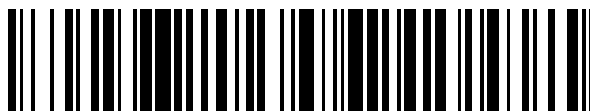


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 675 883**

51 Int. Cl.:

C07D 319/12 (2006.01)

B01D 9/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.02.2014 PCT/EP2014/052154**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.09.2014 WO14139730**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.02.2014 E 14702844 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.04.2018 EP 2969092**

54 Título: **Procedimiento y aparato para la purificación de una corriente que contiene un éster cíclico de un ácido alfa-hidroxicarboxílico**

30 Prioridad:

11.03.2013 EP 13158539

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

13.07.2018

73 Titular/es:

SULZER CHEMTECH AG (50.0%)

Sulzer-Allee 48

8404 Winterthur, CH y

FUTERRO S.A. (50.0%)

72 Inventor/es:

STEPANSKI, MANFRED;

FÄSSLER, PETER y

COSZACH, PHILIPPE

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 675 883 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 y aparato para la purificación de una corriente que contiene un éster cíclico de un ácido alfa-hidroxycarboxílico

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la purificación de una corriente que contiene un éster cíclico de un ácido alfa-hidroxycarboxílico, en particular, una corriente que contiene lactida. La presente invención se refiere además a un aparato para la purificación de una corriente que contiene un éster cíclico de un ácido alfa-hidroxycarboxílico que se puede usar en el presente procedimiento.

Antecedentes de la invención

- 10 A medida que crecen las preocupaciones por el medio ambiente, los polímeros biodegradables adquieren cada vez más interés comercial como sustitutos de polímeros sintéticos convencionales y menos degradables, tales como poliolefinas y poliuretanos. Por lo tanto, el uso de polímeros biodegradables en las áreas del embalaje y los textiles está en constante crecimiento. En consecuencia, mucha investigación se dirige a la síntesis de estos materiales biodegradables. Entre los diversos polímeros biodegradables, la polilactida (PLA) es uno de los más
15 usados y estudiados.

La PLA es un poliéster alifático basado en ácido láctico, obteniéndose este último mediante fermentación de azúcares y/o almidón. Por lo tanto, la PLA deriva de fuentes vegetales renovables y es biodegradable mediante compostaje.

- 20 La PLA se prepara a partir de lactida mediante polimerización por apertura de anillo. La lactida, que es un éster cíclico dimérico del ácido láctico se puede formar, a su vez, deshidratando ácido láctico acuoso para formar una mezcla de oligómeros, despolimerizándose, a continuación, dicha mezcla para formar lactida.

- 25 Existe una serie de otros procedimientos para preparar lactida. En el documento US 5.900.491, se describe un procedimiento en el que lactida se sintetiza a partir de material de DL-lactato de metilo mediante adición de ortoformiato de metilo. El objeto de dicho procedimiento es proporcionar lactida de alta pureza que contenga pequeñas cantidades de impurezas, tales como agua y un componente ácido. Además, en el documento US 4.835.293, se describe un procedimiento para preparar ésteres cíclicos altamente puros, tales como lactida, calentando un polímero del correspondiente ácido alfa-hidroxi o su éster o un copolímero del ácido alfa-hidroxi o su éster y núcleo de poliéter térmicamente estable en presencia de un gas inerte con el éster cíclico transportado desde esta reacción con el gas inerte a un sistema disolvente.

- 30 La lactida, como tal, puede tener uno de tres tipos de actividad óptica dependiendo de si consiste en dos moléculas de ácido L-láctico, dos moléculas de ácido D-láctico o una molécula de ácido L-láctico y una molécula de ácido D-láctico combinadas para formar el dímero. Estos tres tipos de dímeros se conocen como L-lactida, D-lactida y mesolactida, respectivamente.

- 35 A fin de preparar PLA de alta calidad es muy importante usar lactida de alta pureza. Por lo tanto, la lactida se necesita purificar en un alto grado antes de que pueda tener lugar la polimerización por apertura de anillo para preparar PLA de alta calidad. En la práctica, esto significa que la lactida necesita estar libre de agua e impurezas, tales como ácido láctico, oligómeros del ácido láctico, catalizador e impurezas de color ligeras y pesadas como, por ejemplo, azúcares, nutrientes, proteínas y aminoácidos.

- 40 Se conoce una variedad de procedimientos de purificación de lactidas que habitualmente comprenden una o más etapas de destilación, condensación y cristalización integradas.

- 45 En la técnica se sabe que se pueden llevar a cabo típicamente los procesos o procedimientos de cristalización en múltiples pasos, tales como los pasos de cristalización en película descendente, cristalización a partir de fundido en suspensión o cristalización estática. El documento US 5.504.247 divulga dicho procedimiento de cristalización para la purificación del ácido acrílico. De manera similar, los aparatos de purificación pueden comprender diferentes tipos de subunidades de cristalización, tales como cristalización en película descendente, cristalización a partir de fundido en suspensión o subunidades de cristalización estática. Se divulga información adicional sobre los cristalizadores y su funcionamiento en Handbook of Industrial Crystallization, 2.^a edición, por Allan S. Myerson, publicado el 9 de enero de 2002 por Butterworth-Heinemann, Woburn, MA ISBN: 978-0750670128 y Crystallization Technology Handbook, 2.^a edición, editado por A. Mersmann, publicado en 2001 por Marcel Dekker, Basel, ISBN: 0-8247-0528-9.

- 55 En el documento US 5.521.278, se describe un procedimiento integrado para la fabricación de lactida en el que se deshidrata en primer lugar ácido láctico acuoso en al menos dos pasos para efectuar la polimerización por condensación del ácido láctico y la formación de los oligómeros. Los oligómeros formados se craquean térmicamente en presencia de un catalizador de despolimerización para formar vapor de lactida. A continuación, se condensa el vapor de lactida y el condensado se destila por fraccionamiento al vacío, con lo que se eliminan

ácido láctico, agua y lactida como vapor en cabeza, mientras que se elimina lactida concentrada como una corriente lateral de líquido y se elimina la fracción pesada como líquido fundido. A continuación, la corriente lateral de líquido de lactida concentrada se somete a cristalización a partir de fundido para separar la lactida purificada que tiene un potencial de acidez de menos de 6 meq/kg de lactida a partir de una lactida residual que tiene un potencial de acidez de al menos 30 meq/kg.

En el documento US 5.357.034, se describe un procedimiento de polimerización de lactida que comprende las etapas de: (i) deshidratar ácido láctico acuoso y polimerizar ácido láctico mediante condensación; (ii) calentar y hacer reaccionar una mezcla en equilibrio que comprende principalmente poli(ácido láctico) y pequeñas cantidades de agua, ácido láctico, lactida y oligómeros lineales del ácido láctico, y despolimerizar poli(ácido láctico) para formar lactida; (iii) destilar una fase de vapor que comprende principalmente lactida, ácido láctico, oligómeros lineales del ácido láctico y agua; (iv) fraccionar adicionalmente en una operación unitaria separada el destilado obtenido en la etapa (iii) en lactida en bruto y una fase de destilado, que comprende, además de lactida, agua, ácido láctico y oligómeros lineales, que se recicla opcionalmente a la etapa (i); y (v) purificar la lactida en bruto obtenida en la etapa (iv) mediante cristalización a partir de fundido; y (vi) polimerizar en bloque o en solución la lactida purificada.

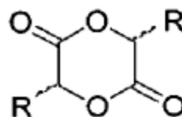
Estos procedimientos conocidos dejan, sin embargo, margen de mejora en términos de pureza de la lactida obtenida y eficacia de condensación y cristalización.

