse la presente invención, es todos los tipos de aparatos de destilación en los que están implicados compuestos de ácido (met)acrílico en equilibrio líquido-vapor y se pretende que cualquier aparato lleve a cabo una operación tal como separación, concentración, recuperación, purificación, etc. Por ejemplo, la columna de deshidratación B, la columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición C (columna de separación de ácido acético) y la columna de separación de compuestos de alto punto de

ebullición D (columna de purificación de ácido acrílico), mostradas en la figura 1, corresponden a la misma. De manera similar, la columna de desorción G, la columna de separación de compuestos de alto punto de ebullición D (columna de purificación de ácido acrílico), la columna de eliminación de compuestos de alto punto de ebullición H y la columna de recuperación de disolvente K, mostradas en la figura 3, y la columna de separación de ácido acrílico M, la columna de recuperación de alcohol P, la columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición R y la columna de purificación de éster S, mostradas en la figura 4, y la columna 51 de destilación mostrada en la figura 5, corresponden a la misma.

La columna de destilación puede ser, por ejemplo, una columna de platos perforados, una columna de borboteo, una columna de relleno o una combinación de las mismas (tal como una combinación de una columna de platos perforados y una columna de relleno, véase la figura 5), y puede usarse cualquiera de ellas en la presente invención independientemente de la presencia o ausencia de una compuerta de rebose o un tubo bajante. Bandejas específicas pueden ser, por ejemplo, bandejas de campanas de borboteo, bandejas de platos perforados, bandejas de borboteo, bandejas ultrarrápidas, bandejas de flujo máximo o bandejas dobles.

Como material de relleno, además de los convencionales de por ejemplo de tipo columna, cilíndrico, de tipo silla, esférico, cúbico o con forma de pirámide, un material de relleno que tiene una forma especial y que tiene una forma regular o irregular, está disponible comercialmente como material de relleno de alto rendimiento en los últimos años. Un material de este tipo puede usarse preferiblemente en la presente invención. Tales productos comerciales pueden ser, por ejemplo, como material de relleno regular, un material de relleno regular de tipo gasa tal como el relleno Sulzer (fabricado por Sulzer Brothers Company), relleno Sumitomo Sulzer (fabricado por Sumitomo Heavy Industries, Ltd.) o Tecknopack (fabricado por Mitsui & Co., Ltd.), o MC Pack (fabricado por Mitsubishi Chemical Engineering Corporation), un material de relleno regular de tipo lámina tal como Mellapack (fabricado por Sumitomo Heavy Industries, Ltd.), Tecknopack (fabricado por Mitsui & Co., Ltd.), o MC Pack (fabricado por Mitsubishi Chemical Engineering Corporation), o un material de relleno regular de tipo rejilla tal como Flexigrid (fabricado por Koch Company). Como otros materiales de relleno, pueden mencionarse, por ejemplo, GEMPAK (fabricado por Glitsch Company), Montz Pack (fabricado por Montz Company), Goodroll Packing (fabricado por Tokyo Tokushu Kanaami K.K.), Honeycomb Pack (fabricado por NGK Insulators, Ltd.) o Impulse Packing (fabricado por Nagaoka Corporation).

Además, como material de relleno irregular, pueden mencionarse, por ejemplo, anillo Raschig, anillo Pall (fabricado por BASF), minianillo Cascade (fabricado por Mass Transfer Company), IMTP (fabricado por Norton Company), silla Intalox (fabricada por Norton Company), Tellerette (fabricado por Nittetsu Chemical Engineering Ltd.) o Flexiring (fabricado por JGC Corporation).

Una característica en la presente invención reside en que en el momento de lavar un polímero depositado y acumulado en la columna de destilación tras el funcionamiento de la columna de destilación para un compuesto de ácido (met)acrílico durante un periodo de tiempo predeterminado, (1) tras lavar con agua, se lleva a cabo (2) un lavado interior de flujo descendente con un disolvente orgánico y (3) una destilación azeotrópica en presencia de un disolvente orgánico. Antes de (2), puede llevarse a cabo (4) un lavado con agua alcalina, y un lavado con agua alcalina de este tipo es eficaz para disolver el polímero. Cuando se lleva a cabo el lavado con agua alcalina, es importante proporcionar adicionalmente (5) una etapa de lavado con agua después de eso. A continuación, el procedimiento se describirá secuencialmente.

(1) Lavado con agua

El principal propósito del agua es arrastrar el compuesto de ácido (met)acrílico que queda en la columna. Se suministra agua al tambor de reflujo de la columna de destilación y se suministra a la parte superior de la columna de destilación desde el conducto de reflujo, o puede suministrarse desde el conducto de reflujo directamente a la columna de destilación. El agua fluye hacia la parte inferior mientras lava el interior de la columna. Con el fin de dejar que el agua esté suficientemente en contacto con el polímero en la columna, la pared de la columna, el material de relleno en la columna, etc., el agua suministrada desde la parte superior de la columna y que fluye hacia la parte inferior de la columna puede suministrarse repetidamente desde la parte superior de la columna. En el caso del suministro repetido, se prefiere usar el agua tras separar y eliminar el contenido en sólidos en el agua que fluye hacia abajo mediante por ejemplo el filtro de una bomba. Junto con el suministro desde la parte superior de la columna, puede realizarse un suministro adicional desde la fase de suministro de material.

En un caso en el que se instala un distribuidor (un distribuidor de líquido o una boquilla de distribución de líquido) en la parte superior de la columna de relleno, se prefiere adoptar un método de suministro de agua por medio de un distribuidor de este tipo.

