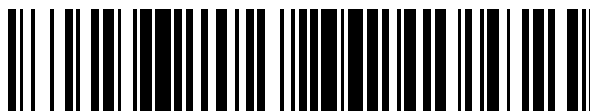


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 675 893**

51 Int. Cl.:

**C07C 67/54** (2006.01)

**C07C 69/54** (2006.01)

**B01D 3/12** (2006.01)

**B01D 3/42** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.03.2010** **PCT/EP2010/053963**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.11.2010** **WO10127909**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.03.2010** **E 10712045 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.05.2018** **EP 2427421**

54 Título: **Procedimiento para la purificación de monómeros**

30 Prioridad:

**06.05.2009 DE 102009002861**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**13.07.2018**

73 Titular/es:

**EVONIK RÖHM GMBH (100.0%)**  
**Kirschenallee 45**  
**64293 Darmstadt, DE**

72 Inventor/es:

**BRÖLL, DIRK;**  
**MAUL, CHRISTIAN;**  
**LAUX, BENEDIKT y**  
**SCHLEEP, VOLKER**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 675 893 T3

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

## DESCRIPCIÓN

## Procedimiento para la purificación de monómeros

La presente invención se refiere a un procedimiento para la purificación de monómeros. El presente documento describe además una instalación para la puesta en práctica de este procedimiento.

- 5 Los monómeros son compuestos reactivos que se pueden polimerizar fácilmente. Si bien esta polimerización se puede minimizar en muchos casos, estos compuestos conducen a coloraciones y a reacciones secundarias. Además, cantidades de estabilizador mayores pueden influir negativamente sobre la elaboración ulterior de los monómeros en reacciones de polimerización subsiguientes, de modo que algunas especificaciones limitan el contenido en estabilizadores. Por lo tanto, la purificación de monómeros constituye un problema permanente. Esto
- 10 se considera en especial para monómeros con un punto de ebullición elevado, ya que éstos se purifican en condiciones en las que se puede suprimir una polimerización solo con relativa dificultad, es decir, con cantidades elevadas de inhibidores de polimerización. Por consiguiente, es extremadamente complicado obtener especialmente monómeros muy reactivos con un punto de ebullición elevado sin pérdidas de rendimiento elevadas en una pureza muy elevada. A estos monómeros pertenecen, a modo de ejemplo, (met)acrilatos de hidroxialquilo.
- 15 Un procedimiento preferente para la producción y purificación de (met)acrilatos de hidroxialquilo se describe, entre otras, en la solicitud de patente europea EP-A-1 090 904. Por consiguiente, una mezcla de reacción que comprende (met)acrilatos de hidroxialquilo se puede purificar de modo especialmente eficiente mediante una destilación, que se combina con un evaporador de capa fina. Los procedimientos presentados en el documento EP-A-1 090 904 conducen a productos relativamente puros en rendimientos elevados. Sin embargo, para aplicaciones especiales se
- 20 requieren (met)acrilatos de hidroxialquilo especialmente puros. Estos monómeros se emplean, a modo de ejemplo, para la producción de lentes de contacto, como se describe, a modo de ejemplo, en el documento US 4,375,534. La pureza de producto especialmente elevada necesaria a tal efecto se puede obtener con el procedimiento descrito en el documento EP-A-1 090 904. El documento EP 0365777 da a conocer un procedimiento para la producción de acrilatos y metacrilatos de punto de ebullición elevado mediante transesterificación con alcoholes polivalentes, alimentándose el producto a una evaporación de vía corta a una temperatura de cola de 110 a 170°C y una presión de 0,01 a 10 mbar tras la separación del catalizador. El documento JP 2008297242 reivindica un procedimiento para la producción de (met)acrilato de alquiladamantilo. En un proceso de purificación de 2 etapas, tras la eliminación de impurezas con un punto de ebullición mayor que el de (met)acrilato de alquiladamantilo, se eliminan las impurezas con menor punto de ebullición. La densidad de corriente másica de vapores no se da a conocer en el documento EP
- 25 0365777 ni en el documento JP 2008297242. Respecto al estado de la técnica, la tarea de la presente invención era ahora poner a disposición un procedimiento para la purificación de monómeros, con el que fuera obtenible una pureza especialmente elevada. En este caso, el producto se debía obtener en lo posible en rendimientos elevados, y en suma bajo consumo de energía reducido. En este caso, la concentración de estabilizador se debía mantener lo más reducida posible.
- 30 Además, por consiguiente, era tarea de la presente invención poner a disposición un procedimiento con el que se pudieran purificar monómeros de punto de ebullición elevado de manera segura y sencilla. En este caso se debía poder prescindir especialmente del empleo de grandes cantidades de inhibidores de polimerización. Además, los monómeros purificados debían presentar cantidades de inhibidores de polimerización especialmente reducidas, de modo que se pudiera ajustar la inhibición de composiciones monoméricas a requisitos específicos, que vienen dados por la elaboración ulterior.
- 35 Estos, así como otros problemas no citados explícitamente, que se pueden derivar o inferir sin mayor problema de las relaciones discutidas en este caso de manera preliminar, se solucionan mediante un procedimiento con todas las características de la reivindicación 1. En las reivindicaciones dependientes referidas a la reivindicación 1 se protegen modificaciones convenientes del procedimiento según la invención.
- 40 Por consiguiente, es objeto de la presente invención un procedimiento para la purificación de monómeros, siendo los monómeros (met)acrilatos con un grupo hidroxí en el resto alquilo, evaporándose y condensándose a continuación al menos una parte de los monómeros contenidos en una composición de partida, que está caracterizado por que se evapora al menos una parte de la composición de partida en un evaporador de vía corta, seleccionándose la densidad de corriente másica de vapores  $\dot{m}$  según la relación (I)
- 45