Por lo tanto, es un objetivo de la presente invención proporcionar un procedimiento para la purificación de un éster cíclico de un ácido alfa-hidroxicarboxílico en el que se obtenga, en particular, una lactida de pureza más alta y color más claro y, al mismo tiempo, se realice una condensación y cristalización a partir de fundido más eficaces.

Sumario de la invención

Ahora se ha descubierto que esto se puede establecer cuando un éster cíclico de un vapor que contiene ácido alfa-hidroxicarboxílico, en lugar de un líquido de éster cíclico de una corriente de ácido alfa-hidroxicarboxílico, se extrae de una unidad de separación por medio de un extractor lateral y dicho vapor se condensa posteriormente antes de que el condensado obtenido se someta a cristalización a partir de fundido.

En consecuencia, la presente invención se refiere a un procedimiento para la purificación de una corriente que contiene un éster cíclico de un ácido alfa-hidroxicarboxílico de fórmula (I)



fórmula (I)

en la que cada R representa independientemente hidrógeno o un hidrocarburo alifático que tiene de 1 a 6 átomos de carbono que comprende las etapas de:

(a) separar la corriente que contiene el éster cíclico en una columna de destilación en una o más fracciones de vapor que contienen éster cíclico y una o más fracciones de líquido que contienen éster cíclico;

(b) extraer una fracción de vapor que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (a) desde la columna de destilación a una unidad de condensación a fin de condensar la fracción de vapor que contiene éster cíclico para obtener un condensado que contiene éster cíclico;

(c) someter al menos parte del condensado que contiene éster cíclico obtenido en la etapa (b) a cristalización a partir de fundido para obtener una corriente que contiene éster cíclico purificada y una corriente de residuo; y

(d) recuperar la corriente que contiene éster cíclico purificada obtenida en la etapa (c).

Incluso si la corriente de líquido de lactida se extrae de una columna de destilación por medio de un extractor lateral y posteriormente se somete a una etapa de cristalización, tal como se describe en el documento US 5.521.278, el procedimiento de acuerdo con la presente invención es altamente ventajoso cuando se compara con dicho procedimiento conocido.

El presente procedimiento es altamente atractivo, puesto que permite (i) menos degradación térmica del éster cíclico antes de la cristalización a partir de fundido; (ii) etapas de condensación y cristalización a partir de fundido más eficientes; y (iii) la producción de un éster cíclico que tenga una pureza más alta y un color reducido.

Descripción detallada de la invención

La presente invención proporciona un procedimiento para la purificación de una corriente que contiene éster cíclico.

5 En la fórmula (I) de los ésteres cíclicos que se van a purificar de acuerdo con la invención, R representa H o un hidrocarburo alifático que tiene de 1 a 6 átomos de carbono. El hidrocarburo alifático puede ser un hidrocarburo lineal o ramificado. Preferentemente, el éster cíclico del ácido alfa-hidroxicarboxílico es lactida o glicolida, más preferentemente lactida. En el contexto de la presente invención, el término "lactida" se refiere a cualquiera de L-lactida, D-lactida y mesolactida, y cualquier mezcla de las mismas. De ahí que la lactida purificada que se va a obtener de acuerdo con la presente invención pueda comprender L-lactida, D-lactida, mesolactida y/o cualquier mezcla de las mismas.

10 De acuerdo con la presente invención, la fuente de la corriente que contiene lactida puede variar. Por ejemplo, la corriente puede proceder de una producción de lactida, de una lactida o PLA reciclada, o de la desvolatilización de PLA. A este respecto, se observa que la lactida a partir de la que se puede preparar PLA se puede obtener mediante diversas vías de síntesis. La corriente que contiene lactida que se va a purificar se puede preparar, por ejemplo, mediante un procedimiento de polimerización/despolimerización en dos etapas, en el que el primer ácido láctico de una fuente de alimentación se polimeriza a un poli(ácido láctico) de peso molecular relativamente bajo, que, a continuación, se calienta, en general, en presencia de un catalizador, para despolimerizar el poli(ácido láctico) de peso molecular bajo para dar una lactida. La lactida se recuperará habitualmente como un componente de una corriente de vapor de producto, conteniendo también dicha corriente agua e impurezas, tales como ácido láctico, oligómeros del ácido láctico, catalizador e impurezas de color ligeras y pesadas. Estas impurezas se necesitan eliminar de la corriente de vapor de producto a fin de obtener una lactida de alta pureza y buen color.

15 Aunque la presente invención se analizará, en particular, con respecto a la lactida, el experto entenderá de inmediato que la presente invención también se aplica a otros ésteres cíclicos, tales como glicolida. También se entiende que, en el caso de glicolida, las impurezas volátiles incluirán ácido glicólico, mientras que las impurezas menos volátiles incluirán oligómeros de poliglicolida.

20 La corriente que contiene lactida que se va a purificar de acuerdo con el presente procedimiento puede comprender L-lactida, D-lactida, mesolactida y mezclas de las mismas, como se indica anteriormente.

30 Preferentemente, la columna de destilación es una columna de destilación en múltiples pasos, más preferentemente una columna de rectificación. La columna de rectificación puede ser cualquier tipo de columna de rectificación conocida, tal como una columna de platos o una columna de relleno. Preferentemente, la columna de rectificación es una columna de relleno o una columna de platos. Cuando se hace uso de una columna de platos, la columna de platos comprende adecuadamente una serie de pasos teóricos (NTS) en el intervalo de desde 6-30, preferentemente una serie de pasos teóricos en el intervalo de desde 10-16.

35 La separación en la etapa (a) se lleva a cabo adecuadamente a una temperatura en el intervalo de desde 80-200°C, preferentemente en el intervalo de desde 80-180°C, más preferentemente en el intervalo de desde 100-160°C, y una presión en el intervalo de desde 3-50 mbara, preferentemente en el intervalo de desde 7-20 mbara.

40 La separación en la etapa (a) se lleva a cabo adecuadamente a una temperatura en el intervalo de desde 80-180°C y una presión en el intervalo de desde 3-50 mbara. Preferentemente, la separación en la etapa (a) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de desde 100-160°C y una presión en el intervalo de 7-20 mbara.

Un modo de realización de la presente invención se ilustra en la figura 1.

45 En la figura 1, una corriente que contiene lactida se conduce por medio del conducto 1 a la columna de rectificación 2. En la columna de rectificación 2, la corriente que contiene lactida se somete a un procedimiento de fraccionamiento en múltiples pasos, obteniendo de este modo componentes más volátiles, tales como agua, ácido láctico, y componentes menos volátiles, tales como líquido de lactida y oligómeros del ácido láctico. Los componentes más volátiles se extraen de la columna de rectificación 2 por medio del conducto 3, mientras que los componentes menos volátiles se desplazarán a la parte inferior de la columna de rectificación. En la parte inferior de la columna de rectificación, se extrae una fracción de líquido que contiene lactida por medio del conducto 4, y la fracción de líquido se introduce en una primera unidad de evaporación 5. En la primera unidad de evaporación, la fracción de líquido que contiene lactida se somete a un primer tratamiento de evaporación para obtener una primera corriente vaporizada que contiene lactida y una primera corriente de líquido que contiene lactida. La primera corriente vaporizada que contiene lactida se hace pasar por medio del conducto 6 a la parte inferior de la columna de rectificación, mientras que la primera corriente de líquido que contiene lactida se extrae por medio del conducto 7. En la parte inferior de la columna de rectificación, la primera corriente vaporizada que contiene lactida y una fracción de líquido que contiene lactida se mezclan y se evaporan para obtener componentes más volátiles y componentes menos volátiles. A continuación, se extrae una fracción vaporizada que contiene lactida que comprende los componentes más volátiles por medio del conducto 8 y se introduce en una unidad de condensación 9. A continuación, el condensado obtenido en la unidad de

condensación 9 se hace pasar por medio del conducto 10 a una unidad de cristalización a partir de fundido 11. En la unidad de cristalización a partir de fundido 11, se obtienen una corriente que contiene lactida purificada y una corriente de residuo. La corriente que contiene lactida purificada se recupera por medio del conducto 12 y la corriente de residuo se extrae de la unidad de cristalización a partir de fundido 11 por medio del conducto 13. Parte de la corriente de residuo se puede reciclar a la parte inferior de la columna 2 por medio del conducto 14, mientras que otra parte de la corriente de residuo se puede introducir en la primera unidad de evaporación 5 por medio del conducto 15.

