

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 799 501**

51 Int. Cl.:

B01D 53/14 (2006.01)

B01D 53/96 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.04.2013 PCT/EP2013/058394**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.01.2014 WO14015999**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.04.2013 E 13722703 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.04.2020 EP 2854991**

54 Título: **Método para eliminar un éster de una mezcla de vapor**

30 Prioridad:

24.07.2012 EP 12177650

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

18.12.2020

73 Titular/es:

SULZER MANAGEMENT AG (100.0%)

Neuwiesenstrasse 15

8401 Winterthur, CH

72 Inventor/es:

DÜNNENBERGER, DANIEL y

LOVIAT, FRANÇOIS

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 799 501 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

Método para eliminar un éster de una mezcla de vapor

Antecedentes de la invención

5 La presente invención se refiere a un método para la eliminación de un éster de una mezcla de vapor. La presente invención también se refiere a una planta de polimerización para la producción de un polímero de poliéster que comprende un aparato para llevar a cabo este método.

10 La eliminación de un éster de una mezcla de vapor es útil en el tratamiento de los vapores resultantes de los sistemas 'de cabecera' de vacío utilizados para eliminar las especies volátiles de bajo peso molecular ('bajos') en los procedimientos de polimerización por policondensación o apertura de anillo, por ejemplo en la producción de prepolímeros y resinas de poliésteres. Por ejemplo, la eliminación de diésteres cíclicos de un ácido alfa-hidroxicarboxílico tal como una lactida encuentra utilidad en la producción de lactida y sus polímeros.

15 Un método de producción de lactida es mediante la prepolimerización a partir de ácido láctico y la posterior despolimerización catalítica térmica a bajas presiones. En la producción de lactida, a menudo se producen corrientes de subproductos que contienen mezclas de vapor de lactida, y es deseable lavar las corrientes de subproductos para reducir su contenido de compuestos orgánicos volátiles y/o recuperar la lactida como ácido láctico para reciclarla nuevamente en el procedimiento. Por ejemplo, la mezcla de vapor que contiene lactida se puede originar a partir del sistema de cabecera de vacío del sistema del reactor o a partir de productos destilados en la purificación por destilación de la corriente de producto de lactida bruta obtenida en el procedimiento. Esta corriente de producto de lactida bruta es normalmente una mezcla compleja de múltiples componentes que contiene lactida, agua, ácido láctico y oligómeros.

20 Las mezclas de vapor que contienen lactida también son una corriente de subproducto común en la producción de polímeros de ácido poliláctico (PLA), como en la polimerización por apertura de anillo de la lactida. Por ejemplo, es deseable eliminar el monómero de lactida residual y otros "bajos" del PLA para mejorar las propiedades poliméricas del producto, tales como su fusión, peso molecular y estabilidad de color y/o propiedades mecánicas.

25 La lactida residual y otros 'bajos' se pueden eliminar del PLA mediante métodos de desvolatilización convencionales, tales como los que se basan en la aplicación de baja presión y/o flujo de gas inerte junto con temperaturas suficientemente altas para provocar la eliminación de la lactida y otros bajos del PLA mediante destilación. El equipo apropiado para la desvolatilización de PLA incluye evaporadores instantáneos, desvolatilizadores de hebra descendente, evaporadores de película delgada, amasadoras de fusión de alto volumen y extrusoras ventiladas de un tornillo o de dos tornillos. Las mezclas de vapor que contienen lactida se pueden originar a partir de cualquiera de estos tipos de equipos y sus procedimientos de desvolatilización. El procedimiento de desvolatilización se puede integrar en la producción del PLA al tener un sistema de desvolatilización en línea después del reactor final en la polimerización y/o la desvolatilización se puede realizar en un procedimiento de post-polimerización. Como en el caso de la producción de lactida, a menudo es deseable reducir el contenido de compuestos orgánicos volátiles antes de la descarga de las corrientes de subproductos y/o recuperar la lactida y los oligómeros volátiles para reciclarlos como materia prima en el procedimiento para producir un monómero de lactida y/o para producir PLA.

35 Se conocen procedimientos para la eliminación de lactida de las corrientes de vapor. Por ejemplo, el documento EP 2030667 A1 describe un método y un dispositivo para la condensación y lavado de vapores del procedimiento que se producen durante la producción de polilactida. Se describe que los vapores del procedimiento que contienen lactida se pueden condensar y/o lavar poniéndolos en contacto con una corriente de un líquido de condensación y lavado que contiene una solución acuosa de ácido láctico de modo que la lactida se disuelva en el líquido. Se describe que se prefiere dirigir el líquido de condensación y lavado en una circulación, particularmente en el caso de una planta continua para la producción de polilactida.

45 Sin embargo, en el método del documento EP2030667, los vapores que contienen lactida que se condensan conducen a un aumento en la concentración de lactida en el líquido de condensación y lavado. Como resultado, se supera el límite de solubilidad de la lactida, y los sólidos precipitan en el líquido de circulación causando bloqueos en la circulación, particularmente en el lecho empaquetado o en el elemento de transferencia de masa de la columna de condensación y/o lavado. Además, la lactida reacciona con el agua contenida en el líquido abriendo el anillo para formar ácido lactoiláctico. Como resultado de la formación de ácido lactoiláctico, la viscosidad del líquido aumenta y la distribución sobre el lecho o el empaquetamiento se ve obstaculizada, y el efecto de condensación y lavado se reduce. El documento EP2030667, por lo tanto, revela que es necesario suministrar una mezcla de agua y ácido láctico continuamente o en porciones al líquido de condensación y lavado que circula para que no se alcance el límite de solubilidad de la lactida en la circulación y la viscosidad de la mezcla líquida no aumente. Para evitar la inundación del sistema, es necesario extraer a continuación un flujo parcial del líquido del circuito, que corresponde a la suma de la velocidad de flujo de la mezcla de agua y ácido láctico y la velocidad de flujo del producto condensado en el circuito.

55 Por lo tanto, este método requiere métodos complejos y engorrosos para evitar bloqueos y mantener el equilibrio adecuado de los flujos.

Otra desventaja del método del documento EP2030667 es que la lactida tiene muy poca solubilidad en agua, ácido láctico y sus mezclas, y la lactida también tiene una velocidad de disolución e hidrólisis relativamente lenta en estos

líquidos. Por lo tanto, se deben añadir grandes cantidades de agua y ácido láctico para evitar la precipitación. La adición de grandes cantidades de estos líquidos es contraproducente ya que la función del método y aparato de condensación y lavado debe ser la eliminación de los componentes que provienen del procedimiento, tales como los que se originan en la mezcla de vapor, y no añadir componentes adicionales al procedimiento.

- 5 Las velocidades lentas de disolución e hidrólisis se pueden superar aumentando la temperatura de la condensación y el líquido de lavado en el documento EP2030667. Sin embargo, al aumentar la temperatura simultáneamente, aumenta la presión de vapor del líquido en la columna. No obstante, la columna está en comunicación de fluido con el recipiente de desvolatilización, que es la fuente de la mezcla de vapor que contiene lactida. Por lo tanto, el aumento de la temperatura y, con ello, de la presión en la columna también aumentará la presión en el recipiente de desvolatilización y, por lo tanto, afectará negativamente a la eliminación de lactida y otros bajos por destilación en ese recipiente.