Puede llevarse a cabo el lavado con agua habitualmente a una temperatura de desde 10 hasta 100°C durante desde 30 hasta 360 minutos. La cantidad de agua que va a suministrarse puede depender también del grado de obstrucción o suciedad en la columna, pero es habitualmente de desde aproximadamente 0,5 hasta 5 m³/h por 1 m² del área de sección transversal de la columna de destilación (cuando se usa el agua repetidamente, el valor integrado del mismo).

En la disolución de lavado así recuperada en la parte inferior de la columna, está contenida una sustancia valiosa (tal como ácido acrílico o un éster de ácido acrílico) que seguía quedando en la columna de destilación inmediatamente después de la suspensión del funcionamiento. Por consiguiente, la disolución de lavado se transfiere a y se almacena en un tanque una vez, y tras la reanudación del funcionamiento de la columna de destilación, se recirculará a una posición apropiada dentro del procedimiento (tal como la columna de deshidratación B en la figura 1) teniendo en cuenta la composición de la disolución de lavado.

(2) Lavado interior de flujo descendente con disolvente orgánico

El lavado interior con un disolvente orgánico está destinado a la sustitución del agua que queda en la columna. El disolvente orgánico que va a usarse para el lavado interior, puede ser, por ejemplo, un compuesto de ácido (met)acrílico, metanol, etanol, butanol, benceno, tolueno, metil etil cetona, metil isobutil cetona, metil n-butil cetona, acetato de isopropilo, difenil éter, bifenilo, o una mezcla de los mismos.

Como disolvente orgánico de la presente invención, pueden usarse también de manera eficaz no solo un disolvente de alta pureza tal como se mencionó anteriormente, sino también una sustancia de tipo disolvente orgánico que contiene diversos agentes azeotrópicos obtenibles a partir de un procedimiento antes o después de la columna de destilación. Por ejemplo, es posible usar el agente azeotrópico usado para la concentración de la disolución acuosa que contiene ácido (met)acrílico, el ácido (met)acrílico en bruto obtenido mediante tal concentración, el compuesto de ácido (met)acrílico purificado (producto) obtenido antes de la suspensión del funcionamiento de la columna de destilación, o un producto fuera de especificación recuperado en el momento de suspensión de la planta.

El contenido en agua en el disolvente orgánico que va a usarse es preferiblemente de como máximo el 2% en peso, más preferiblemente como máximo el 1% en peso. Por ejemplo, el producto del compuesto de ácido (met)acrílico tiene habitualmente un contenido en agua de como máximo el 0,2% en peso, y por consiguiente, puede usarse un producto de este tipo como tal. Específicamente, en los diagramas de procedimiento mencionados anteriormente, se usa preferiblemente para C y D en la figura 1, D en la figura 2 y S en la figura 3.

El método para la sustitución de agua mediante el lavado interior no está particularmente limitado. Por ejemplo, se prefiere que el disolvente orgánico se suministre a un tambor de reflujo de una columna de destilación y se suministre desde un conducto de reflujo a la parte superior de la columna de destilación. El disolvente orgánico que fluye hacia la parte inferior mientras entra en contacto con la pared de la columna, el material de relleno, las bandejas, etc. para incluir agua, puede extraerse a un sistema de recuperación, pero con el fin de llevar a cabo la eliminación suficiente de agua, se prefiere recircularlo a la parte superior de la columna o a la fase de suministro de material. Si el contenido en agua en el disolvente orgánico que va a recircularse excede el 2% en peso, el efecto de deshidratación disminuirá sustancialmente, y un disolvente orgánico de este tipo se extrae del sistema. El lavado interior con un disolvente orgánico se lleva a cabo habitualmente a una temperatura de como máximo 50°C, preferiblemente dentro del intervalo de desde 0 hasta 40°C.

La cantidad del disolvente orgánico que va a usarse puede ser habitualmente de desde 0,5 hasta 5 m³/h por 1 m² del área de sección transversal de la columna de destilación. En un caso en el que la eliminación del agua residual es difícil desde la estructura interna de la columna de destilación, la velocidad de flujo puede aumentarse opcionalmente.

(3) Limpieza por destilación azeotrópica en presencia de disolvente orgánico

En la presente invención, con el fin de eliminar el agua presente en la columna tras lavar con agua, se lleva a cabo la limpieza por destilación azeotrópica en presencia de un disolvente orgánico que puede destilarse de manera azeotrópica con agua. Esta etapa está destinada a eliminar el agua, pero en un caso en el que una pequeña cantidad de un polímero siga quedando en la columna, su disolución y eliminación pueden llevarse a cabo simultáneamente. Se destila el agua desde la parte superior, y el polímero disuelto, etc. se extraerá de la parte inferior.

Los disolventes orgánicos útiles incluyen alcoholes tales como metanol, etanol y alcohol butílico, cetonas tales como metil etil cetona, metil-n-butil cetona y metil isobutil cetona, hidrocarburos aromáticos tales como benceno, tolueno y xileno, y los compuestos de ácido (met)acrílico mencionados anteriormente. Estos disolventes orgánicos pueden usarse en combinación como una mezcla.

Se suministra un disolvente orgánico de este tipo a la fase para suministrar la disolución madre de destilación o a la parte inferior de la columna y se tratará en condiciones de destilación mediante una fuente de calor desde un evaporador. Como tales condiciones, la temperatura de la parte superior de la columna es preferiblemente de desde 20 hasta 80°C, y la presión de la parte superior de la columna es preferiblemente de desde 0,5 hasta 120 kPa. El contenido en agua del disolvente orgánico se mantiene preferiblemente para que sea como máximo el 2% en peso, más preferiblemente como máximo el 1% en peso, por lo que la eficacia de deshidratación será excelente.