En la figura 2, se muestra un modo de realización preferente de la presente invención. La figura 2 difiere de la figura 1 en que la primera corriente de líquido que contiene lactida como se obtiene en la primera unidad de evaporación 5 se hace pasar a una segunda unidad de evaporación 14 en la que se somete a un segundo tratamiento de evaporación. En la segunda unidad de evaporación 14, se obtienen una segunda corriente vaporizada que contiene lactida y una segunda corriente de líquido que contiene lactida. La segunda corriente de líquido que contiene lactida se extrae de la segunda unidad de evaporación 14 por medio del conducto 15, y la segunda corriente vaporizada que contiene lactida se hace pasar por medio del conducto 16 a una unidad de condensación 17. En la unidad de condensación 17 se lleva a cabo un tratamiento de condensación para obtener una tercera corriente de líquido que contiene lactida. La tercera corriente de líquido que contiene lactida se hace pasar por medio del conducto 18 a la unidad de cristalización a partir de fundido 11. Parte de la tercera corriente de líquido que contiene lactida se puede reciclar a la parte inferior de la columna 2 por medio del conducto 19, mientras que otra parte de la tercera corriente de líquido que contiene lactida se puede introducir en la primera unidad de evaporación 5 por medio del conducto 20.

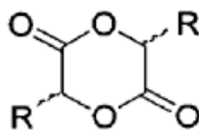
Los componentes más volátiles de la corriente que contiene lactida que se va a purificar, tales como agua y ácido láctico se evaporarán más fácilmente que los componentes menos volátiles, tales como líquido de lactida, oligómeros del ácido láctico y otras impurezas pesadas. De ahí que los componentes más volátiles, incluyendo el vapor de lactida, desplacen hacia arriba en la columna 2, mientras que los componentes menos volátiles se muevan a la parte inferior de la columna 2. A continuación, se extrae el vapor de lactida de la columna 2 por medio de extractor lateral 8. La parte superior de la columna está conectada preferentemente a una unidad de condensación en la que los diversos componentes más volátiles se condensan y posteriormente se procesan adicionalmente.

En la parte inferior de la columna, una fracción de líquido que contiene lactida que consiste principalmente en componentes menos volátiles obtenida en la etapa (a) se extrae adecuadamente de la columna 2 por medio del conducto 4 y se somete a un primer tratamiento de evaporación en una primera unidad de evaporación 5 para obtener una primera corriente de vapor que contiene lactida y una primera corriente de líquido que contiene lactida. La fracción de vapor que contiene lactida que se va a condensar en la etapa (b) deriva al menos parcialmente de la primera corriente de vapor que contiene lactida obtenida del primer tratamiento de evaporación. Preferentemente, la primera corriente de vapor que contiene lactida al completo se introduce en la parte inferior de la columna 2. En un modo de realización alternativo de la presente invención, al menos parte de la primera corriente de vapor que contiene lactida pasa por alto la columna 2 y se introduce directamente en el conducto 8 antes de que se someta a condensación en la unidad de condensación 9. Esto significa que la fracción de vapor que contiene lactida que se va a condensar en la etapa (b) consistirá al menos parcialmente en componentes volátiles, tales como agua, ácido láctico y vapor de lactida que estuvieron presentes en la primera corriente de vapor que contenía lactida. La fracción de vapor que contiene lactida que se va a condensar en la etapa (b) también contendrá habitualmente componentes volátiles que derivan de la mezcla y evaporación de la fracción de líquido que contiene lactida que está presente en la parte inferior de la columna junto con la primera corriente de vapor que contiene lactida que se introduce en la parte inferior de la columna 2 por medio del conducto 6.

La fracción de líquido que contiene lactida que se somete al primer tratamiento de evaporación se extrae adecuadamente de la parte inferior de la columna o una localización en la proximidad de la misma por medio del conducto 4, y se hace pasar a una primera unidad de evaporación 5 en la que se lleva a cabo el primer tratamiento de evaporación. La primera corriente de vapor que contiene lactida obtenida de la primera unidad de evaporación 5 se introduce adecuadamente en la columna 2 por medio del conducto 6 a un nivel que es más alto que el nivel al que se extrajo la fracción de líquido que contiene lactida de la columna. La introducción de la primera corriente de vapor que contiene lactida en la columna 2 establece una separación eficaz de los componentes más volátiles y menos volátiles que están presentes en la parte inferior de la columna. Los componentes más volátiles se extraen de la columna 2 por medio del conducto 8 y se someten a la etapa (b).

En el agua del primer tratamiento de evaporación, se separan adecuadamente ácido láctico y vapor de lactida de líquido de lactida, oligómeros del ácido láctico, catalizador e impurezas de color ligeras y pesadas.

La presente invención, por lo tanto, también se refiere a un procedimiento para la purificación de una corriente que contiene un éster cíclico de un ácido alfa-hidroxicarboxílico de fórmula (I)



fórmula (I)

en la que cada R representa independientemente hidrógeno o un hidrocarburo alifático que tiene de 1 a 6 átomos de carbono que comprende las etapas de:

5 (a) separar la corriente que contiene el éster cíclico en una columna de destilación en una o más fracciones de vapor que contienen éster cíclico y una o más fracciones de líquido que contienen éster cíclico;

(a') someter una fracción de líquido que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (a) a un primer tratamiento de evaporación para obtener una primera corriente de vapor que contiene éster cíclico y una primera corriente de líquido que contiene éster cíclico;

10 (b) extraer una fracción de vapor que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (a) por medio de un extractor lateral e introducirla en la unidad de condensación a fin de condensar la fracción de vapor que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (a) y que deriva al menos parcialmente de la primera corriente de vapor que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (a') para obtener un condensado que contiene éster cíclico;

(c) someter al menos parte del condensado que contiene éster cíclico obtenido en la etapa (b) a cristalización a partir de fundido para obtener una corriente que contiene éster cíclico purificada y una corriente de residuo; y

15 (d) recuperar la corriente que contiene éster cíclico purificada obtenida en la etapa (c).

El primer tratamiento de evaporación de acuerdo con la presente invención se lleva a cabo preferentemente en una unidad de evaporación en película descendente. El primer tratamiento de evaporación se lleva a cabo adecuadamente a una temperatura en el intervalo de desde 80-200°C, preferentemente en el intervalo de desde 80-180°C, más preferentemente 100-160°C, y una presión en el intervalo de desde 3-50 mbara, preferentemente en el intervalo de desde 7-20 mbara.