10 Alternativamente, se conoce la saponificación de los ésteres por bases, y se puede añadir una solución cáustica tal como una solución de NaOH a la columna para catalizar la hidrólisis del éster y convertirlo en su sal de sodio. Sin embargo, este método requiere la adición controlada de sustancias adicionales al procedimiento en sus cantidades necesarias, y el uso de soluciones cáusticas generalmente no es deseable debido a los problemas de corrosión y EHS asociados con su uso. Además, se genera un calor considerable cuando la solución cáustica se mezcla con agua, y esto puede conducir a una ebullición y/o salpicadura violenta y descontrolada en el procedimiento si la solución cáustica se concentra en una zona, o si se añade demasiado rápido o a una solución acuosa demasiado fría o demasiado caliente.

15 En conclusión, sería deseable tener un método y un aparato para eliminar los ésteres, tales como las lactidas de las mezclas de vapor, que fueran más fáciles de controlar que el del documento EP2030667, y que pudieran evitar la precipitación de sólidos y los aumentos de la viscosidad en el sistema sin la necesidad de añadir grandes cantidades de componentes adicionales o soluciones cáusticas a la circulación y al mismo tiempo permitieran una baja temperatura del líquido y, por lo tanto, se mantuviera la presión en la columna.

Un método adicional para la eliminación de ésteres de mezclas gaseosas se describe en el documento US 5.266.706.

25 **Compendio de la invención**

Partiendo de este estado de la técnica, un objeto de la invención es proporcionar un método para la eliminación de un éster de una mezcla de vapor que no adolezca de las deficiencias mencionadas anteriormente, particularmente la necesidad de alimentar disolventes líquidos o soluciones cáusticas o el uso de temperaturas y, por lo tanto, presiones elevadas en una columna para evitar precipitaciones y bloqueos. Otros objetos de la invención incluyen proporcionar un aparato adecuado para su uso en dicho procedimiento, el uso de dicho aparato en dicho procedimiento y el uso de dichos procedimiento y aparato en la producción de una lactida o un polímero de ácido poliláctico.

30 Según la invención, estos objetivos se logran mediante un método para la eliminación de un éster de una mezcla de vapor que contiene el éster, comprendiendo dicho método las etapas de poner la mezcla de vapor en contacto con una solución acuosa que contiene el ácido correspondiente al éster, en donde una parte del éster se disuelve o se transfiere de otra manera a la solución acuosa, después del contacto, la solución acuosa se conduce a la circulación, y la solución acuosa se procesa en la circulación en un procedimiento que comprende: una etapa de calentamiento, una etapa de reacción que tiene un tiempo de residencia y una temperatura, y una etapa de enfriamiento, en donde la etapa de calentamiento precede a la etapa de reacción, la etapa de reacción precede a la etapa de enfriamiento, y el tiempo de residencia y la temperatura en la etapa de reacción son suficientes para reducir sustancialmente el contenido del éster en la solución acuosa a través de una disolución e hidrólisis del éster.

La invención también se refiere a una planta de polimerización como se define en la reivindicación 11.

45 Debido a que los ésteres tales como la lactida son hidrolíticamente bastante inestables, que una parte del éster se disuelva en la solución acuosa significa que al menos parte del éster y/o sus productos de hidrólisis se disuelven en la solución acuosa. Tras la disolución, el éster se puede hidrolizar para proporcionar sus productos de hidrólisis como especies disueltas. En el caso de la lactida como éster, los productos de hidrólisis incluyen ácido lactoaláctico y ácido láctico. Que una parte del éster se transfiera de otro modo a la solución acuosa significa que una parte del éster se puede transferir a la solución acuosa por otro medio que no sea la disolución, por ejemplo, el éster se puede solidificarse a partir de la fase de vapor y/o líquido y transferir a la solución acuosa como un precipitado o sólido suspendido. El precipitado o el sólido suspendido posteriormente se pueden hidrolizar y/o disolver a continuación del mismo modo en la solución acuosa en cualquier orden, o pueden permanecer como un precipitado o sólido suspendido.

50 Reducir sustancialmente el contenido del éster significa reducir el contenido lo suficiente como para evitar la precipitación del éster y el bloqueo resultante de la circulación. Se puede ser controlar fácilmente el bloqueo en la circulación del procedimiento controlando la velocidad de flujo y/o presión en la circulación. Por ejemplo, si se observa que la velocidad de flujo disminuye, la temperatura en la etapa de reacción se puede aumentar para reducir el contenido del éster en la solución acuosa en la circulación.

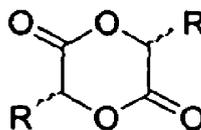
Según un aspecto de la invención, estos objetos adicionales se logran primero mediante un aparato que comprende: una columna a contracorriente para poner en contacto una mezcla de vapor con una solución acuosa y un circuito en comunicación de fluido con la columna y para hacer circular la solución acuosa, en donde la columna de contracorriente tiene una primera entrada para la mezcla de vapor y una segunda entrada para la solución acuosa y una salida para la solución acuosa, en donde el circuito tiene una entrada y una salida para la solución acuosa, y en donde la entrada del circuito está en comunicación de fluido con la salida de la columna, y en donde la salida del circuito está en comunicación de fluido con la segunda entrada de la columna, en donde el circuito comprende un primer intercambiador de calor para llevar a cabo una etapa de calentamiento que tiene una entrada y una salida, un reactor para una etapa de reacción que tiene una entrada y una salida, y un segundo intercambiador de calor para llevar a cabo una etapa de enfriamiento que tiene una entrada y una salida, en donde la entrada del primer intercambiador de calor está en comunicación de fluido con la entrada del circuito, la salida del primer intercambiador de calor está en comunicación de fluido con la entrada del reactor, la salida del reactor está en comunicación de fluido con la entrada del segundo intercambiador de calor, y la salida del segundo intercambiador de calor está en comunicación de fluido con la salida del circuito. Dicho aparato se utiliza según la invención en el método de eliminación de un éster de una mezcla de vapor, preferiblemente en la producción de una lactida o un polímero de ácido poliláctico.

La presente invención logra estos objetos y proporciona una solución a este problema mediante el procesamiento de la solución acuosa en la circulación en un procedimiento que comprende una etapa de calentamiento, una etapa de reacción que tiene un tiempo de residencia y una temperatura, y una etapa de enfriamiento, en donde la etapa de calentamiento precede a la etapa de reacción, la etapa de reacción precede a la etapa de enfriamiento, y el tiempo de residencia y la temperatura en la etapa de reacción son suficientes para reducir sustancialmente el contenido del éster en la solución acuosa. Como resultado, se producirán una disolución más rápida y una hidrólisis más completa del éster. Por ejemplo, una lactida se puede hidrolizar hasta el ácido láctico sin que quede un intermedio apreciable de ácido lactoiláctico. Por lo tanto, se evitarán los problemas de precipitación y/o aumento de la viscosidad en la circulación. La consecución de esta disolución e hidrólisis deseadas del éster por el método de la presente invención se alcanza fácilmente y de manera robusta.