$$\dot{m} \leq 1800 \frac{\text{kg} \cdot \sqrt{K}}{\text{mbar} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{h} \cdot \sqrt{\frac{\text{kg}}{\text{kmol}}}} \cdot p_i \cdot \left( \frac{\tilde{M}}{T} \right)^{0,5} \quad (1),$$

donde

$\tilde{M}$  es el peso molecular medio de los vapores en el evaporador de vía corta en kg/kmol

5 T es la temperatura de los vapores en K

$p_i$  es la presión en el evaporador de vía corta en mbar

$\dot{m}$  es la densidad de corriente másica de los vapores en kg/(m<sup>2</sup>·h), y

la composición de partida comprende al menos un 95 % en peso de monómero. De esta manera se pone a disposición de modo imprevisible un procedimiento para la purificación de monómeros, con el que se puede obtener una pureza especialmente elevada. En este caso, el producto se puede obtener en rendimientos elevados, y en suma bajo consumo de energía reducido. Mediante el procedimiento según la invención se pueden purificar en especial monómeros de punto de ebullición elevado de manera segura y sencilla. En este caso se puede prescindir en especial del empleo de grandes cantidades de inhibidores de polimerización. Además, los monómeros purificados presentan cantidades de inhibidores de polimerización especialmente reducidas, de modo que la inhibición de las composiciones monoméricas se puede ajustar a requisitos específicos.

Además, el presente documento describe una instalación para la puesta en práctica del procedimiento. Esta instalación se puede producir y accionar de manera económica. La instalación se distingue en especial por intervalos de mantenimiento cortos, tiempos de parada breves y un control sencillo. Según la invención se evapora, y a continuación se condensa al menos una parte de una composición de partida, que contiene al menos un monómero. En este caso son de especial interés particularmente procedimientos en los que se evapora preferentemente al menos un 5 a un 95 % en peso, de modo especialmente preferente un 10 a un 80 % en peso, y de modo muy especialmente preferente un 20 a un 60 % en peso de la composición de partida. En procedimientos continuos, esta magnitud resulta de las proporciones ponderales del monómero purificado respecto a las proporciones no evaporadas de composición de partida, que se esclusan del evaporador.

25 En este contexto, el concepto "composición de partida" designa la composición que se introduce en el evaporador de vía corta para evaporar y condensar los monómeros.

En el presente documento, los monómeros son compuestos polimerizables a través de radicales, que presentan al menos un doble enlace carbono-carbono, que es preferentemente terminal.

30 A estos monómeros pertenecen en especial monómeros con un grupo ácido, monómeros que comprenden un grupo éster y monómeros de estireno.