20 El primer tratamiento de evaporación se lleva a cabo adecuadamente a una temperatura en el intervalo de desde 80-180°C y una presión en el intervalo de 3-50 mbara. Preferentemente, el primer tratamiento de evaporación se lleva a cabo adecuadamente a una temperatura en el intervalo de desde 100-160°C y una presión en el intervalo de 7-20 mbara.

25 La fracción de vapor que contiene lactida que se va condensar en la etapa (b) se extrae adecuadamente de la columna de destilación por medio de un extractor lateral y se introduce en una unidad de condensación.

Preferentemente, el extractor lateral se conecta a una parte inferior de la columna de destilación.

30 La primera corriente de líquido que contiene lactida obtenida a partir de la primera unidad de evaporación se puede procesar o recuperar adecuadamente. Por ejemplo, se puede reciclar a una reacción de oligomerización en la que se prepara la corriente que contiene lactida que se va a purificar.

35 La unidad en la que se lleva a cabo la condensación en la etapa (b) puede ser adecuadamente cualquier tipo de unidad de condensación. Preferentemente, la unidad de condensación es una carcasa y un tubo o un intercambiador de calor de placas en el que la energía se eliminará de la fracción de vapor que contiene lactida por medio de un medio de enfriamiento. Los gases no condensables se pueden enviar adecuadamente a una trampa de enfriamiento o a una bomba de vacío. En la unidad de condensación, el condensado se subfunde preferentemente de 5 a 10°C por encima de su punto de congelación antes que se envíe a la unidad de cristalización a partir de fundido.

40 La condensación en la etapa (b) también se puede llevar a cabo adecuadamente al menos parcialmente en un condensador interno que está dispuesto en la parte inferior de la columna 2. A continuación, el condensado así obtenido se extrae por medio de un extractor lateral 8 y se hace pasar a la etapa (c). Un experto en la técnica entenderá que en un modo de realización alternativo se puede usar un "reflujo circulante" con condensación directa. En aún otro modo de realización, la fracción de vapor que contiene lactida que se va condensar en la etapa (b) se extrae de la columna de destilación por medio de un extractor lateral 8 y se dispone un condensador alrededor del extractor lateral 8 que permita condensar la corriente de vapor que contiene lactida antes de que se haga pasar a la etapa (c).

45 Puesto que en la etapa (b) una fracción de vapor que contiene lactida, en lugar de una corriente de líquido que contiene lactida, se somete a una etapa de condensación antes de la cristalización a partir de fundido, el condensado así obtenido contendrá oligómeros menos pesados del ácido láctico, catalizador e impurezas de color ligeras y pesadas. Adecuadamente, la fracción de vapor que contiene lactida que se va condensar en la etapa (b) puede contener en el intervalo de desde un 90-99,9 % en peso, preferentemente en el intervalo de

desde un 95-99,5 % en peso, más preferentemente en el intervalo de desde un 97-99 % en peso de L-lactida, basándose en el peso total de la fracción de vapor que contiene lactida que se va condensar en la etapa (b). Se pueden obtener los mismos resultados con D-lactida. Adecuadamente, la fracción de vapor que contiene lactida que se va condensar en la etapa (b) tiene un contenido de mesolactida en el intervalo de desde un 0-10 % en peso, preferentemente en el intervalo de desde un 0-5 % en peso, más preferentemente en la intervalo de desde un 0-1 % en peso, basándose en el peso total de la fracción de vapor que contiene lactida que se va condensar en la etapa (b).

La condensación en la etapa (b) se lleva a cabo adecuadamente a una temperatura en el intervalo de desde 80-160°C, preferentemente en el intervalo de desde 100-150°C, y una presión en el intervalo de desde 0,005-0,05 bara, preferentemente en el intervalo de desde 0,01-0,03 bara.

Al menos parte del condensado que contiene lactida obtenido en la etapa (b) se somete en la etapa (c) a cristalización a partir de fundido para obtener una corriente que contiene lactida purificada y una corriente de residuo.

La corriente que contiene lactida purificada obtenida en la etapa (c) puede contener en el intervalo de desde un 98,0-99,98 % en peso, preferentemente en el intervalo de desde 99,0-99,95 % en peso de L-lactida, basándose en el peso total de la corriente que contiene lactida purificada. Se pueden obtener los mismos resultados con D-lactida. Adecuadamente, la corriente que contiene lactida purificada tiene un contenido de mesolactida en el intervalo de desde un 0-1 % en peso, preferentemente en el intervalo de desde un 0-0,5 % en peso, basándose en el peso total de la corriente que contiene lactida purificada. Adecuadamente, la corriente que contiene lactida purificada tiene 0,1-30 meq/kg de acidez residual, preferentemente 0,5-6 meq/kg de acidez residual.

La etapa (c) se lleva a cabo adecuadamente en una unidad de cristalización a partir de fundido que tiene una superficie fría. Adecuadamente, la cristalización a partir de fundido se lleva a cabo en un modo continuo o en un modo por lotes de funcionamiento que se hace funcionar de tal manera que la unidad de cristalización a partir de fundido se comporte como una unidad pseudocontinua. La cristalización a partir de fundido en la etapa (c) se puede llevar a cabo adecuadamente en una o más unidades de cristalización en serie. Se puede usar cualquier tipo de unidad de cristalización a partir de fundido sin la necesidad de un disolvente de acuerdo con la presente invención. Los ejemplos adecuados de las subunidades de cristalización a partir de fundido que se pueden usar en el aparato de la invención incluyen subunidades de cristalización estática, en película descendente y a partir de fundido en suspensión, y los ejemplos adecuados de los pasos de cristalización a partir de fundido que se pueden usar en el procedimiento de la invención incluyen pasos de cristalización estática, en película descendente y a partir de fundido en suspensión. En un modo de realización del aparato, se hace uso adecuadamente de una subunidad de cristalización en película descendente, y, en un modo de realización del procedimiento, se hace uso adecuadamente de un paso de cristalización en película descendente. El experto en la técnica entenderá que también se pueden usar diversas combinaciones de los diferentes tipos de subunidades de cristalización a partir de fundido en el aparato de la invención, y se pueden usar diversas combinaciones de los diferentes tipos de pasos de cristalización a partir de fundido en el procedimiento de la invención. En otro modo de realización del procedimiento de la presente invención, se usa una combinación de un paso de cristalización en película descendente o un paso de cristalización a partir de fundido en suspensión y un paso de cristalización estática, lo que permite obtener un alto rendimiento de lactida. Los inventores han descubierto sorprendentemente que, con dicho procedimiento combinado, se puede reducir el número de pasos de cristalización en uno o dos para obtener la misma pureza en comparación con un procedimiento de cristalización convencional, o, con el mismo número de pasos, el procedimiento combinado producirá un mejor producto. Adecuadamente, la cristalización a partir de fundido en la etapa (c) se mantiene en el intervalo de temperatura de cristalización por congelación y muy por debajo del punto de ebullición de la lactida.

El procedimiento de la presente invención establece una cinética mejorada del crecimiento de los cristales, como resultado de lo cual se incorporan menos impurezas a los cristales de lactida que se van a recuperar. Las impurezas permanecerán en la fase de líquido (agua de cristalización) en la unidad de cristalización a partir de fundido y se eliminarán por medio de la corriente de residuo una vez que se haya completado el crecimiento de los cristales.

La corriente de residuo obtenida en la etapa (c) preferentemente se recicla al menos parcialmente a la etapa (a). Preferentemente, la corriente de residuo al completo obtenida en la etapa (c) se recicla a la etapa (a).