Estos resultados se logran sorprendentemente sin la necesidad de añadir líquidos adicionales tales como agua y/o ácido láctico a la circulación. Esto es bastante sorprendente ya que el documento EP2030667 describe que la adición de estos líquidos es un aspecto esencial para evitar precipitaciones y aumentos de viscosidad en la invención reivindicada.

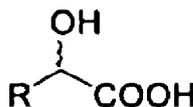
Además, estos resultados también se obtienen sorprendentemente sin la necesidad de aumentar la temperatura y, por lo tanto, la presión de vapor en la columna de contracorriente o de añadir componentes líquidos o catalizadores adicionales al procedimiento. En el aparato de la invención, el uso del primer intercambiador de calor para calentar la solución acuosa en el circuito antes de que entre en el reactor y el uso del segundo intercambiador de calor para enfriar la solución acuosa después de la etapa de reacción permite que la reacción continúe rápidamente a temperatura elevada sin requerir una temperatura elevada en la columna.

En una realización preferida, el éster en el método es un diéster cíclico de un ácido alfa-hidroxicarboxílico de fórmula I,



fórmula I

en donde R se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno o radicales alifáticos lineales o ramificados que tienen de 1 a 6 átomos de carbono, y en donde el ácido es un ácido alfa-hidroxicarboxílico de la fórmula II correspondiente al diéster de la fórmula I,



fórmula II

Los ésteres cíclicos de fórmula I normalmente adolecen de muy baja solubilidad en agua y sus soluciones, así como bajas tasas de disolución en agua y soluciones acuosas. Por lo tanto, el método y el aparato de la invención son particularmente útiles para eliminar tales ésteres de sus mezclas de vapor.

- 5 Según otra realización preferida, la mezcla de vapor en el método se obtiene a partir de la desvolatilización de un polímero de ácido poliláctico preparado mediante una polimerización de apertura de anillo de una lactida. Las mezclas de vapor que contienen lactida tales como estas se benefician enormemente del método y aparato de la invención debido a la baja solubilidad y las bajas tasas de disolución de lactida en soluciones acuosas de ácido láctico a temperatura ambiente.
- 10 Según otra realización preferida, la mezcla de vapor en el método se hace pasar a través de un eyector de vapor antes de ponerse en contacto con la solución acuosa. Del mismo modo, en una realización preferida del aparato, el aparato comprende adicionalmente un eyector de vapor para hacer pasar la mezcla de vapor antes de ponerse en contacto con la solución acuosa, en donde el eyector tiene una entrada y una salida, y la salida del eyector de vapor está en comunicación de fluido con la primera entrada de la columna de contracorriente. Un eyector de vapor tiene la ventaja de ser un medio económico y simple para bombear grandes volúmenes de gas, tales como los que se originan a partir de sistemas de cabecera de vacío de reactores y/o recipientes de desvolatilización.
- 15 Según otra realización preferida del método, una parte de la etapa de calentamiento y una parte de la etapa de enfriamiento tienen lugar en un recuperador. Del mismo modo, en otra realización preferida del aparato, el aparato comprende adicionalmente un recuperador para llevar a cabo una etapa de calentamiento adicional y una etapa de enfriamiento adicional en el circuito. El uso de un recuperador es ventajoso para proporcionar un medio eficaz de reducción del consumo de energía total reciclando el calor liberado en la etapa de enfriamiento a la etapa de calentamiento en el método.
- 20 En otra realización preferida del método, el contenido del éster en la solución acuosa se reduce en la etapa de reacción a menos de 10% en peso, preferiblemente menos de 5% en peso, más preferiblemente menos de 3% en peso. El contenido del éster representa el contenido del éster presente en su forma disuelta no hidrolizada y/o en forma de un sólido tal como un precipitado o un sólido suspendido. La reducción del contenido del éster a tales niveles es beneficiosa para garantizar que no se produzcan problemas con la precipitación, el bloqueo y el aumento de la viscosidad en la circulación.
- 25 En otra realización preferida más del método, el tiempo de residencia en la etapa de reacción es al menos 0,10 min, preferiblemente 1, más preferiblemente al menos 10, y la temperatura en la etapa de reacción es al menos 10°C, preferiblemente 20, más preferiblemente 40, lo más preferiblemente al menos 60. En otra realización preferida más del método, el tiempo de residencia en la etapa de reacción es de 0,10 a 30 min y la temperatura en la etapa de reacción es de 10 a 95°C, preferiblemente el tiempo de 0,5 a 25 y la temperatura de 20 a 30 90, más preferiblemente el tiempo de 0,75 a 20 y la temperatura de 40 a 80, lo más preferiblemente el tiempo de 1 a 15 y la temperatura de 50 a 75. El uso de tales temperaturas y tiempos de residencia en la etapa de reacción es beneficioso para asegurar que el contenido del éster en la solución acuosa se reduzca lo suficiente para que los problemas de precipitación, bloqueo y aumento de la viscosidad no se produzcan en la circulación.
- 35 En una realización preferida adicional del método, la etapa de reacción tiene lugar en presencia de un catalizador añadido. El uso de un catalizador aumenta la velocidad de las reacciones de hidrólisis y/o las reacciones de derivatización y, por lo tanto, también la velocidad de reducción del contenido del éster en la solución acuosa. Este aumento en las velocidades permite que la etapa de reacción se produzca más rápidamente y a una temperatura más baja, aumentando así la productividad y la suavidad del método mientras se reduce el consumo de energía y el tamaño del reactor requerido del aparato.
- 40 En una realización aún más preferida del método, el contacto de la mezcla de vapor con la solución acuosa tiene lugar al menos a un vacío parcial, preferiblemente un vacío de menos de 100 mbar, más preferiblemente menos de 50 mbar, y lo más preferiblemente menos de 30 mbar. Asimismo, en otra realización preferida del aparato, el aparato comprende adicionalmente un sistema de vacío en comunicación de fluido con la columna de contracorriente. En muchas aplicaciones, la columna de contracorriente estará en comunicación de fluido con un recipiente de desvolatilización y/o un sistema de cabecera de vacío. Por lo tanto, el mantenimiento de un vacío en la columna es beneficioso para 45 mantener fácilmente un alto vacío en el recipiente de desvolatilización para favorecer la destilación de lactida y otros bajos y/o para mantener un alto vacío en el sistema de cabecera de vacío.
- En una realización preferida adicional del aparato, el circuito comprende adicionalmente una bomba para proporcionar una fuerza de accionamiento para hacer circular la solución acuosa.
- 50 Otro aspecto de la invención se refiere al uso del aparato de la invención en el método de la invención, preferiblemente en la producción de una lactida o un polímero de ácido poliláctico. Tal uso se beneficia en ese caso de las ventajas comentadas previamente del aparato y el método de la invención. En una realización preferida, el uso del aparato y/o método se realiza en la producción de una lactida o un polímero de ácido poliláctico.
- 55 Un experto en la técnica comprenderá que la combinación de las materias de las diversas reivindicaciones y realizaciones de la invención es posible sin limitación en la invención en la medida en que tales combinaciones sean técnicamente factibles. En esta combinación, la materia de una cualquiera de las reivindicaciones se puede combinar con la materia de una o más de las otras reivindicaciones. En esta combinación de temas, la materia de una cualquiera de las reivindicaciones del método se puede combinar con la materia de una o más de las otras reivindicaciones del