(4) Lavado con agua alcalina

En la presente invención, el lavado con agua alcalina no es una etapa esencial. Sin embargo, de este modo es posible disolver un polímero ácido y aumentar los efectos de lavado. Por consiguiente, puede incorporarse opcionalmente como etapa preliminar y/o etapa posterior, de lavado con agua. En un caso en el que se incorpora el lavado con agua alcalina, se reanuda la operación de destilación tras una etapa de lavado con agua y una etapa de deshidratación posterior a la misma.

Como agua alcalina, puede usarse una disolución acuosa de por ejemplo hidróxido de potasio, hidróxido de sodio o carbonato de sodio. Con respecto a la concentración, se usa habitualmente dentro de un intervalo de desde el 1 hasta el 25% en peso. Además, puede usarse amoníaco acuoso, y con respecto a la concentración, se usa habitualmente dentro de un intervalo de desde el 1 hasta 25% en peso, preferiblemente dentro de un intervalo de desde el 1 hasta el 10% en peso. Si la concentración es menor que el intervalo anterior, la eficacia de lavado tiende a ser mala, y si excede el intervalo anterior, el calor de reacción con el componente de ácido que queda en la columna tiende a aumentar, por lo que es probable que dé como resultado la formación de un nuevo polímero.

Puede suministrarse el agua alcalina a un tambor de reflujo de una columna de destilación y suministrarse mediante un conducto de reflujo a la parte superior de la columna de destilación, o puede suministrarse directamente a la columna de destilación desde un conducto de reflujo. El agua alcalina fluye hacia la parte inferior mientras hincha y disuelve el polímero interior. Con el fin de dejar que entre suficientemente en contacto con el polímero interior, la pared de la columna, el material de relleno en la columna, etc., el agua alcalina suministrada desde la parte superior y que fluye hacia la parte inferior, puede suministrarse repetidamente desde la parte superior de la columna. En el caso de suministro repetido, se prefiere usarla tras separar y eliminar sustancias sólidas contenidas en el agua alcalina que fluye hacia abajo mediante por ejemplo un filtro de una bomba. Junto con el suministro desde la parte superior de la columna, puede realizarse suministro adicional desde la fase de suministro de materia prima.

En un caso en el que se instala un distribuidor (un distribuidor de líquido o una boquilla de distribución de líquido) en la parte superior de la columna de relleno, se prefiere adoptar un método de suministro de agua alcalina por medio de un distribuidor de este tipo.

Puede llevarse a cabo el lavado con agua alcalina habitualmente a una temperatura de desde 10 hasta 100°C durante desde 30 hasta 360 minutos. La cantidad de agua alcalina que va a suministrarse puede depender también del grado de obstrucción o suciedad en la columna, pero habitualmente es preferiblemente de desde aproximadamente 0,5 hasta 5 m³/h por 1 m² del área de sección transversal de la columna de destilación (en el caso en el que se usa repetidamente agua alcalina, el valor integral del mismo).

(5) Lavado con agua

En un caso en el que se lleva a cabo el lavado con agua alcalina mencionado anteriormente, es importante llevar a cabo adicionalmente el lavado con agua con el fin de eliminar el álcali restante. El método para lavar con agua en este caso es el mismo que en (1) lavado con agua descrito en el párrafo correspondiente.

El agua que queda en la columna mediante el lavado interior de flujo descendente con un disolvente orgánico o mediante la limpieza por destilación azeotrópica en presencia de un disolvente orgánico, es habitualmente como máximo el 1% en peso, preferiblemente como máximo el 0,5% en peso, de manera más preferible sustancialmente 0. Por tanto, tras la reanudación de la operación de destilación, será posible rápidamente una destilación dentro de especificación. Si sigue quedando agua, será a menudo el caso que lleve un largo tiempo al nivel de 30 horas hasta que se alcanza el estado dentro de especificación.

En el momento de la limpieza por destilación azeotrópica mencionada anteriormente, puede suministrarse una pequeña cantidad de un inhibidor de la polimerización. Un inhibidor de la polimerización de este tipo (que puede denominarse también agente de supresión de la polimerización, agente de inhibición de la polimerización, agente de detención de la polimerización o agente de reducción de la velocidad de polimerización) puede ser, por ejemplo, un compuesto de fenol tal como una hidroquinona, metoquinona (metoxihidroquinona), pirogalol, catecol o resorcinol; un compuesto de N-oxilo tal como nitróxido de butilo terciario, 2,2,6,6-tetrametil-4-hidroxipiperidil-1-oxilo, 2,2,6,6-tetrametilpiperidil-1-oxilo, 2,2,6,6-tetrametilpiperidinoxilo, 4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidinoxilo, o 4,4',4"-tris-(2,2,6,6-tetrametilpiperidinoxil)fosfito; un compuesto de fenotiazina tal como fenotiazina, bis-(α -metilbencil)fenotiazina, 3,7-dioctilfenotiazina o bis-(α , α' -dimetilbencil)fenotiazina; un compuesto de cobre tal como cloruro cúprico, acetato de cobre, carbonato de cobre, acrilato de cobre, dimetilditiocarbamato de cobre, dietilditiocarbamato de cobre, dibutilditiocarbamato de cobre o salicilato de cobre; un compuesto de sal de manganeso tal como acetato de manganeso; una fenilendiamina tal como p-fenilendiamina; un compuesto nitroso tal como N-nitrosodifenilamina; una urea tal como urea; o una tiourea tal como tiourea. Estos compuestos pueden usarse solos o en combinación como una mezcla de dos o más de los mismos.