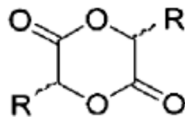
En un modo de realización atractivo particular de la presente invención, el presente procedimiento comprende, además, las siguientes etapas:

(e) someter al menos parte de la corriente de líquido que contiene éster cíclico obtenida del primer tratamiento de evaporación a un segundo tratamiento de evaporación para obtener una segunda corriente de vapor que contiene éster cíclico y una segunda corriente de líquido que contiene éster cíclico;

(f) someter al menos parte de la segunda corriente de vapor que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (e) a un tratamiento de condensación para obtener una tercera corriente de líquido que contiene éster cíclico; y

(g) someter al menos parte de la tercera corriente de líquido que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (f) a la etapa (a) y/o etapa (c).

En consecuencia, la presente invención también se refiere a un procedimiento para la purificación de una corriente que contiene un éster cíclico de un ácido alfa-hidroxicarboxílico de fórmula (I)



fórmula (I)

5

en la que cada R representa independientemente hidrógeno o un hidrocarburo alifático que tiene de 1 a 6 átomos de carbono que comprende las etapas de:

(i) separar la corriente que contiene éster cíclico en una columna de destilación, en una o más fracciones de vapor que contienen éster cíclico y una o más fracciones de líquido que contienen éster cíclico;

10 (ii) someter una fracción de líquido que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (i) a un primer tratamiento de evaporación para obtener una primera corriente de vapor que contiene éster cíclico y una primera corriente de líquido que contiene éster cíclico.

15 (iii) extraer una fracción de vapor que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (i) de la columna de destilación por medio de un extractor lateral e introducirla en una unidad de condensación a fin de condensar la fracción de vapor que contiene éster cíclico que deriva al menos parcialmente de la primera corriente de vapor que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (ii) para obtener un condensado que contiene éster cíclico;

(iv) someter al menos parte del condensado que contiene éster cíclico obtenido en las etapas (iii) para cristalización a partir de fundido para obtener una corriente que contiene éster cíclico purificada y una corriente de residuo;

20 (v) recuperar la corriente que contiene éster cíclico purificada obtenida en la etapa (iv).

(vi) someter al menos parte de la corriente de líquido que contiene éster cíclico obtenida del primer tratamiento de evaporación a un segundo tratamiento de evaporación para obtener una segunda corriente de vapor que contiene éster cíclico y una segunda corriente de líquido que contiene éster cíclico;

25 (vii) someter al menos parte de la segunda corriente de vapor que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (vi) a un tratamiento de condensación para obtener una tercera corriente de líquido que contiene éster cíclico; y

(viii) someter al menos parte de la tercera corriente de líquido que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (vii) a la etapa (i) y/o etapa (iv).

La corriente de residuo obtenida en la etapa (iv) se recicla preferentemente al menos parcialmente a la etapa (i). Preferentemente, se recicla completamente a la etapa (i).

30 Preferentemente, el éster cíclico de fórmula (I) es lactida.

35 En un modo de realización preferente, la primera corriente de líquido que contiene lactida obtenida en la etapa (ii) se hace pasar a un separador de gas antes de que se someta al segundo tratamiento de evaporación. En el separador de gas, los componentes más volátiles, tales como agua, aire, ácido láctico y lactida vaporizada (gas disuelto) se separan de la primera corriente de líquido que contiene lactida. A continuación, la primera corriente de líquido que contiene lactida así obtenida se somete al segundo tratamiento de evaporación en la etapa (e) o etapa (vi). Adecuadamente, los componentes más volátiles que se separan en el separador de gas de la primera corriente de líquido que contiene lactida también se someten al tratamiento de condensación en la etapa (vii).

40 Dicho separador de gas se hace funcionar adecuadamente a una temperatura en el intervalo de desde 80-200°C, preferentemente en el intervalo de desde 80-180°C, más preferentemente en el intervalo de desde 100-160°C, y una presión en el intervalo de desde 3-50 mbara, preferentemente en el intervalo de desde 7-20 mbara.

El separador de gas se hace funcionar adecuadamente a una temperatura en el intervalo de desde 80-180°C y una presión en el intervalo de 3-50 mbara. Preferentemente, el separador de gas se hace funcionar a una temperatura en el intervalo de desde 100-160°C y una presión en el intervalo de 7-20 mbara.

45 En el segundo tratamiento de evaporación, la lactida vaporizada se separa adecuadamente de líquido de lactida, oligómeros del ácido láctico e impurezas.

Preferentemente, el segundo tratamiento de extracción de vapor de acuerdo con la presente invención es un tratamiento de evaporación de película limpiada. La unidad de evaporación de película limpiada en la que se

lleva a cabo el tratamiento de evaporación de película limpiada es preferentemente una unidad de evaporación de película limpiada que comprende un condensador externo o interno.

5 El segundo tratamiento de evaporación en la etapa (e) o etapa (vi) se lleva a cabo adecuadamente a una temperatura en el intervalo de desde 80-200°C, preferentemente en el intervalo de desde 100-180°C, más preferentemente en el intervalo de desde 100-160°C, y una presión en el intervalo de desde 3-50 mbara, preferentemente en el intervalo de desde 7-20 mbara.

10 El segundo tratamiento de evaporación se lleva a cabo adecuadamente a una temperatura en el intervalo de desde 80-180°C y una presión en el intervalo de 3-50 mbara. Preferentemente, el segundo tratamiento de evaporación se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de desde 100-160°C y una presión en el intervalo de 7-20 mbara.

15 La segunda corriente de líquido que contiene lactida obtenida en la etapa (vi) se puede procesar adicionalmente. Adecuadamente, la segunda corriente de líquido que contiene lactida obtenida en la etapa (vi) se hace pasar en primer lugar a un depósito de recepción antes de que se procese adicionalmente. Al menos parte de la segunda corriente de líquido que contiene lactida contenida en el depósito de recepción se puede reciclar a la etapa (vi), preferentemente junto con la corriente añadida. La parte restante de la segunda corriente de líquido que contiene lactida se extraerá del depósito de recepción y se puede procesar adicionalmente.

Adecuadamente, la tercera corriente de líquido que contiene lactida se hace pasar a un depósito de recepción antes de que al menos parte de ella se someta a la etapa (i) o etapa (iv).

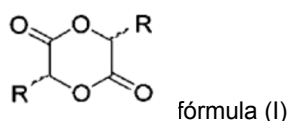
20 De acuerdo con la presente invención, se puede recuperar una corriente que contiene lactida de alta pureza en la etapa (d) o etapa (v). La corriente que contiene lactida recuperada contiene un 90-99,9 % en peso, preferentemente un 95-99,5 % en peso, más preferentemente un 97-99 % en peso de L-lactida, basándose en el peso total de la corriente que contiene lactida purificada. Se pueden obtener los mismos resultados con D-lactida. El contenido de mesolactida está adecuadamente en el intervalo de desde un 0-1 % en peso, preferentemente en el intervalo de un 0-0,5 % en peso, basándose en el peso total de la corriente que contiene lactida purificada.

25 Adecuadamente, la corriente que contiene lactida purificada que se va a recuperar tendrá un contenido de agua en el intervalo de desde 0-100 ppm, preferentemente en el intervalo de desde 0-50 ppm, basándose en el peso total de la corriente que contiene lactida purificada. Adecuadamente, la corriente de lactida purificada tiene 0,1-30 meq/kg de acidez residual, preferentemente 0,5-6 meq/kg de acidez residual.