- método o la materia de una o más de las reivindicaciones del aparato o la materia de una mezcla de una o más reivindicaciones de método y reivindicaciones de aparatos. Por analogía, la materia de cualquier reivindicaciones de aparato puede combinarse con la materia de uno o más reivindicaciones de otro aparato o la materia de uno o más reivindicaciones del método o la materia de una mezcla de una o más reivindicaciones de método y reivindicaciones del aparato. A modo de ejemplo, la materia de la reivindicación 1 se puede combinar con la materia de una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 15. En una realización, la materia de la reivindicación 11 se combina con la materia de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10. En una realización específica, el tema de la reivindicación 11 se combina con la materia de la reivindicación 2. En otra realización específica, la materia de la reivindicación 1 se combina con la materia de la reivindicación 13. A modo de otro ejemplo, la materia de la reivindicación 1 también se puede combinar con la materia de dos cualesquiera de las reivindicaciones 2 a 15. En una realización específica, la materia de la reivindicación 1 se combina con la materia de las reivindicaciones 2 y 11. En otra realización específica, la materia de la reivindicación 11 se combina con las materias de las reivindicaciones 1 y 2. A modo de ejemplo, la materia de la reivindicación 1 se puede combinar con la materia de tres cualesquiera de las reivindicaciones 2 a 15. En una realización específica, la materia de la reivindicación 1 se combinado con las materias de las reivindicaciones 2, 9 y 11. En otra realización específica, la materia de la reivindicación 11 se combina con las materias de las reivindicaciones 2, 6 y 9. En otra realización específica más, la materia de la reivindicación 1 se combina con las materias de las reivindicaciones 2, 6 y 11. A modo de ejemplo, la materia de una cualquiera de las reivindicaciones se puede combinar con las materias de cualquier número de las otras reivindicaciones sin limitación en la medida en que tales combinaciones sean técnicamente factibles
- De manera análoga, la materia de una de las realizaciones mencionadas anteriormente se puede combinar con la materia de una o más de las otras realizaciones mencionadas anteriormente sin limitación. A modo de ejemplo, según una realización particularmente preferida del método, el éster es un éster de fórmula I y el ácido tiene la fórmula II y la mezcla de vapor se obtiene a partir de la desvolatilización de un polímero de ácido poliláctico preparado mediante una polimerización por apertura de anillo de una lactida. A modo de otro ejemplo, según otra realización particularmente preferida, la mezcla de vapor se hace pasar a través de un eyector de vapor antes de ponerse en contacto la solución acuosa y una parte de la etapa de calentamiento y una parte de la etapa de enfriamiento tienen lugar en un recuperador en el método. A modo de otro ejemplo más, según otra realización particularmente preferida, el aparato comprende adicionalmente un recuperador, un eyector de vapor y un sistema de cabecera de vacío.

Breve descripción de los dibujos

- La invención se explicará con más detalle a continuación con referencia a diversas realizaciones de la invención, así como a los dibujos. Se utiliza una comilla simple (') después de un número de referencia para indicar esas características de la técnica anterior. Los dibujos esquemáticos muestran:
- Fig. 1 muestra una vista esquemática de un método según la técnica anterior.
- Fig. 2 muestra una vista esquemática de un aparato según la técnica anterior y conocido para su uso en el método de la técnica anterior mostrado en la Fig. 1.
- Fig. 3 muestra una vista esquemática de una realización de un método según la invención.
- Fig. 4 muestra una vista esquemática de una realización de un aparato según la invención y adecuado para su uso con el método mostrado en la Fig. 3.
- Fig. 5 muestra una vista esquemática de una realización preferida de un aparato según la invención.
- Fig. 6 muestra una vista esquemática de realizaciones de un éster, un ácido, una lactida, un polímero de ácido poliláctico y realizaciones específicas de catalizadores para su uso en el método y aparato de la invención.
- Fig. 7 muestra datos para el tiempo de residencia (min) para reducir el contenido de una lactida como precipitado o sólido disuelto en solución acuosa a un nivel no detectable (observación visual) en función de la temperatura (°C).

Descripción detallada de la invención

Las Fig. 1 a 2 muestran el método y el aparato de la técnica anterior para la eliminación de un éster de una mezcla de vapor según el documento EP2030667. La FIG. 1 muestra una vista esquemática de un método de la técnica anterior que en su conjunto está marcado con el número de referencia 200'. El método tiene las etapas de poner en contacto una mezcla de vapor 5' que contiene un éster 3' con una solución acuosa 6' que contiene un ácido 4' correspondiente al éster 3', que está marcado como 210'; disolver una parte del éster 3' en la solución acuosa 6', que está marcada como 220', y conducir la solución acuosa 6', después del contacto, a la circulación 73', que está marcada como 230'.

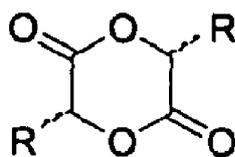
La Fig. 2 muestra una vista esquemática de un aparato de la técnica anterior que en su conjunto está marcado con el número de referencia 1'. El aparato 1' tiene una columna contracorriente 2' que tiene una primera entrada 211' para una mezcla de vapor 5', una segunda entrada 212' para una solución acuosa 6' y una salida 221' para la solución acuosa 6'. El aparato 1' adicionalmente tiene un circuito 7' en comunicación de fluido con la columna 2' para hacer

circular la solución acuosa 6' y que tiene una entrada 71' y una salida 72' para la solución acuosa 6', en donde la entrada 71' está en comunicación de fluido con la salida 221' y la salida 72' está en comunicación de fluido con la segunda entrada 212'.

5 La Fig. 3 muestra una realización del método según la invención, que en su conjunto está marcado con el número de referencia 205. De forma similar al método 200' de la técnica anterior de la Fig. 1, el método de la invención 205 comprende las etapas de poner en contacto un mezcla de vapor 5' que contiene un éster 3' con una solución acuosa 6' que contiene un ácido 4' correspondiente al éster 3', que está marcado como 210'; disolver o transferir de otra manera una parte del éster 3' en la solución acuosa 6', que está marcada como 220', y conducir, después del contacto, la solución acuosa 6' a la circulación 73, que está marcada como 230'. A diferencia de la técnica anterior, la solución acuosa 6' se procesa en una circulación 73 en el método según la invención 205 en un procedimiento que comprende: una etapa de calentamiento 240, una etapa de reacción 250 que tiene un tiempo de residencia y una temperatura, y un etapa de enfriamiento 260, en donde la etapa de calentamiento 240 precede a la etapa de reacción 250, la etapa de reacción 250 precede a la etapa de enfriamiento 260, y el tiempo de residencia y la temperatura en la etapa de reacción 250 son suficientes para reducir sustancialmente el contenido del éster 3' en la solución acuosa 6'. Como resultado, se producirá una disolución e hidrólisis más rápidas del éster 3'. Por lo tanto, los problemas de precipitación y/o aumento de la viscosidad en la circulación se evitan sorprendentemente sin la necesidad de añadir líquidos adicionales tales como agua y/o ácido láctico y/o solución cáustica a la circulación.