Tras la finalización de la operación de lavado, se suministra una disolución madre de destilación recomendada que contiene un compuesto de ácido (met)acrílico en bruto para reanudar la operación de destilación. Esta destilación

puede llevarse a cabo mediante destilación continua o destilación discontinua. Las condiciones de funcionamiento para la destilación se determinan opcionalmente teniendo en cuenta los tipos o contenidos de las impurezas contenidas en el compuesto de ácido (met)acrílico en bruto, etc., y no están particularmente limitadas. Habitualmente, se lleva a cabo la destilación a una temperatura de la parte superior de la columna de desde 20 hasta 80°C, a una temperatura de la parte inferior de la columna de desde 60 hasta 120°C y a una presión de la parte superior de la columna de desde aproximadamente 0,5 hasta 120 kPa.

A continuación, la presente invención se describirá en más detalle con referencia a los ejemplos. Sin embargo, debe entenderse que la presente invención no se limita a tales ejemplos a no ser que exceda más allá de su esencia.

Ejemplo 1 (no forma parte de la presente invención)

Tras una inspección interna de una columna de separación de compuestos de alto punto de ebullición D (columna de purificación de ácido acrílico) en la figura 1, de la que se suspendió el funcionamiento durante una inspección periódica, se llevó a cabo una operación para la reanudación del funcionamiento. Tras la inspección interna de la columna de separación de compuestos de alto punto de ebullición D, se lavó el interior con agua para eliminar la suciedad formada durante el funcionamiento.

La columna de separación de compuestos de alto punto de ebullición era una columna de destilación hecha de acero inoxidable (SUS316) que tiene un diámetro interno de 1100 mm y una altura de 20000 mm y que tiene 21 platos perforados, y usando una columna de este tipo, se llevó a cabo la destilación de ácido acrílico en bruto. Antes de la destilación, se suministraron 1000 kg de un producto de ácido acrílico que contiene el 0,03% en peso de agua, suministrado a un tambor de reflujo 56, a la columna de separación de compuestos de alto punto de ebullición desde la parte superior. El líquido suministrado fluyó hacia la parte inferior, y se descargó el líquido recogido en la parte inferior desde la parte inferior de la columna. El contenido en agua del ácido acrílico descargado era del 3% en peso.

Por tanto, se suministraron de nuevo 1000 kg del mismo producto de ácido acrílico al tambor de reflujo 56, y se llevaron a cabo un lavado similar y una operación de sustitución. El contenido en agua en el ácido acrílico descargado desde la parte inferior era del 0,2% en peso. Desde el conducto de suministro de material de partida 60, se suministró una mezcla que comprendía el 98,5% en peso de ácido acrílico como monómero de acrílico en bruto, el 0,3% en peso de ácido maleico, el 0,2% en peso de un dímero de ácido acrílico, el 0,02% en peso de agua y otras sustancias de alto punto de ebullición, a una velocidad de 1300 kg/h. Además, desde el tanque 59 para un líquido que contenía inhibidor de la polimerización, se suministraron líquidos que tenían el 8% en peso de metoquinona y el 1% en peso de fenotiazina disueltas en ácido acrílico, a velocidades de 34 kg/h y 31 kg/h, respectivamente. Se suministró la fuente de calor, y se ajustó la presión interior, etc., y después de aproximadamente 5 horas, el funcionamiento se volvió estable a una presión de la parte superior de la columna de 2,8 kPa, a una presión de la parte inferior de 8,4 kPa, a una temperatura de la parte superior de la columna de 53°C y a una temperatura de la parte inferior de 78°C. Desde la parte superior de la columna, se obtuvo ácido acrílico de alta pureza que tenía un contenido en agua del 0,02% en peso y una pureza de al menos el 99,8% en peso. Con respecto al funcionamiento, era posible un funcionamiento continuo durante 1 año.

Ejemplo comparativo 1

Se reanudó la destilación de la misma manera que en el ejemplo 1 excepto porque en el ejemplo 1, se omitió la sustitución interna con ácido acrílico. En el ácido acrílico obtenido de la parte superior de la columna mediante la reanudación del funcionamiento, estaba contenido el 0,7% en peso de agua. El contenido en agua disminuyó gradualmente, y se requirieron aproximadamente 36 horas hasta que el contenido en agua era del 0,02% en peso. A medida que continuaba la destilación bajo el estado de exceso de agua, la presión de la parte inferior de la columna de destilación aumentó gradualmente, y tras un mes, la presión de la parte inferior se hizo de 18 kPa, por lo que se terminó el funcionamiento. Como resultado de la inspección interna, se detectó una gran cantidad de un polímero.

Ejemplo 2 (no forma parte de la presente invención)

Tras una inspección interna de una columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición R en la figura 4, de la que se suspendió el funcionamiento durante una inspección periódica, se llevó a cabo una operación para la reanudación del funcionamiento. Tras la inspección interna de la columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición R, se lavó el interior con agua para eliminar la suciedad durante el funcionamiento.

La columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición R era una columna de destilación tal como se muestra en la figura 5, hecha de acero inoxidable (SUS304) y que tiene un diámetro interno de 1100 mm y una altura de 26000 mm y que tiene 36 platos perforados (bandejas dobles) instalados en el interior, y usando una columna de este tipo, se llevó a cabo la destilación de acrilato de etilo en bruto.

Antes de la destilación, se suministraron 800 kg de un producto de acrilato de etilo que tenía un contenido en agua del 0,002% en peso, suministrado a un tambor de reflujo 56, a la columna de separación de compuestos de bajo punto de ebullición desde la parte superior. El líquido suministrado fluyó hacia la parte inferior, y el líquido recogido

en la parte inferior se descargó desde la misma. El contenido en agua del acrilato de etilo descargado era del 3,6% en peso.