A los monómeros que comprenden grupos éster preferentes pertenecen en especial (met)acrilatos, fumaratos, maleatos y/o acetato de vinilo. La expresión (met)acrilatos comprende metacrilatos y acrilatos, así como mezclas de ambos. Estos monómeros son extensamente conocidos.

Los monómeros empleados según la invención son (met)acrilatos con un grupo hidroxilo en el resto alquilo, en especial metacrilato de 2-hidroxietilo (HEMA), acrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de hidroxipropilo, en especial metacrilato de 2-hidroxipropilo y metacrilato de 3-hidroxipropilo (HPMA), y/o acrilato de hidroxipropilo, en especial acrilato de 2-hidroxipropilo y acrilato de 3-hidroxipropilo, (met)acrilato de hidroxibutilo, preferentemente metacrilato de hidroxibutilo (HBMA), (met)acrilato de 2,3-dihidroxipropilo, (met)acrilato de 3,4-dihidroxibutilo, (met)acrilatos que se derivan de ácidos grasos insaturados o amidas grasas insaturadas, como linolato de (met)acrilatoiloxi-2-hidroxipropilo, linolenato de (met)acrilatoiloxi-2-hidroxipropilo, oleato de (met)acrilatoiloxi-2-hidroxipropilo. El procedimiento según la invención se puede emplear de modo especialmente ventajoso para la purificación de monómeros de punto de ebullición elevado. En el presente documento, se entiende por monómeros de punto de

ebullición elevado monómeros con un punto de ebullición de al menos 100°C, preferentemente al menos 150°C, y de modo especialmente preferente al menos 200°C a presión normal (1013 bar).

- 5 En especial se pueden obtener ventajas sorprendentes en la purificación de metacrilatos, en especial de metacrilato de 2-hidroxietilo, dimetacrilato de 2,2-bis(hidroximetil)-1,3-propanodiol, metacrilato de 2-hidroxipropilo, metacrilato de 3-hidroxipropilo, siendo especialmente preferente la purificación de metacrilatos de hidroxialquilo.

Según un aspecto ulterior de la presente invención se pueden emplear ventajosamente acrilatos. A los acrilatos, que se pueden purificar sorprendentemente de manera sencilla con el presente procedimiento, pertenecen, entre otros, acrilato de 2-hidroxietilo, diacrilato de 2,2-bis(hidroximetil)-1,3-propanodiol, acrilato de 2-hidroxipropilo, acrilato de 3-hidroxipropilo.

- 10 La proporción de monómero a purificar en una composición de partida a emplear según la invención asciende al menos a un 95 % en peso, y de modo muy especialmente preferente al menos a un 98 % en peso. Esta proporción se puede determinar en especial mediante cromatografía de gases.

- Además de productos secundarios y subproductos, la composición de partida puede contener inhibidores de polimerización. Entre los inhibidores de polimerización a emplear preferentemente cuentan en especial compuestos  
15 fenólicos, como por ejemplo hidroquinona, éteres de hidroquinona, como monometiléter de hidroquinona, terc-butilhidroquinona, 2,6-di-terc-butilhidroquinona, 2,5-di-terc-butilhidroquinona, 2,4-dimetil-6-terc-butilfenol o di-terc-butilbrenzocatequina; *p*-fenilendiaminas, como por ejemplo *N,N'*-difenil-*p*-fenilendiamina, *N,N'*-Di-2-naftil-*p*-fenilendiamina, *N,N'*-di-*p*-tolil-*p*-fenilendiamina, *N*-1,3-dimetilbutil-*N'*-fenil-*p*-fenilendiamina y *N*-1,4-dimetilpentil-*N'*-fenil-*p*-fenilendiamina; aminas, como por ejemplo tioldifenilamina y fenotiazina; dialquilditiocarbamatos de cobre, como por ejemplo dimetilditiocarbamatos de cobre, dietilditiocarbamatos de cobre y dibutilditiocarbamatos de cobre; nitrosocompuestos, como por ejemplo nitrosodifenilamina, nitrito de isoamilo, *N*-nitrosociclohexilhidroxilamina, *N*-nitroso-*N*-fenil-*N*-hidroxilamina y sus sales; y compuestos de *N*-oxilo, como por ejemplo 2,2,4,4-tetrametilazetidín-1-oxilo, 2,2-dimetil-4,4-dipropilazetidín-1-oxilo, 2,2,5,5-tetrametilpirrolidín-1-oxilo, 2,2,5,5-tetrametil-3-oxopirrolidín-1-oxilo, 2,2,6,6-tetrametilpiperidín-1-oxilo, 4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidín-1-oxilo, 6-aza-7,7-dimetil-espiro[4,5]decan-6-oxilo, 2,2,6,6-tetrametil-4-acetoxipiperidín-1-oxilo y 2,2,6,6-tetrametil-4-benzoiloxipiperidín-1-oxilo; azul de metileno, Nigrosin Base BA, 1,4-benzoquinona, fenoles con impedimento estérico, a modo de ejemplo 2,4-dimetil-6-terc-butilfenol y/o compuestos de tocoferol, preferentemente  $\alpha$ -tocoferol.