30 La corriente que contiene lactida purificada que se va a recuperar en la etapa (d) o etapa (v) presentará una apariencia próxima a transparente. En un modo de realización, la lactida purificada tiene un índice de amarilleamiento de acuerdo con ASTM E-313-98 de menos de o igual a 5, preferentemente de menos de o igual a 1, más preferentemente de menos de o igual a 0.

La presente invención también proporciona un aparato en el que se pueda llevar a cabo adecuadamente el presente procedimiento de purificación.

35 En consecuencia, la presente invención también se refiere a un aparato para la purificación de una corriente que contiene un éster cíclico de un ácido alfa-hidroxicarboxílico de fórmula (I)



en la que cada R representa independientemente hidrógeno o un hidrocarburo alifático que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, que comprende:

- 40 - una unidad de separación (2) que es una columna de destilación y comprende una o más entradas (1), una o más salidas (3, 4) y uno o más extractores laterales (8) para extraer una o más fracciones vaporizadas que contienen lactida de la unidad de separación (2);
- una unidad de condensación (9) que comprende una entrada que está en comunicación con al menos uno de los extractores laterales (8), y una o más salidas (10); y
- 45 - una unidad de cristalización a partir de fundido (11) que comprende una entrada que se comunica con al menos una de las salidas (10) de la unidad de condensación (9), y una o más salidas (12, 13).

Preferentemente, la unidad de separación es una columna de destilación en múltiples pasos, más preferentemente una columna de rectificación.

50 Preferentemente, el presente aparato comprende además una primera unidad de evaporación que comprende una o más entradas de las cuales al menos una se comunica con al menos una de las salidas de las unidades de

separación, y una o más salidas de las cuales al menos una se comunica con al menos una entrada de la unidad de separación.

5 La primera unidad de separación puede ser adecuadamente un evaporador de circulación forzada, un evaporador de placas, un evaporador de película limpiada, un evaporador de circulación, un evaporador de lecho fluidizado, un evaporador de película descendente, un evaporador de contraflujo de lecho fijo, un evaporador agitador, un evaporador de película limpiada, un sifón térmico y un evaporador de tubo en espiral.

Preferentemente, la primera unidad de evaporación es una unidad de evaporación en película descendente.

10 Preferentemente, el aparato de acuerdo con la presente invención comprende una segunda unidad de evaporación que comprende una o más entradas de las cuales al menos una se comunica con al menos una salida de la primera unidad de evaporación, y una o más salidas; y una unidad de condensación adicional que comprende una o más entradas de las cuales al menos una se comunica con al menos una salida de la segunda unidad de extracción de vapor y una o más salidas de las cuales al menos una se comunica con una entrada de la unidad de cristalización a partir de fundido.

15 Adecuadamente, la segunda unidad de evaporación puede ser un evaporador de circulación forzada, un evaporador de placas, un evaporador de circulación, un evaporador de lecho fluidizado, un evaporador de película descendente, un evaporador de contraflujo de lecho fijo, un evaporador agitador, un evaporador de película limpiada, un sifón térmico y un evaporador de tubo en espiral.

20 Preferentemente, la segunda unidad de evaporación es una unidad de evaporación de película limpiada, más preferentemente una unidad de evaporación de película limpiada que comprende un condensador externo o interno.

Preferentemente, al menos una de las salidas de la unidad de cristalización a partir de fundido está en comunicación con al menos una de las entradas de la unidad de separación.

La invención se ilustra además por medio de los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplos

25 Procedimientos de análisis

En los ejemplos 1 y 2, se determinaron el contenido de ácido láctico, mesolactida, L-lactida, impurezas, L2A y oligómero mediante cromatografía de gases. La muestra se preparó en acetonitrilo y fue necesaria una etapa de sililación antes de la inyección.

Se determinó el contenido de agua mediante Karl Fischer.

30 La acidez residual se determinó mediante valoración colorimétrica usando metóxido de sodio como valorante, rojo de fenol como indicador y acetona como disolvente.

35 Para los presentes ejemplos, el índice de amarillo es un número calculado a partir de datos espectrofotométricos que describe el cambio de color de una muestra de prueba de incoloro a amarillo. De acuerdo con la metodología de ASTM, existe una definición de blancura y amarilleamiento. El índice de amarilleamiento según ASTM E-313-98 se usa para determinar el grado en que el color de una muestra se aleja de un blanco ideal. En el presente caso, se ha medido el índice de amarillo sobre un brillo de esfera de guía de espectro S 6836 de BYK.

Ejemplo 1

Unidad de purificación

40 El equipo de purificación comprende una columna de rectificación rellena con el relleno estructurado ROMBOPAK S6M que tiene una altura total de 2,7 metros. El relleno es un relleno de hojas de metal que produce 3,5 número de pasos teóricos por metro con una mezcla de prueba recomendada de acuerdo con la Federación Europea de Ingeniería Química.

La columna de rectificación usada en el procedimiento de la invención está constituida por:

45 Una sección superior equipada con un sistema de reflujo que permite una posición de reflujo total, y que tiene 1,0 metro de relleno estructurado entre la parte superior y el punto de inyección de la corriente de lactida en bruto,

una sección central desde el punto de inyección hasta el conducto del extractor lateral y que tiene 1,3 metros de relleno estructurado, y

50 una sección inferior que tiene 0,4 metros de relleno estructurado. La sección inferior está equipada con un sistema de calentador dedicado a convertir la corriente de líquido de lactida en bruto que se extrae en una corriente que contiene gas de lactida, haciéndola pasar a través de una sección de evaporación que comprende

un evaporador de película descendente; reinyectándose la fase de vapor recuperada de la misma en la columna de rectificación, mientras que la fase de líquido se hace pasar a través de un segundo evaporador de película descendente o bien se reinyecta directamente a la unidad de oligomerización.

- 5 La corriente de lactida que contiene vapor extraída del extractor lateral se envía a un condensador y, a continuación, finalmente a la unidad de cristalización a partir de fundido.

Operación de purificación

La corriente de lactida en bruto, cuya composición se da en la tabla 1, se inyectó en la columna de rectificación a una velocidad de 6,61 kg/h, a una temperatura de 114°C y se sometió a condiciones de destilación. Se eliminó un destilado de 0,19 kg/h desde la parte superior de la columna, cuya composición se da en la tabla 2.

Tabla 1

Ácido láctico: 0,87 %

Mesolactida: 2,89 %

L-lactida: 88,28 %

Impurezas: 0,51 %

L2A: 2,07 %

Oligómero: 5,38 %

Índice de amarillo: 14,2

Tabla 2

Ácido láctico: 24,96 %

Mesolactida: 20,67 %

L-lactida: 42,32 %

Impurezas: 8,48 %

L2A: 2,47 %

Oligómero: 1,10 %

Índice de amarillo: 10,0

- 10 El término L2A significa dímero lineal del ácido láctico. Se extrajo un producto de la parte inferior de la parte inferior de la primera unidad de evaporación (7) a una velocidad de 2,32 g/h y a una temperatura de 151°C.

La corriente de gas de lactida extraída del extractor lateral de la columna de rectificación, a una velocidad de 4,10 kg/h y a una temperatura de 133 °C, a continuación, se inyectó directamente en el condensador. La composición del producto recuperado como condensado del condensador se da en la tabla 3.