Por tanto, se suministraron de nuevo 1000 kg del mismo producto de acrilato de etilo al tambor de reflujo 56, y se llevaron a cabo un lavado similar y una operación de sustitución. El contenido en agua en el acrilato de etilo descargado desde la parte inferior era del 0,11% en peso. Se realizó de nuevo una operación similar, y como resultado, el contenido en agua en el acrilato de etilo descargado desde la parte inferior era del 0,004% en peso. Se suministró una mezcla que comprendía el 97,4% en peso de acrilato de etilo como monómero de acrílico en bruto, el 1,8% en peso de agua, el 0,4% en peso de ácido acrílico, el 0,4% en peso de etanol y el 0,1% en peso de acetato de etilo, a una velocidad de 6000 kg/h. Además, desde un tanque 59 para un líquido que contiene inhibidor de la polimerización, se suministró un líquido que tenía el 5% en peso de hidroquinona disuelta en etanol, a una velocidad de 60 kg/h. Se suministró una fuente de calor, y se ajustó la presión interna, etc., y después de aproximadamente 7 horas, el funcionamiento se volvió estable a una presión de la parte superior de la columna de 62,7 kPa, a una presión de la parte inferior de 72,7 kPa, a una temperatura de columna de 76°C y a una temperatura de la parte inferior de 89°C. Se obtuvo acrilato de etilo que tenía un contenido en agua del 0,001% en peso y una pureza de al menos el 99,1% en peso, de la parte inferior. Durante el funcionamiento, la diferencia de presión entre la parte superior de la columna y la parte inferior de la columna (a continuación en el presente documento denominada diferencia de presión) era estable durante el funcionamiento, y era posible un funcionamiento continuo durante un año.

Ejemplo comparativo 2

Se reanudó la destilación de la misma manera que en el ejemplo 2 excepto porque en el ejemplo 2, se omitió la sustitución interna con acrilato de etilo. Inicialmente, el acrilato de etilo obtenido de la parte inferior contenía el 3,1% en peso de agua. El contenido en agua disminuyó gradualmente, y se requirieron aproximadamente 53 horas hasta que el contenido en agua se hizo del 0,001% en peso. Se continuó la destilación bajo un estado de exceso de agua, por lo que desde la reanudación del funcionamiento, la presión de la parte inferior de la columna de destilación aumentó gradualmente, y después de un mes, la presión de la parte inferior se hizo de 82 kPa, por lo que se terminó el funcionamiento. Como resultado de la inspección interna, se detectó una gran cantidad de un polímero.

Ejemplo 3

Tras una inspección interna de una columna de deshidratación B en la figura 1, de la que se suspendió el funcionamiento durante una inspección periódica, se llevó a cabo una operación para la reanudación del funcionamiento. Tras la inspección interna de la columna de deshidratación B, se lavó el interior con agua con el fin de eliminar la suciedad durante el funcionamiento.

La columna B de deshidratación era una columna de destilación hecha de acero inoxidable (SUS316L), que tiene un diámetro interno de 4000 mm y una altura de 25000 mm y que tiene 30 platos perforados, y usando una columna de este tipo, se llevó a cabo la destilación de ácido acrílico en bruto.

Antes de la destilación, se suministró tolueno al tambor de reflujo a una velocidad de 5000 kg/h y se suministró a la columna de separación de compuestos de alto punto de ebullición desde la parte superior. El líquido suministrado fluyó hacia la parte inferior de la columna, y tras confirmar la superficie líquida en la parte inferior, se suministró una fuente de calor. Desde la parte superior de la columna, se descargaron el tolueno y agua destilados. Después de aproximadamente 5 horas, no había más destilación de agua. Durante este periodo, no hubo descarga desde la parte inferior.

Desde el conducto de suministro de material de partida, se suministró una mezcla que comprendía el 60% en peso de ácido acrílico como monómero de acrílico en bruto, el 0,4% en peso de ácido maleico, el 4% en peso de ácido acético, el 35% en peso de agua y otras sustancias de alto punto de ebullición, a una velocidad de 7500 kg/h. Además, desde el tambor para un líquido que contiene inhibidor de la polimerización, se suministró un líquido que tenía el 0,6% en peso de acetato de cobre y el 4% en peso de hidroquinona disuelta en ácido acrílico a una velocidad de 6 kg/h, y se suministró un líquido que tenía el 2% en peso de fenotiazina disuelta en tolueno, a una velocidad de 500 kg/h. Al mismo tiempo, se detuvo el suministro de tolueno desde el tambor de reflujo, y se sometió a reflujo el tolueno destilado desde la parte superior de la columna y se equilibró para mantener el nivel de líquido del tambor de reflujo, mientras se extraía una parte fuera del sistema.

Se suministró una fuente de calor, y se ajustó la presión interna, etc., y después de aproximadamente 6 horas, el funcionamiento se volvió estable a una presión de la parte superior de la columna de 15,9 kPa, a una presión de la parte inferior de 22,7 kPa, a una temperatura de la parte superior de la columna de 46°C y a una temperatura de la parte inferior de 82°C. Desde la parte inferior, se obtuvo ácido acrílico que tenía un contenido en agua del 0,01% en peso y una pureza de al menos el 74% en peso. Con respecto al funcionamiento, era posible un funcionamiento continuo durante un año.