- Estos compuestos se pueden emplear por separado o en forma de mezclas, y se encuentran disponibles comercialmente en general. Para más detalles remítase a la literatura especializada común, en especial a Römpp-Lexikon Chemie; editor: J. Falbe, M. Regitz; Stuttgart, Nueva York; 10ª edición (1996); palabra clave "antioxidantes",  
30 y a las citas bibliográficas indicadas en este punto.

Se pueden obtener ventajas sorprendentes en especial mediante el empleo de composiciones de partida que contienen preferentemente 1 a 200 ppm, de modo especialmente preferente 5 a 150 ppm, y de modo muy especialmente preferente 10 a 70 ppm de inhibidor de polimerización.

- 35 En este caso son de especial interés composiciones de partida que comprenden monometiléter de hidroquinona, 4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidín-*N*-oxilo, tocoferol, *N,N*-dietilhidroxilamina, *N*-nitrosofenilhidroxilamina amónica (cupferrón) y/o hidroquinona, sin que de este modo se deba efectuar una limitación de la presente invención. En especial muestran ventajas sorprendentes composiciones de partida con una proporción ponderal de monometiléter de hidroquinona respecto a 4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidín-*N*-oxilo en el intervalo de 100:1 a 1:1, preferentemente en el intervalo de 40:1 a 10:1.  
40

- Según otro aspecto de la presente invención son preferentes composiciones de partida que presentan a lo sumo una proporción reducida de *N,N*-difenil-*p*-fenilendiamina, *N,N*-di-2-naftil-*p*-fenilendiamina, *N,N'*-di-*p*-tolil-*p*-fenilendiamina, *N*-1,3-dimetilbutil-*N'*-fenil-*p*-fenilendiamina, *N*-1,4-dimetilfenil-*N'*-fenil-*p*-fenilendiamina, fenotiazina, Nigrosin Base BA y/o 1,4-benzoquinona, ascendiendo su proporción preferentemente a 10 ppm como máximo, de modo especialmente preferente a 1 ppm como máximo.  
45

El procedimiento de la presente invención se distingue en especial por que se evapora y se condensa al menos una parte de la composición de partida en un evaporador de vía corta. En un evaporador de vía corta, el condensador está dispuesto dentro del evaporador, de modo que se suprime el tubo de vapores.

- Se pueden obtener ventajas sorprendentes en especial mediante el empleo de evaporadores de vía corta en los que la proporción de superficie de evaporador respecto a superficie de condensador se sitúa en el intervalo de 0,1 a 10.  
50

Según un acondicionamiento especial se puede emplear un evaporador de vía corta que comprende un sistema de limpieza, con el que la composición de partida a evaporar se distribuye uniformemente sobre la superficie del evaporador. A los sistemas preferentes pertenecen limpiadores de rodillo, limpiadores de solapa, limpiadores de solapa articulada, limpiadores de ala fija y limpiadores de rotor de raspado-rayado. En este caso, se pueden obtener ventajas sorprendentes mediante el empleo de un rotor de raspado-rayado, en el que el elemento de limpieza se presiona con fuerza elástica contra la superficie del evaporador.