- 15 Tabla 3

Ácido láctico: 0 %

Mesolactida: 2,5 %

L-lactida: 97,27 %

Impurezas: 0 %

- 20 L2A: 0,23 %

Oligómero: 0 %

Agua: 214 ppm

Acidez residual: 33,2 mEq/kg

Índice de amarillo: menos 1,2 (-1,2)

- 25 La corriente de lactida recuperada del condensador se envió directamente a la unidad de cristalización a partir de fundido. El cristizador usado fue un cristizador de película descendente, equipado con un elemento de cristizador tubular a escala industrial. Se realizaron sucesivamente tres pasos de purificación en película descendente, el análisis de las muestras de cada paso demostró que, en realidad, eran suficientes dos pasos para obtener un producto que tuviera la pureza deseada. La corriente de residuo extraída de la unidad de cristalización a partir de fundido se sometió a un paso de destilación en un cristizador de película descendente y/o un cristizador estático.
- 30

Después de los pasos de purificación, se recuperó un producto que contenía lactida que comprendía un 99,83 % de L-lactida, un 0,14 % de mesolactida, un 0,03 % de ácido láctico, sin impurezas y sin L2A, pero solo 28,3 ppm de agua y una acidez residual de 1,43 mEq/kg.

El índice de amarillo del producto así recuperado fue de menos 2,7 (-2,7). Este producto es conveniente para la polimerización a PLA. Además, la lactida obtenida así purificada tiene buena coloración, así como también un contenido de agua muy pequeño.

Ejemplo 2

- 5 Se ha usado la misma corriente de lactida en bruto que en el ejemplo 1 y tratado en la misma columna de relleno de rectificación en las mismas condiciones de funcionamiento, tales como las descritas en el ejemplo 1, excepto que el producto de la parte inferior se ha tratado de manera diferente.

10 Así, la corriente de líquido de lactida recuperada después de la primera unidad de evaporación (7) se envió a una segunda unidad de evaporación (14), la corriente de gas de lactida recuperada de dicha segunda unidad de evaporación, que estaba constituida de un evaporador de película limpiada, se envió al condensador (17).

El producto condensado después de dicho condensador (17) estaba constituido de un 95,83 % de L-LD y el caudal de condensado que abandonaba dicho condensador era de 0,35 kg/h.

En otros términos, dicha operación dio una ganancia de un 8,41 % en rendimiento sobre la del ejemplo 1, que se hizo funcionar sin dicha segunda unidad de evaporación.

- 15 Este producto que contenía lactida se envió a la unidad de cristalización a partir de fundido (11), junto con la corriente que contenía lactida procedente del lado del extractor lateral del condensador (9), y que tenía la composición como se describe en el ejemplo 1.

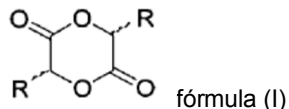
20 En la unidad de cristalización (11), se llevaron a cabo cuatro pasos en una subunidad de cristalización en película descendente (incluyendo un paso de destilación) y un paso en una subunidad de cristalización estática. Después de la purificación de ambas corrientes que contenían lactida bajo cristalización a partir de fundido, se recuperó una lactida final después de dos pasos de purificación que contenía un producto que comprendía un 99,82 % de L-lactida, un 0,14 % de mesolactida, un 0,04 % de ácido láctico, sin impurezas y sin L2A, pero solo 30,2 ppm de agua y una acidez residual de 1,49 mEq/kg.

El índice de amarillo del producto así recuperado fue de menos 2,6 (-2,6).

- 25 El producto es conveniente para la polimerización a PLA.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la purificación de una corriente que contiene un éster cíclico de un ácido alfa-hidroxicarboxílico de fórmula (I),



5 en la que cada R representa independientemente hidrógeno o un hidrocarburo alifático que tiene de 1 a 6 átomos de carbono que comprende las etapas de:

(a) separar la corriente que contiene éster cíclico en una columna de destilación, en una o más fracciones de vapor que contienen éster cíclico y una o más fracciones de líquido que contienen éster cíclico;

10 (b) extraer una fracción de vapor que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (a) de la columna de destilación por medio de un extractor lateral e introducirla en una unidad de condensación a fin de condensar la fracción de vapor que contiene éster cíclico para obtener un condensado que contiene éster cíclico;

(c) someter al menos parte del condensado que contiene éster cíclico obtenido en la etapa (b) a cristalización a partir de fundido para obtener una corriente que contiene éster cíclico purificada y una corriente de residuo; y

(d) recuperar la corriente que contiene éster cíclico purificada obtenida en la etapa (c).

15 2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el condensado que contiene éster cíclico se subfunde en la etapa (b) de 5 a 10 °C por encima de su punto de congelación antes de que se someta a cristalización a partir de fundido en una etapa (c).

20 3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en el que una fracción de líquido que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (a) se somete a un primer tratamiento de evaporación, en el que se separan agua, ácido láctico o glicolida y vapor de éster cíclico de líquido de éster cíclico, oligómeros del ácido alfa-hidroxicarboxílico u oligómeros de poliglicolida y otras impurezas, para obtener una primera corriente de vapor que contiene éster cíclico y una primera corriente de líquido que contiene éster cíclico, y en el que la fracción de vapor que contiene éster cíclico que se ha de condensar en la etapa (b) deriva al menos parcialmente de la primera corriente de vapor que contiene éster cíclico obtenida del primer tratamiento de evaporación.

25 4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, que comprende además las siguientes etapas:

30 (e) someter al menos parte de la corriente de líquido que contiene éster cíclico obtenida del primer tratamiento de evaporación a un segundo tratamiento de evaporación, preferentemente un tratamiento de evaporación de película limpiada, en el que el vapor de éster cíclico se separa del líquido de éster cíclico, oligómeros del ácido alfa-hidroxicarboxílico y otras impurezas, para obtener una segunda corriente de vapor que contiene éster cíclico y una segunda corriente de líquido que contiene éster cíclico;

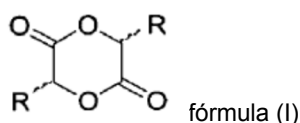
(f) someter al menos parte de la segunda corriente de vapor que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (e) a un tratamiento de condensación para obtener una tercera corriente de líquido que contiene éster cíclico; y

(g) someter al menos parte de la tercera corriente de líquido que contiene éster cíclico obtenida en la etapa (f) a la etapa (a) y/o etapa (c).

35 5. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que al menos parte de la corriente de residuo obtenida en la etapa (c) se recicla a la etapa (a).

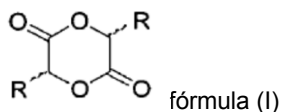
6. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que en la etapa (c) se hace uso de una combinación de un paso de cristalización en película descendente o un paso de cristalización a partir de fundido en suspensión y un paso de cristalización estática.

40 7. Un aparato para la purificación de una corriente que contiene un éster cíclico de un ácido alfa-hidroxicarboxílico de fórmula (I)



en la que cada R representa independientemente hidrógeno o un hidrocarburo alifático que tiene de 1 a 6 átomos de carbono, que comprende:

- una unidad de separación (2) que es una columna de destilación, y comprende una o más entradas (1), una o más salidas (3, 4) y uno o más extractores laterales (8) para extraer una o más fracciones de vapor que contienen éster cíclico de la unidad de separación (2);
 - una unidad de condensación (9) que comprende una entrada que está en comunicación con al menos uno de los extractores laterales (8), y una o más salidas (10); y
 - una unidad de cristalización a partir de fundido (11) que comprende una entrada que se comunica con al menos una de las salidas (10) de la unidad de condensación (9), y una o más salidas (12, 13).
8. Un aparato de acuerdo con la reivindicación 7, que comprende además una primera unidad de evaporación (5), que comprende una o más entradas de las cuales al menos una se comunica con al menos una de las salidas (4) de la unidad de separación (2), y una o más salidas (6, 7) de las cuales al menos una se comunica con al menos una entrada de la unidad de separación (2).
9. Un aparato de acuerdo con la reivindicación 8, que comprende una segunda unidad de evaporación (14) que comprende un condensador externo o interno, en el que la segunda unidad de evaporación (14) comprende una o más entradas de las cuales al menos una se comunica con al menos una salida (7) de la primera unidad de evaporación (5), y una o más salidas (15, 16); y una unidad de condensación (17) adicional que comprende una o más entradas de las cuales al menos una se comunica con al menos una salida (16) de la segunda unidad de evaporación (14) y una o más salidas (18) de las cuales al menos una se comunica con una entrada de la unidad de cristalización a partir de fundido (11).
10. Un aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7-9, en el que al menos una de las salidas (13) de la unidad de cristalización a partir de fundido (11) está en comunicación con al menos una de las entradas de la unidad de separación.
11. Uso de un aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7-10 para la purificación de una corriente que contiene un éster cíclico de un ácido alfa-hidroxicarboxílico de fórmula (I)



- 25 en la que cada R representa independientemente hidrógeno o un hidrocarburo alifático que tiene de 1 a 6 átomos de carbono.