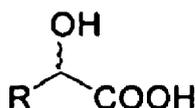
En realizaciones específicas de la invención, el procedimiento en la circulación 73 puede comprender más de una etapa de calentamiento 240, más de una etapa de reacción 250, o más de una etapa de enfriamiento 260, y combinaciones de las mismas.

En una realización preferida del método 205, el éster 3' es un diéster cíclico de un ácido alfa-hidroxicarboxílico de fórmula I,



fórmula I

25 en donde R se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno o radicales alifáticos lineales o ramificados que tienen de 1 a 6 átomos de carbono, y en donde el ácido es un ácido alfa-hidroxicarboxílico de la fórmula II correspondiente al diéster de la fórmula I,



fórmula II

30 Estos ésteres de fórmula I se benefician fuertemente de la invención debido a su baja solubilidad en soluciones acuosas y a sus problemas asociados con la precipitación y el bloqueo en la condensación y/o lavado de sus vapores.

En realizaciones preferidas específicas, el éster 3' de fórmula I se selecciona del grupo que consiste en (S,S)-Lactida (Núm. CAS 4511-42-6); (R,R)-Lactida (Núm. CAS 25038-75-9); [(R,S) -Lactida, también conocida como meso-lactida (Núm. CAS 13076-19-2); y mezclas de las mismas (Núm. CAS 26680-10-4). El ácido 4' se selecciona a continuación del grupo que consiste en ácido L-(+)-láctico, también conocido como ácido (S)-láctico (Núm. CAS 50-21-5 y 79-33-4); ácido D-(-)-láctico, también conocido como ácido (R)-láctico (Núm. CAS 10326-41-7); y mezclas de los mismos.

Según otra realización preferida, la mezcla de vapor 5' en el método 205 se obtiene a partir de la desvolatilización de un polímero de ácido poliláctico (PLA) 12' preparado mediante una polimerización por apertura del anillo de una lactida 13'. El PLA 12' se conoce en varias formas de homopolímero (Núm. CAS 26100-51-6; Ácido poliláctico racémico (D, L-PLA) dl-polilactida: Núm. CAS: 51063-13-9, 26680-10-4, 26100-51-6 y 34346-01-5; y ácido poli-L-láctico l-polilactida (L-PLA) Núm. CAS: 26261-42-2 y 33135-50-1) y formas de copolímero como copolímeros al azar, ramificados, en bloque, de injerto y en estrella con co-monomeros distintos de lactida, que incluyen ácido glicólico, glicólido, polietilenglicol, poli(oxietilenglicol), poli(óxido de propileno), butirrolactona, valerolactona, caprolactona, 1,5-dioxepan-2-ona, carbonato de trimetileno y N-isopropilamida. Se conocen métodos para desvolatilizar PLA y obtener mezclas de vapor 5' que contienen una lactida 13', por ejemplo, a partir de los documentos EP2030667, EP2310437 y EP 2271696.

Según otra realización preferida del método 205, el contenido del éster 3' de la solución acuosa 6' se reduce en la etapa de reacción 250 a menos del 10% en peso, preferiblemente menos del 5, más preferiblemente menos del 3 para evitar problemas de precipitación, bloqueo y aumentos de viscosidad.

5 El contenido del éster 3' en la solución acuosa 6' se puede medir mediante una variedad de métodos analíticos. Los métodos cromatográficos incluyen cromatografía de gases junto con métodos de detección tales como TCD, FID, ECD o MS, cromatografía líquida de alto rendimiento junto con detectores UV/VIS, fluorescencia, índice de refracción o detectores MS y cromatografía iónica. Los métodos espectroscópicos incluyen espectroscopias Raman, NIR, FTIR-ATR, UV/Vis y RMN. Dichos métodos son conocidos, por ejemplo, de Principles of Instrumental Analysis (ISBN 978-0495012016) o Analytical Measurements and Instrumentation for Process and Pollution Control (ISBN 978-10
10 0250404056). Estos métodos se pueden llevar a cabo o bien utilizando métodos en línea o bien analizando muestras fuera de línea. Se conocen métodos analíticos en línea, por ejemplo, de Instrument Technology: On line analysis instrument, vol. 2 (ISBN 0-408-00198-4).

El contenido de éster mencionado en esta solicitud se define como el contenido determinado por el método de cromatografía de gases.

15 En otra realización preferida, el contenido del éster se reduce en la etapa de reacción 250 a un nivel tal que la solución después de la reacción no contiene éster en forma de un precipitado y/o un sólido suspendido como se determina por observación visual.

Se entenderá que el tiempo de residencia y la temperatura pueden variar cada uno en un intervalo muy amplio para reducir sustancialmente el contenido del éster 3' en la solución acuosa 6'. La temperatura en la etapa de reacción 250 se define como la temperatura promedio en la etapa de reacción 250, por ejemplo, la temperatura promedio en un reactor 9. En el caso de un reactor tubular, la temperatura promedio se define aquí como el promedio de la temperatura en la entrada 91 y en la salida 92. En una realización preferida del método 205, el tiempo de residencia en la etapa de reacción 250 es de al menos 0,1 min, preferiblemente 1, más preferiblemente 5, lo más preferiblemente 10, y la temperatura en la reacción la etapa 250 es de al menos 10°C, preferiblemente 20, más preferiblemente 40, lo más preferiblemente 60. Un experto en la técnica entenderá que estos tiempos de residencia y temperaturas se pueden combinar sin limitación. En otra realización aún más preferida del método 205, el tiempo de residencia en la etapa de reacción 250 es de 0,10 a 30 min y la temperatura en la etapa de reacción 250 es de 10 a 95°C, preferiblemente el tiempo de 0,5 a 25 y la temperatura de 20 a 90, más preferiblemente el tiempo de 0,75 a 20 y la temperatura de 40 a 80, lo más preferiblemente el tiempo de 1 a 15 y la temperatura de 50 a 75. Un experto en la técnica entenderá que estos los intervalos de tiempos de residencia y temperaturas se pueden combinar sin limitación. El uso de tales temperaturas y tiempos de residencia es beneficioso para asegurar que el contenido del éster 3' en la solución acuosa 6' se reduzca lo suficiente para que los problemas de precipitación, bloqueo y aumento de la viscosidad no se produzcan en la circulación. Estas realizaciones preferidas para temperaturas y tiempos de residencia y sus intervalos se han determinado realizando mediciones del tiempo requerido para disolver y/o hidrolizar la lactida 13' en agua o soluciones acuosas 6' de ácido láctico a un nivel no detectable según la observación visual de precipitados y/o sólidos suspendidos en función de la temperatura y la concentración de lactida, como se describe más adelante en los Ejemplos.