Al menos una parte de la composición de partida se evapora en un evaporador de vía corta según la invención. En este caso se considera la relación (I)

$$\dot{m} \leq 1800 \frac{\text{kg} \cdot \sqrt{\text{K}}}{\text{mbar} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{h} \cdot \sqrt{\frac{\text{kg}}{\text{kmol}}}} \cdot p_i \cdot \left( \frac{\tilde{M}}{T} \right)^{0,5} \quad (I),$$

donde

$\tilde{M}$  es el peso molecular medio de los vapores en el evaporador de vía corta en kg/kmol

T es la temperatura de los vapores en K

$p_i$  es la presión en el evaporador de vía corta en mbar

$\dot{m}$  es la densidad de corriente másica de los vapores en kg/(m<sup>2</sup>·h)

Por consiguiente, las condiciones se seleccionan de modo que la densidad de corriente másica de los vapores sea menor o igual que el producto de

$$1800 \cdot p_i \cdot \left( \frac{\tilde{M}}{T} \right)^{0,5}$$

si las unidades no se indican para mayor claridad. La densidad de corriente másica de los vapores es preferentemente menor o igual que el producto de

$$1700 \cdot p_i \cdot \left( \frac{\tilde{M}}{T} \right)^{0,5},$$

teniendo las variables el significado expuesto anteriormente.

Una densidad de corriente másica elevada de los vapores conduce a un procedimiento muy rentable. En el caso de sobrepasar la relación expuesta anteriormente, se influye negativamente sobre la pureza y la calidad del producto. Además, un producto de partida con una proporción elevada de monómero contribuye sorprendentemente a una mejora de calidad inesperada.

En la anterior relación, el concepto "vapores" designa los gases que se evaporan en el evaporador y se condensan en el condensador. Este concepto designa los monómeros evaporados y condensados al despreciar las impurezas.

El peso molecular medio de los vapores en el evaporador de vía corta resulta del peso molecular de los monómeros del condensado. El peso molecular medio del condensado se puede determinar mediante análisis de los

componentes del condensado, que se puede efectuar, a modo de ejemplo, mediante cromatografía de gases. En este caso, el promedio se refiere a la media numérica de peso molecular.

5 La temperatura de los vapores en la relación (I) se refiere a la temperatura entre la superficie de evaporación y la superficie de condensación del evaporador de vía corta. Esta temperatura se puede determinar con un sensor de temperatura, en especial un elemento térmico o un sensor de temperatura de resistencia, según la norma DIN IEC 60751, o bien DIN 43772. La temperatura de los vapores, o bien del gas, se puede ajustar en especial a través de la regulación de la presión, así como el número de partículas en el evaporador.

La presión se refiere a la presión en el evaporador de vía corta, y se puede determinar en el punto en el que se forma el vacío en el evaporador de vía corta.

10 La presión a la que se efectúa la evaporación se sitúa en el intervalo de  $10^{-5}$  mbar a 10 mbar absolutos, de modo especialmente preferente en el intervalo de  $10^{-4}$  mbar a 1 mbar absolutos.

La densidad de corriente másica de los vapores  $\dot{m}$  resulta de la fórmula (II)

$$\dot{m} = \frac{\dot{M}}{A} \quad (II),$$

15 donde

$\dot{M}$  es la cantidad evaporada en kg/h y

A es la superficie del evaporador en m<sup>2</sup>.

20 La cantidad evaporada se puede calcular a través de la cantidad de condensado de vapores que se forma durante un tiempo de 1 hora. En este caso, la superficie del evaporador se refiere a la superficie interna calentada a través de la cual se efectúa una evaporación de la composición de partida en el evaporador de vía corta.

El límite superior de la densidad de corriente másica resulta de la anterior relación (I). El límite inferior resulta en especial de la eficiencia del procedimiento.

25 La densidad de corriente másica se puede controlar en especial a través de la energía de evaporación alimentada al evaporador de vía corta, en especial la temperatura del medio de calefacción, y de la cantidad de calor descargada en la condensación del vapor, en especial la temperatura del medio refrigerante.

La evaporación se lleva a cabo preferentemente a una temperatura en el intervalo de 15°C a 150°C, de modo especialmente preferente en el intervalo de 20 a 110°C, y de modo muy especialmente preferente 25°C a 60°C, refiriéndose estos datos a la temperatura media del medio de calefacción.