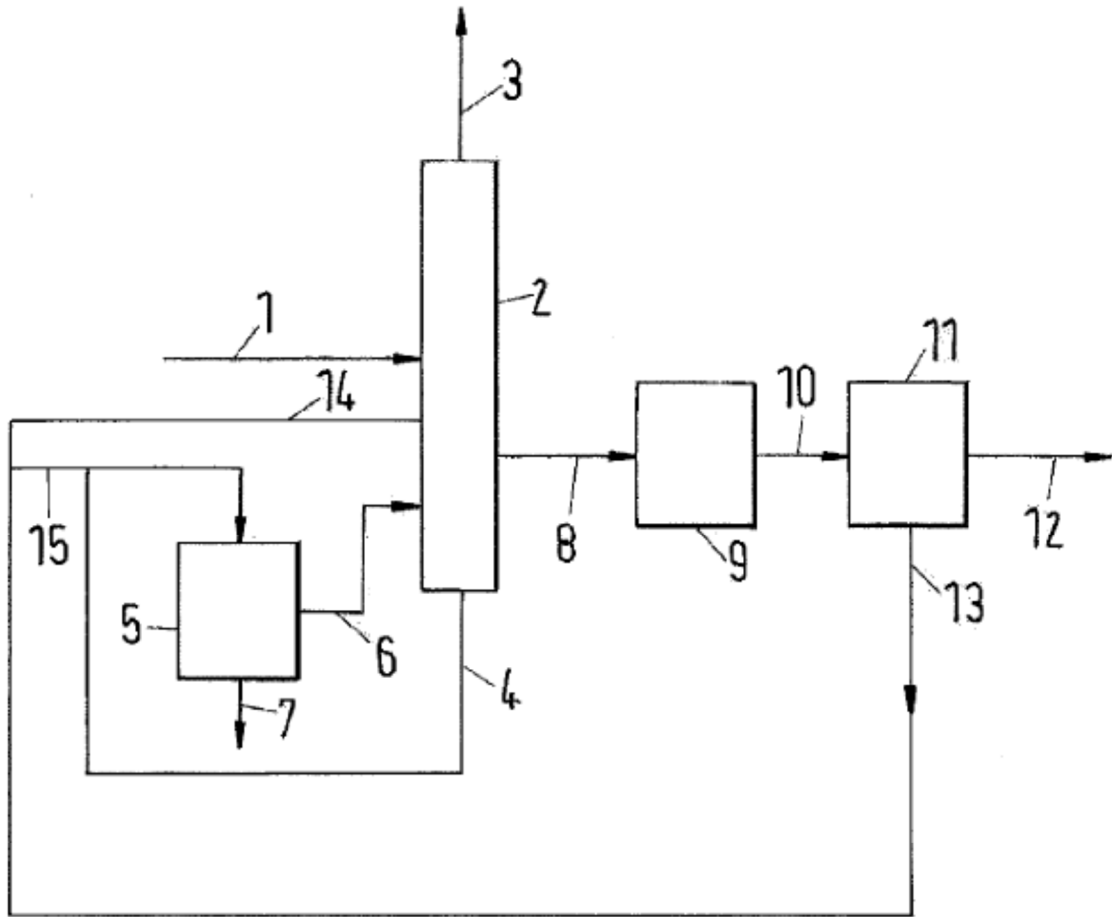


Fig.1

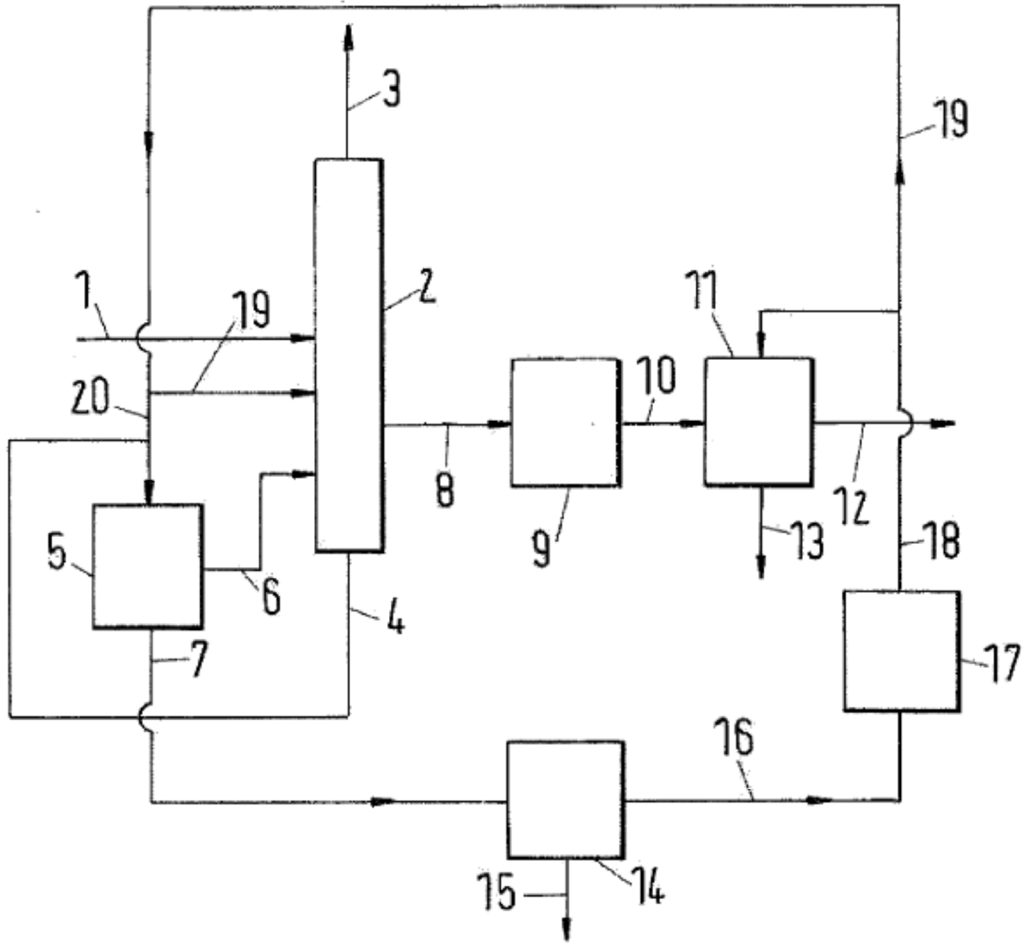


Fig.2