Un experto en la técnica entenderá que el tiempo de residencia dependerá en cierta medida de la elección del reactor 9 utilizado para la etapa de reacción 250. Un experto en la técnica entenderá que se elegirá un reactor 9 susceptible de tener una residencia apropiada para la etapa de reacción 250 según la presente invención, por ejemplo, susceptible de proporcionar los tiempos de residencia descritos en la presente solicitud. Adicionalmente, un experto en la técnica entenderá que el tiempo de residencia se puede variar hasta cierto punto durante el procedimiento, por ejemplo, la velocidad de flujo a través del reactor 9 se puede reducir para proporcionar un tiempo de residencia más largo para reducir el contenido del éster 3', si se desea. Por ejemplo, si se observa que la velocidad de flujo disminuye y/o la presión aumenta y/o se observan precipitados y/o bloqueo, el tiempo de residencia puede incrementarse en la etapa de reacción 250 para reducir el contenido del éster 3'. Aunque a menudo pueden ser más costosos, el uso de reactores tubulares permite tiempos de residencia bastante cortos. En una realización, se utiliza un reactor tubular como reactor 9 y el tiempo de residencia en la etapa de reacción 250 es de 0,1 a 5 min, preferiblemente de 0,15 a 2, más preferiblemente de 0,2 a 1.

50 Un experto en la técnica entenderá que, para un aparato dado, generalmente será más conveniente variar la temperatura en lugar del tiempo de residencia en la etapa de reacción 250, particularmente cuando se desean o requieren variaciones a mayor escala.

En una realización preferida adicional del método 205, la etapa de reacción 250 tiene lugar en presencia de un catalizador añadido 15 para aumentar la velocidad de hidrólisis y/o las reacciones de derivatización y, por lo tanto, también la velocidad de reducción del contenido del éster 3' en la solución acuosa 6'. Los catalizadores apropiados 15 para su uso en la invención incluyen las bases 151. Se pueden utilizar hidróxidos metálicos inorgánicos 152 de fórmula general $M^{+x}(-OH)_x$ tales como hidróxidos de sodio, potasio o calcio, así como bases orgánicas 153 tales como compuestos de amina, hidróxido de alquilamonio e imidazol.

El lugar de adición del catalizador 15 en el método de la invención 205 o en el aparato 1 de la invención no está específicamente limitado. En una realización, el catalizador 15 se añade antes, durante o después del contacto de la mezcla de vapor 5' con la solución acuosa 6' en el método 205, o en la columna 2' del aparato 1. En otra realización, el catalizador 15 se añade en una circulación 73 antes y/o durante una etapa de reacción 250 en el método 205, o en el circuito 7 antes o en un reactor 9 en el aparato 1.

La cantidad de catalizador 15 añadido a la solución acuosa 6' tampoco está específicamente limitada, y el catalizador 15 se puede añadir en ciertas realizaciones en cantidades de 10 ppm a 5% en peso, específicamente de 20 ppm a 1% en peso, más específicamente de 50 ppm a 5.000 ppm. En el caso del catalizador alcalino 151 añadido, la cantidad añadida en ciertas realizaciones será suficiente para mantener el pH de la solución acuosa por encima de 7, preferiblemente por encima de 8, más preferiblemente por encima de 9, y lo más preferiblemente por encima de 10.

Un experto en la técnica entenderá que el uso de un catalizador 15 añadido permite tiempos de residencia más cortos y/o temperaturas más bajas para su uso en la etapa de reacción 250. En realizaciones específicas, se utiliza un catalizador 15 y el tiempo de residencia en la etapa de reacción 250 es de 0,1 a 10 minutos, preferiblemente de 0,2 a 5, más preferiblemente de 0,25 a 3. En otras realizaciones específicas, la temperatura en la etapa de reacción 250 es de 10 a 80°C, preferiblemente de 15 a 70, más preferiblemente 20 a 60. Estos tiempos de residencia y temperaturas y sus intervalos se pueden combinar sin limitación.

La Fig. 4 muestra una realización específica de un aparato, que en su conjunto está marcado con el número de referencia 1. Similar al aparato de la técnica anterior 1', el aparato 1 de la invención comprende una columna contracorriente 2' para poner en contacto una mezcla de vapor 5' con una solución acuosa 6' que tiene una primera entrada 211' para la mezcla de vapor 5', una segunda entrada 212' para la solución acuosa 6' y una salida 221' para la solución acuosa 6'. El aparato 1' comprende adicionalmente un circuito 7 en comunicación de fluido con la columna 2' y para hacer circular la solución acuosa 6' y que tiene una entrada 71' y una salida 72' para la solución acuosa 6', en donde la entrada 71' está en comunicación de fluido con la salida 221' y la salida 72' está en comunicación de fluido con la segunda entrada 212'. A diferencia de la técnica anterior, el circuito 7 de la invención comprende un primer intercambiador de calor 8 para llevar a cabo una etapa de calentamiento que tiene una entrada 81 y una salida 82, un reactor 9 para una etapa de reacción 250 que tiene una entrada 91 y una salida 92, y un segundo intercambiador de calor 10 para llevar a cabo una etapa de enfriamiento que tiene una entrada 101 y una salida 102, en donde la entrada 81 está en comunicación de fluido con la entrada 71', la salida 82 está en comunicación de fluido con la entrada 91, la salida 92 está en comunicación de fluido con la entrada 101, y la salida 102 está en comunicación de fluido con la salida 72'. Como resultado de este circuito 7, se producirá una disolución y/o hidrólisis más rápida del éster 3'. Por lo tanto, los problemas de precipitación y/o aumento de la viscosidad se evitan sorprendentemente sin la necesidad de añadir líquidos adicionales tales como agua y/o ácido láctico o soluciones cáusticas a la circulación y sin la necesidad de aumentar la temperatura y, por lo tanto, la presión de vapor en la columna de contracorriente 2'.

Un experto en la técnica entenderá que la columna 2' y su primera entrada 211', la segunda entrada 212' y la salida 221' no están específicamente limitadas siempre que permitan un contacto de la mezcla de vapor 5' con la solución acuosa 6'. En ciertas realizaciones, el aparato 1 tiene más de una columna 2'.

Se pueden utilizar columnas convencionales de contracorriente 2' que incluyen una columna no empaquetada o una columna empaquetada, así como una columna de pulverización. En una realización, la columna de contracorriente es un dispositivo de condensación y lavado como se describe en el documento EP 2030677. Generalmente se prefiere una columna empaquetada para mejorar la eficacia del contacto de la mezcla de vapor 5' con la solución acuosa 6'. En una realización, la columna 2' contiene un elemento de transferencia de masa conocido en la técnica, tal como p. ej. bandejas, anillos Raschig y/o Pall, sillas, tales como p. ej. Silla Berl, esferas, ganchos, NOR-PAC, BIO-NET, Hel-X, Top-Packs, Mellapak, Montz-Pak, Ralu-Pak, Raschig Super-Pak y/o empaquetaduras de tela. En una realización específica, la superficie del elemento de transferencia de masa utilizada está entre 20 m²/m³ y 500 m²/m³.