30 Según un aspecto especial, la condensación se puede efectuar a una temperatura en el intervalo de -50°C a 60°C, de modo especialmente preferente en el intervalo de -25°C a 50°C, y de modo muy especialmente preferente -7°C a 35°C, refiriéndose estos datos a la temperatura media del medio refrigerante.

La diferencia entre la temperatura de evaporación y la temperatura de condensación se puede situar preferentemente en el intervalo de 1 a 180°C, de modo especialmente preferente 2°C a 100°C, y de modo muy especialmente preferente 5 a 60°C.

35 El presente procedimiento de purificación se puede llevar a cabo preferentemente de manera continua, pudiéndose situar el tiempo de residencia medio del monómero en especial en el intervalo de 1 segundo a 5 minutos, de modo especialmente preferente en el intervalo de 5 segundos a 3 minutos.

40 En la evaporación de los monómeros a purificar, la composición de partida comprende a lo sumo un 5 % en peso, y de modo muy especialmente preferente a lo sumo un 2 % en peso de compuestos con un punto de ebullición de al menos 5°C por debajo del punto de ebullición del monómero a purificar. Por consiguiente, de la composición de

partida se pueden extraer componentes con un bajo punto de ebullición, antes de que se evaporen y condensen los monómeros contenidos en la composición de partida.

Estos componentes con un bajo punto de fusión se pueden eliminar de la composición de partida, en especial mediante evaporación. La separación de componentes con un bajo punto de ebullición se puede llevar a cabo preferentemente en un evaporador de vía corta.

La presión a la que se separan los componentes con un bajo punto de ebullición se sitúa preferentemente en un intervalo de 1 mbar a 20 mbar, de modo especialmente preferente en el intervalo de 2 mbar a 10 mbar. La temperatura a la que se separan los componentes con un bajo punto de ebullición se sitúa preferentemente en el intervalo de 40°C a 150°C, de modo especialmente preferente en el intervalo de 50°C a 110°C, refiriéndose estos datos a la temperatura media del medio de calefacción.

Según un desarrollo especial, el residuo obtenido tras la evaporación de al menos una parte de monómeros de la composición de partida se puede elaborar para separar restos de monómeros de este residuo. Esto se puede efectuar especialmente mediante evaporación de al menos una parte de este residuo en un evaporador de vía corta. La presión a la que se efectúa la evaporación de una parte de residuo se sitúa preferentemente en un intervalo de  $10^{-5}$  mbar a 10 mbar absolutos, de modo especialmente preferente en un intervalo de  $10^{-4}$  mbar a 1 mbar. La evaporación del residuo se puede llevar a cabo preferentemente a una temperatura en el intervalo de 15°C a 150°C, de modo especialmente preferente en el intervalo de 20 a 110°C, y de modo muy especialmente preferente 25°C a 60°C.

Preferentemente, los monómeros obtenidos a partir del residuo se purifican de nuevo mediante evaporación. A tal efecto se puede añadir el condensado obtenido a partir del residuo a la composición de partida, pudiéndose efectuar esto antes o tras la separación de componentes con un bajo punto de ebullición.

Mediante el presente procedimiento son posibles calidades de producto sorprendentemente elevadas. De este modo, el producto purificado puede comprender al menos un 98 % en peso, de modo especialmente preferente al menos un 99 % en peso, y de modo muy especialmente preferente un 99,5 % en peso.

Según un aspecto especial de la presente invención, los monómeros obtenibles mediante el procedimiento pueden presentar un bajo índice de color. De este modo, el índice de color tras una purificación según la invención asciende a lo sumo a 20, de modo especialmente preferente a lo sumo a 10, y de modo muy especialmente preferente a lo sumo a 5. El índice de color se puede determinar en especial mediante el procedimiento expuesto en el documento DE-A-10 131 479 (determinación de color según la escala de platino-cobalto; también llamado APHA o índice de turbidez).

Sorprendentemente, mediante la presente invención se puede poner a disposición una composición monomérica, cuyo índice de color aumenta como máximo en 5 unidades también tras un almacenaje a 30°C durante un intervalo de tiempo de 6 meses.