Ejemplo comparativo 3

5 Se reanudó la destilación de la misma manera que en el ejemplo 3 excepto porque en el ejemplo 3, se omitió la destilación inicial mediante tolueno. En la reanudación del funcionamiento, el ácido acrílico obtenido de la parte inferior contenía el 2% en peso de agua. El contenido en agua disminuyó gradualmente, y se requirieron aproximadamente 62 horas hasta que el contenido en agua se hizo del 0,01% en peso.

Aplicabilidad industrial

10 Empleando el procedimiento de la presente invención, puede llevarse a cabo fácilmente el lavado de una columna de destilación para separar o purificar un compuesto de ácido (met)acrílico. Particularmente, en un procedimiento para producir un compuesto de ácido (met)acrílico, es posible recuperar una sustancia valiosa y lavar de manera eficaz la columna de destilación utilizando una sustancia usada en un procedimiento antes o después de la columna de destilación. Además, en la reanudación de la operación de destilación tras el lavado, se hará posible rápidamente una operación estabilizada dentro de especificación.

15

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para producir un compuesto de ácido (met)acrílico que comprende destilar ácido acrílico, ácido metacrílico o un éster de los mismos en una columna de destilación para obtener un compuesto de ácido (met)acrílico purificado, caracterizado porque en el transcurso del funcionamiento de la columna de destilación, incluyendo la suspensión y reanudación del funcionamiento, la columna de destilación se lava con agua y, después de eso, se realiza la destilación azeotrópica en presencia de un disolvente orgánico, en el que la columna de destilación lavada con agua se lava después de eso con un disolvente orgánico.
- 10 2. Procedimiento para producir un compuesto de ácido (met)acrílico según la reivindicación 1, en el que la columna de destilación es una columna de destilación para purificar el éster.
3. Procedimiento para producir un compuesto de ácido (met)acrílico según la reivindicación 1, en el que la columna de destilación es una columna de deshidratación para ácido acrílico.
- 15 4. Procedimiento para producir un compuesto de ácido (met)acrílico según la reivindicación 2 ó 3, en el que la columna de destilación, tras haberse lavado con agua y antes de realizar la destilación azeotrópica, se lava con agua alcalina y después de eso con agua.