En una realización, la columna 2' tiene un sumidero de columna dispuesto de modo que la parte inferior de la columna 2' se abre al sumidero de la columna. La solución acuosa 6' se recoge a continuación en el sumidero después de su contacto con la mezcla de vapor 5' y hasta que se descarga por medio de la salida 22'. En una realización alternativa, la solución acuosa 6' se recoge después del contacto en cambio en un tanque separado.

Normalmente, la primera entrada 211' y la salida 22' están dispuestas en la parte inferior de la columna 2', preferiblemente debajo de cualquier elemento de transferencia de masa, y la entrada 212' está dispuesta en la parte superior de la columna 2', preferiblemente por encima de cualquier elemento de transferencia de masa. En una realización preferida, la entrada 211' está dispuesta por debajo del elemento de transferencia de masa y encima de un sumidero, la salida 22' está dispuesta en el sumidero, y la entrada 212' está dispuesta por encima del elemento de transferencia de masa. La solución acuosa 6' cae a continuación por gravedad a través de la columna 2' donde se recoge en el sumidero y se descarga al circuito 7. En una realización alternativa, la entrada 212' se encuentra en el lado de la columna 2' en el caso de una columna de rociado.

Según otra realización preferida del método 205, la mezcla de vapor 5' en el método 205 se hace pasar a través de un eyector de vapor 14 antes de entrar en contacto con la solución acuosa 6'. Asimismo, una realización preferida del aparato 1 comprende adicionalmente un eyector de vapor 14 para hacer pasar la mezcla de vapor 5' antes de entrar

- 5 en contacto con la solución acuosa 6', en donde el eyector tiene una entrada 141 y una salida 142, y la salida 142 está en comunicación de fluido con la primera entrada 211'. En otras realizaciones preferidas, la mezcla de vapor 5' se hace pasar a través de dos o más eyectores de vapor 14 en serie y el aparato comprende dos o más eyectores de vapor 14. El uso de múltiples eyectores de vapor 14 permite una mayor diferencia de presión entre el procedimiento en el que se ponen en contacto la mezcla de vapor 5' y la solución acuosa 6' y el procedimiento para la desvolatilización del éster 3'. Por lo tanto, la desvolatilización se puede producir óptimamente a altos vacíos, mientras que el contacto de la mezcla de vapor 5' y la solución acuosa 6' se puede producir convenientemente a niveles de vacío más bajos sin los requisitos del equipo y los costes de energía para mantener un alto vacío en la etapa de contacto.
- 10 En una realización preferida, la primera entrada 211' está en comunicación de fluido con un recipiente de desvolatilización, por ejemplo, un evaporador instantáneo, un desvolatilizador de hebra descendente, un evaporador de película delgada, una amasadora de fusión de alto volumen, o extrusoras ventiladas de un tornillo o de dos tornillos utilizado para la desvolatilización de un polímero de polilactida 12'.
- 15 En una realización preferida, la segunda entrada 212' tiene al menos un distribuidor de líquido para distribuir la solución acuosa que se suministra a través de la salida 72', estando dicho distribuidor dispuesto sobre cualquier elemento de transferencia de masa. El distribuidor de líquido es preferiblemente un dispositivo de goteo o rociado, un condensador de rociado o un aspersor.
- 20 En una realización, la columna 2' está conectada a un sistema de vacío 16' dispuesto encima de la entrada 212', preferiblemente encima de cualquier elemento de transferencia de masa y cualquier distribuidor de líquido. El sistema de vacío 16' sirve para descargar gases y vapores no condensables. El sistema de vacío 16' puede comprender una o más bombas de vacío convencionales, tales como un eyector de vapor, una bomba de anillo líquido, un soplador de tipo Roots o una bomba de tornillo. Opcionalmente habrá una o más trampas de enfriamiento en línea entre la columna 2' y el sistema de vacío 16' y en comunicación de fluido con ellas.
- 25 El primer intercambiador de calor 8 y el segundo intercambiador de calor 10 del circuito 7 no están específicamente limitados, y cada uno puede tener la forma de un intercambiador de calor de placa, monotubo, espiral o Reactor Mezclador Sulzer (SMR™). Los intercambiadores de calor pueden ser del tipo de paso único o multipaso. Se prefieren los intercambiadores de calor de placas porque son económicos para su uso con fluidos de baja viscosidad, como es típico para la solución acuosa 6' en la presente invención. En algunas realizaciones, se puede utilizar más de un intercambiador de calor 8 y 10.
- 30 El reactor 9 tampoco está limitado específicamente y puede ser cualquier reactor adecuado para llevar a cabo una etapa de reacción 250 con un tiempo de residencia y temperatura. Por ejemplo, el reactor puede estar en forma de uno o más reactores de recipiente agitado, monotubo, multitubo o Reactor Mezclador Sulzer (SMR™). En una realización, dos reactores discontinuos 9 funcionan en tándem.
- 35 Según otra realización preferida del método 205, una parte de la etapa de calentamiento 240 y/o una parte de la etapa de enfriamiento 260 tienen lugar en un recuperador 11 para reducir el consumo de energía. En una realización, toda la etapa de calentamiento 240 y/o toda la etapa de enfriamiento 260 tienen lugar en un recuperador 11. Asimismo, una realización preferida del aparato 1 comprende adicionalmente un recuperador 11 para llevar a cabo una etapa de calentamiento adicional 240" y una etapa de enfriamiento adicional 260" en el circuito 7. En una realización preferida específica del aparato 1, el primer intercambiador de calor 8 y/o el segundo intercambiador de calor 10 son parte de un recuperador 11. En otras realizaciones del método 205 y el aparato 1, se puede utilizar más de un recuperador 11.
- 40 Un experto en la técnica entenderá que los recuperadores 11 pueden estar dispuestos antes y/o después de cada uno del primer intercambiador de calor 8 y el segundo intercambiador de calor 10 en el circuito 7 sin limitación, siempre que una parte del calentamiento 240 y una parte del enfriamiento 260 en el circuito 7 tengan lugar en el recuperador o recuperadores 11. Los recuperadores 11 no están específicamente limitados y, por ejemplo, pueden ser del tipo placa, monotubo o multitubo.
- 45 En una realización preferida del método 205, el contacto de la mezcla de vapor 5' con la solución acuosa 6' tiene lugar bajo al menos un vacío parcial, preferiblemente un vacío de menos de 100 mbar, más preferiblemente menos de 50 mbar, y lo más preferiblemente menos de 30 mbar. Asimismo, otra realización preferida del aparato 1 comprende adicionalmente un sistema de vacío 16 en comunicación de fluido con la columna contracorriente 2'. Un vacío es beneficioso para mantener fácilmente un alto vacío también en el recipiente de desvolatilización para favorecer allí la destilación de la lactida 13'.
- 50 El circuito 7 no está específicamente limitado y puede comprender adicionalmente una o más bombas, válvulas, salidas adicionales y entradas adicionales. Se puede utilizar una bomba 17' para proporcionar una fuerza impulsora para la circulación 73 de la solución acuosa 6' a través del circuito 7. Se pueden utilizar salidas adicionales para eliminar líquido o desechos o muestras para el análisis del circuito 7, y se pueden utilizar entradas adicionales para añadir agua, ácido 4', preferiblemente ácido láctico y/o catalizador 15 al circuito 7, si se desea. En una realización preferida, el circuito 7 comprende una entrada para la adición del catalizador 15, preferiblemente antes y/o en el reactor 9.
- 55