Según otro aspecto de la presente invención, la composición de partida se puede purificar varias veces, en especial dos veces, tres veces, cuatro veces o más frecuentemente con un evaporador de vía corta, evaporándose y condensándose otra vez al menos una parte del residuo respectivo.

Además, también son interesantes formas de realización del presente procedimiento, en las que la composición de partida se purifica varias veces, en especial dos veces, tres veces, cuatro veces o más frecuentemente con un evaporador de vía corta, evaporándose y condensándose otra vez al menos una parte de uno o varios condensados.

A continuación se explicará más detalladamente la presente invención por medio de ejemplos y un ejemplo comparativo, sin que de este modo se deba efectuar una limitación de la misma.

#### Ejemplo 1

En un evaporador de vía corta se introdujo una composición que comprendía aproximadamente un 98 % en peso de metacrilato de 2-hidroxietilo (HEMA) y aproximadamente 50 ppm de monometiléter de hidroquinona. La presión en el evaporador de vía corta y la temperatura de los vapores se ajustaron de modo que se obtuvo un valor de 440 kg/h/m<sup>2</sup> según la relación (I). La densidad de corriente másica de vapores ajustada por medio de la temperatura de evaporación y la temperatura de condensación ascendía a 27 kg/h/m<sup>2</sup>. En estas condiciones se separaron impurezas con un bajo punto de ebullición mediante evaporación, quedando en el residuo el metacrilato de 2-

hidroxietilo a purificar. En el evaporador de vía corta no se verificó una polimerización sensible de la composición alimentada.

El residuo obtenido a partir del primer proceso de evaporación se introdujo una segunda vez en un evaporador de vía corta. En este caso, la presión en el evaporador de vía corta y la temperatura de los vapores se ajustaron de modo que se obtuvo un valor de 112 kg/h/m<sup>2</sup> según la relación (I). La densidad de corriente másica de vapores ajustada por medio de la temperatura de evaporación y la temperatura de condensación ascendía a 56 kg/h/m<sup>2</sup>. En este paso de evaporación se evaporó metacrilato de 2-hidroxietilo. La composición condensada en este paso contenía aproximadamente un 99,5 % en peso de metacrilato de 2-hidroxietilo. En el evaporador de vía corta no se verificó una polimerización sensible de la composición alimentada.

## Ejemplo 2

En un evaporador de vía corta se introdujo una composición que comprendía aproximadamente un 98 % en peso de metacrilato de 2-hidroxietilo (HEMA) y aproximadamente 50 ppm de monometiléter de hidroquinona. La presión en el evaporador de vía corta y la temperatura de los vapores se ajustaron de modo que se obtuvo un valor de 369 kg/h/m<sup>2</sup> según la relación (I). La densidad de corriente másica de vapores ajustada por medio de la temperatura de evaporación y la temperatura de condensación ascendía a 32 kg/h/m<sup>2</sup>. En estas condiciones se separaron impurezas con un bajo punto de ebullición mediante evaporación, quedando en el residuo el metacrilato de 2-hidroxietilo a purificar. En el evaporador de vía corta no se verificó una polimerización sensible de la composición alimentada.

El residuo obtenido a partir del primer proceso de evaporación se introdujo una segunda vez en un evaporador de vía corta. En este caso, la presión en el evaporador de vía corta y la temperatura de los vapores se ajustaron de modo que se obtuvo un valor de 296 kg/h/m<sup>2</sup> según la relación (I). La densidad de corriente másica de vapores ajustada por medio de la temperatura de evaporación y la temperatura de condensación ascendía a 30 kg/h/m<sup>2</sup>. En este paso de evaporación se evaporó metacrilato de 2-hidroxietilo. La composición condensada en este paso contenía aproximadamente un 99,5 % en peso de metacrilato de 2-hidroxietilo. En el evaporador de vía corta no se verificó una polimerización sensible de la composición alimentada.