Fig. 1

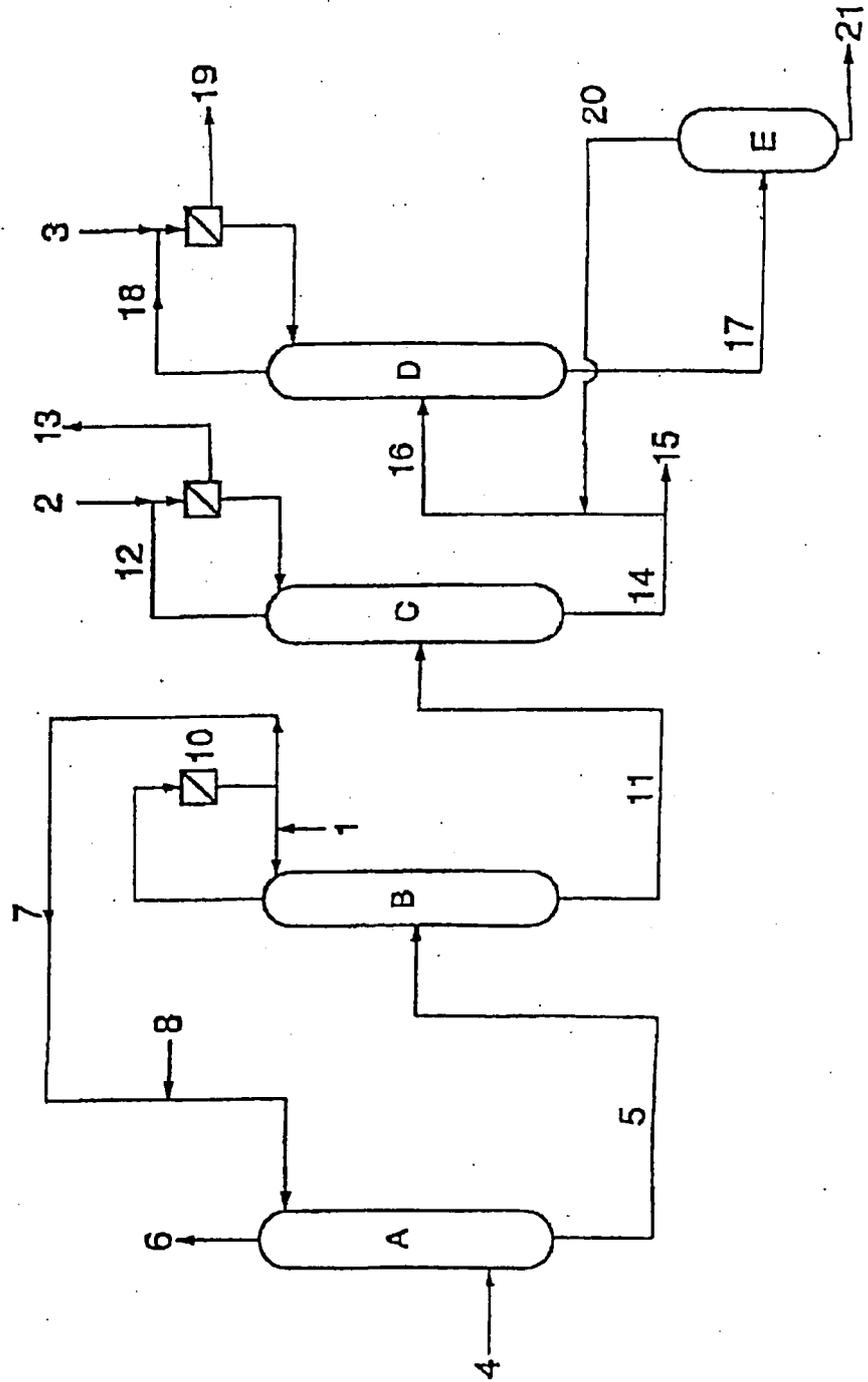


Fig. 2

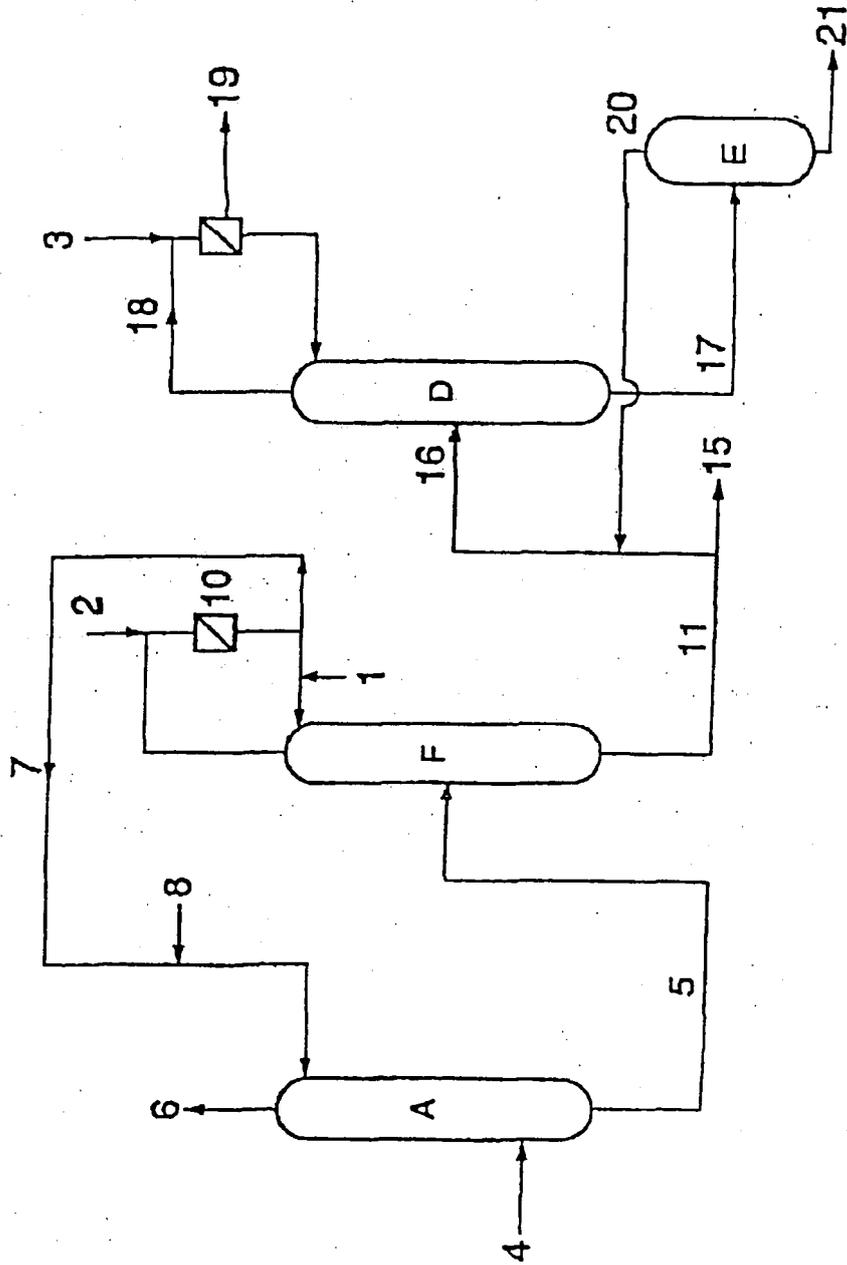