## Ejemplo comparativo 1

En un evaporador de vía corta se introdujo una composición que comprendía aproximadamente un 98 % en peso de metacrilato de 2-hidroxietilo (HEMA) y aproximadamente 50 ppm de monometiléter de hidroquinona. La presión en el evaporador de vía corta y la temperatura de los vapores se ajustaron de modo que se obtuvo un valor de 229 kg/h/m<sup>2</sup> según la relación (I). La densidad de corriente másica de vapores ajustada por medio de la temperatura de evaporación y la temperatura de condensación ascendía a 27 kg/h/m<sup>2</sup>. En estas condiciones se separaron impurezas con un bajo punto de ebullición mediante evaporación, quedando en el residuo el metacrilato de 2-hidroxietilo a purificar. En el evaporador de vía corta no se verificó una polimerización sensible de la composición alimentada.

El residuo obtenido a partir del primer proceso de evaporación se introdujo una segunda vez en un evaporador de vía corta. En este caso, la presión en el evaporador de vía corta y la temperatura de los vapores se ajustaron de modo que se obtuvo un valor de 63 kg/h/m<sup>2</sup> según la relación (I). La densidad de corriente másica de vapores ajustada por medio de la temperatura de evaporación y la temperatura de condensación ascendía a 81 kg/h/m<sup>2</sup>. En este paso de evaporación se evaporó metacrilato de 2-hidroxietilo. La composición condensada en este paso contenía aproximadamente un 98 % en peso de metacrilato de 2-hidroxietilo. En el evaporador de vía corta no se verificó una polimerización sensible de la composición alimentada.

El ejemplo comparativo 1 muestra claramente que un trabajo fuera de los valores indicados en la relación (I) no condujo a una mejora de la pureza del producto, presentando la composición de partida ya una pureza relativamente elevada. En este caso se debe tener en cuenta que los evaporadores de vía corta no se emplean habitualmente para la purificación fina, sino para la elaboración de residuos.



## REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la purificación de monómeros, siendo los monómeros (met)acrilatos con un grupo hidroxilo en el resto alquilo, evaporándose y condensándose a continuación al menos una parte de los monómeros contenidos en una composición de partida, caracterizado por que se evapora al menos una parte de la composición de partida en un evaporador de vía corta, seleccionándose la densidad de corriente másica de vapores  $\dot{m}$  según la relación (I)

$$\dot{m} \leq 1800 \frac{kg \cdot \sqrt{K}}{mbar \cdot m^2 \cdot h \cdot \sqrt{\frac{kg}{kmol}}} \cdot p_i \cdot \left( \frac{\tilde{M}}{T} \right)^{0,5} \quad (I),$$

donde

$\tilde{M}$  es el peso molecular medio de los vapores en el evaporador de vía corta en kg/kmol

- 10 T es la temperatura de los vapores en K

$p_i$  es la presión en el evaporador de vía corta en mbar

$\dot{m}$  es la densidad de corriente másica de los vapores en kg/(m<sup>2</sup>·h), y

la composición de partida comprende al menos un 95 % en peso de monómero.

- 15 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la evaporación se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 15°C a 150°C.

3.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la composición de partida comprende un monómero de punto de ebullición elevado.

- 20 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el metacrilato se selecciona a partir de metacrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2-hidroxipropilo, metacrilato de 3-hidroxipropilo o metacrilato de 2,3-dihidroxipropilo.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el acrilato se selecciona a partir de acrilato de 2-hidroxietilo, acrilato de 2-hidroxipropilo o acrilato de 3-hidroxipropilo.

6.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el tiempo de residencia del monómero se sitúa en el intervalo de 1 segundo a 5 minutos.

- 25 7.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la composición de partida comprende al menos un inhibidor de polimerización.

8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por que la composición de partida comprende 1 a 200 ppm de inhibidor de polimerización.

- 30 9.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que se extraen de la composición de partida componentes con un bajo punto de ebullición antes de evaporar y condensar los monómeros contenidos en la composición de partida.

10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por que los componentes con un bajo punto de ebullición se extraen de la composición de partida mediante evaporación en un evaporador de vía corta.

11.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado por que la evaporación para la eliminación de los componentes con un bajo punto de ebullición se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 40°C a 150°C.

5 12.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el residuo obtenido tras la evaporación del monómero en un evaporador de vía corta se somete a una evaporación y condensación en un evaporador de vía corta.

13.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado por que la evaporación del residuo se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 15°C a 150°C.

14.- Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el producto purificado comprende al menos un 99 % en peso de monómero.