Fig. 3

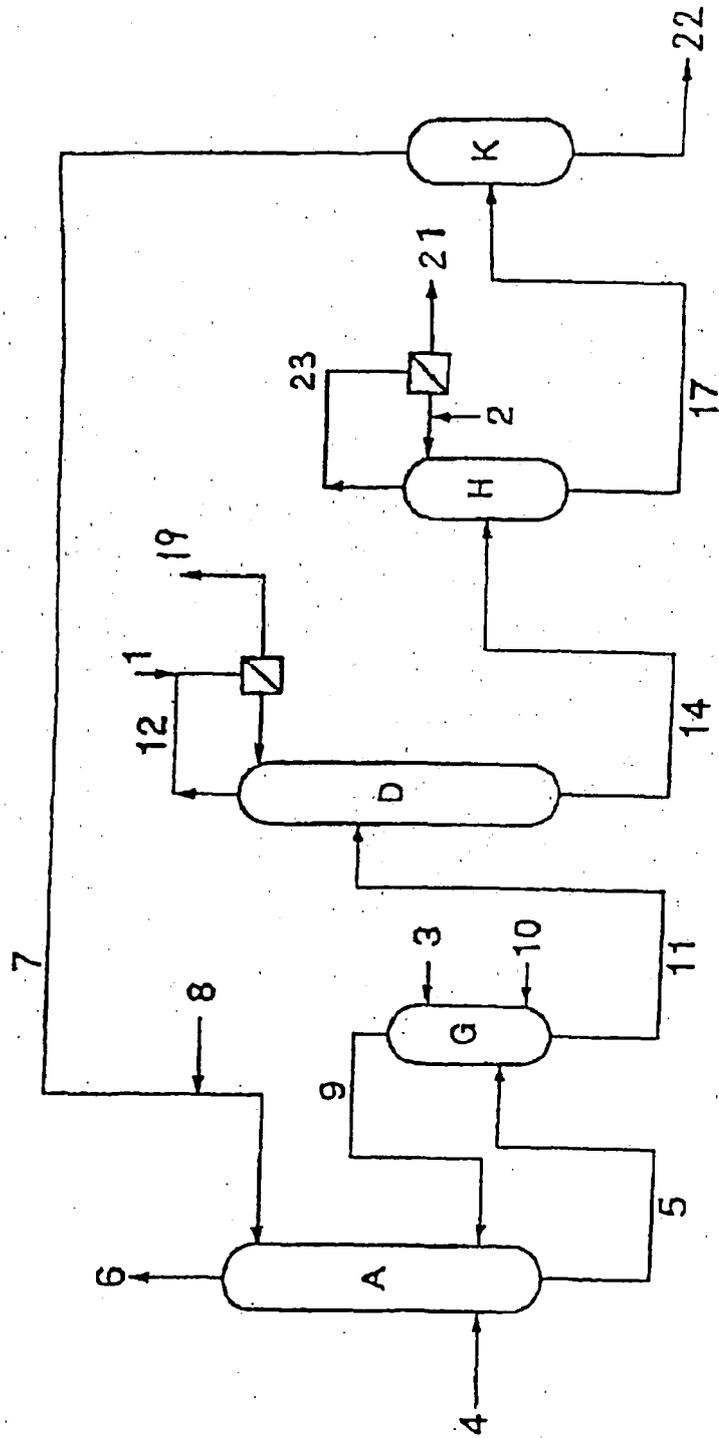


Fig. 4

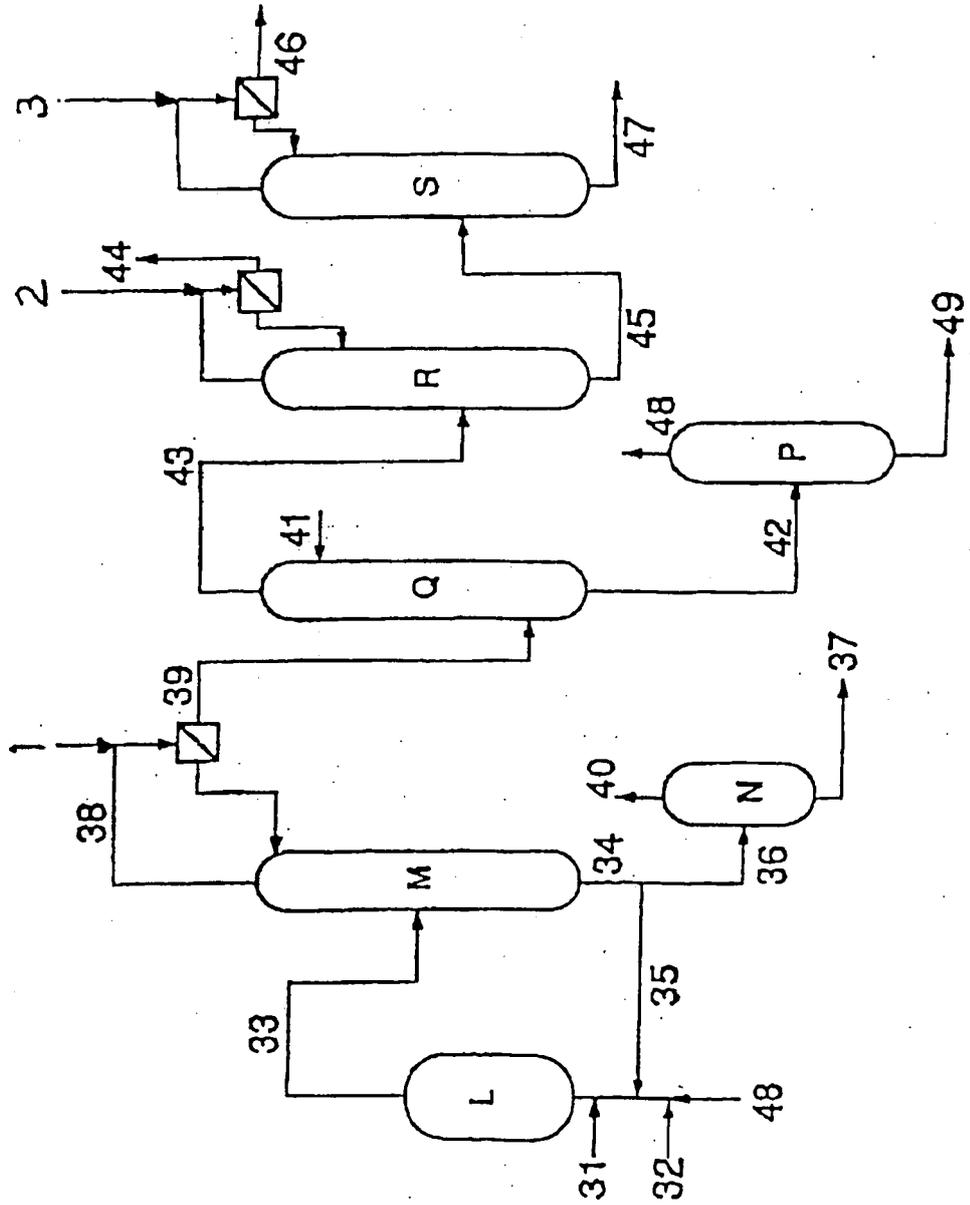


Fig. 5