5 El circuito 7 también puede comprender varios equipos analíticos en línea, tales como espectrómetros o sus sensores para medir el contenido del éster 3' y sensores tales como sensores de pH y/o sensores de presión y/o medidores de flujo para ayudar en el funcionamiento adecuada del circuito 7. Por ejemplo, si el contenido del éster 3' en la solución acuosa 6' aumenta, o si la presión aumenta o el flujo disminuye en el circuito 7, lo que indica precipitación y bloqueo, la temperatura en el reactor 9 se puede incrementar para incrementar la velocidad de reducción del contenido del éster 3'.

La FIG. 5 muestra una vista esquemática ilustrativa de una realización preferida de un aparato 1 según la invención que tiene un eyector de vapor 14, un recuperador 11, un sistema de vacío 16' y una bomba 17'.

10 Otro aspecto de la invención se refiere al uso del aparato 1 en el método 205, preferiblemente en la producción de una lactida 13' o un polímero de ácido poliláctico 12'. El aparato 1 es parte de una planta de polimerización para la producción de un polímero de poliéster. Tal uso se beneficia en ese caso de las ventajas previamente comentadas del aparato y el método de la invención. En una realización preferida, el uso del método 205 es en la producción de un polímero de ácido poliláctico 12'.

Ejemplos

15 Los siguientes ejemplos se exponen para proporcionar a los expertos en la técnica una descripción detallada de cómo se evalúan los métodos reivindicados en la presente memoria, y no pretenden que limiten el alcance de lo que los autores de la presente invención consideran su invención. A menos que se indique lo contrario, la temperatura está en grados Celsius (°C) y el tiempo está en min.

20 La lactida sólida 13' se puso en contacto con agua o diversas soluciones acuosas de ácido láctico y se prepararon diversas mezclas que tenían diferentes proporciones de lactida 13' y agua o soluciones acuosas de ácido láctico. El tiempo para disolver y/o hidrolizar todo el contenido sólido presente como precipitado o sólido suspendido para proporcionar soluciones transparentes se determinó para varias temperaturas.

25 Los datos representativos se muestran en la FIG. 7 para la disolución y/o hidrólisis de lactida sólida en agua a diversas temperaturas. Se observó que el aumento del tiempo de residencia a una temperatura concreta conducía a una reducción y finalmente a la eliminación del contenido de sólidos. Se puede observar que el aumento de la temperatura reduce el tiempo requerido para eliminar el contenido de sólidos de la mezcla de lactida y agua.

30 Se observó adicionalmente que la presencia y/o adición de ácido láctico condujo a una reducción en el tiempo necesario para eliminar el contenido de sólidos. Sin desear limitarse a ningún mecanismo específico, se cree que la hidrólisis de lactida 3' a ácido lactoiláctico y/o ácido láctico es beneficiosa para reducir autocatalíticamente los sólidos y el contenido de lactida. Por lo tanto, la presencia del ácido 4' en la etapa de reacción 250 de la circulación 73 y/o en el reactor 9 del circuito 7 es beneficiosa para reducir el contenido del éster 3'.

REIVINDICACIONES

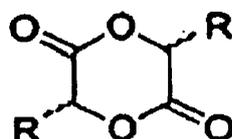
1. Un método para la eliminación de un éster (3') de una mezcla de vapor (5') que contiene el éster (3'), poniendo en contacto la mezcla de vapor (5') con una solución acuosa (6') que contiene el ácido (4') correspondiente al éster (3'), en donde una parte del éster (3') se disuelve o se transfiere a la solución acuosa (6'), y la solución acuosa (6') se conduce, después del contacto, en una circulación (73), caracterizado por que

la solución acuosa (6') se procesa en la circulación (73) en un procedimiento que comprende:

- una etapa de calentamiento (240)
- una etapa de reacción (250) que tiene un tiempo de residencia y una temperatura
- una etapa de enfriamiento (260)

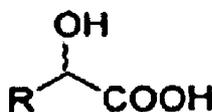
10 en donde la etapa de calentamiento (240) precede a la etapa de reacción (250), la etapa de reacción (250) precede a la etapa de enfriamiento (260), y el tiempo de residencia y la temperatura en la etapa de reacción (250) son suficientes para reducir sustancialmente el contenido del éster (3') en la solución acuosa (6') a través de una disolución e hidrólisis del éster (3').

15 2. El método según la reivindicación 1, en donde el éster (3') es un diéster cíclico de un ácido alfa-hidroxicarboxílico de fórmula I,



fórmula I

20 en donde R se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno o radicales alifáticos lineales o ramificados que tienen de 1 a 6 átomos de carbono, y en donde el ácido (4') es un ácido alfa-hidroxicarboxílico de fórmula II correspondiente al diéster de fórmula I,



fórmula II.

25 3. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en donde la mezcla de vapor (5') se obtiene a partir de la desvolatilización de un polímero de ácido poliláctico (12') preparado mediante una polimerización de apertura de anillo de una lactida (13').

4. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la mezcla de vapor (5') se hace pasar a través de un eyector de vapor (14) antes de poner en contacto la solución acuosa (6').

5. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde una parte de la etapa de calentamiento y una parte de la etapa de enfriamiento tienen lugar en un recuperador (11).

30 6. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el contenido del éster (3') en la solución acuosa (6') se reduce en la etapa de reacción (250) a menos de 10% en peso, preferiblemente menos de 5, más preferiblemente menos de 3.

35 7. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el tiempo de residencia en la etapa de reacción (250) es al menos 0,1 min, preferiblemente 1, más preferiblemente 5, lo más preferiblemente al menos 10, y la temperatura en la etapa de reacción (250) es al menos 10°C, preferiblemente 20, más preferiblemente 40, lo más preferiblemente 60.

40 8. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde el tiempo de residencia en la etapa de reacción (250) es de 0,10 a 30 min y la temperatura en la etapa de reacción (250) es de 10 a 95°C, preferiblemente el tiempo de 0,5 a 25 y la temperatura de 20 a 90, más preferiblemente el tiempo de 0,75 a 20 y la temperatura de 40 a 80, lo más preferiblemente el tiempo de 1 a 15 y la temperatura de 50 a 75.

9. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la etapa de reacción (250) tiene lugar en presencia de un catalizador añadido (15).

10. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde el contacto de la mezcla de vapor (5') con la solución acuosa (6') tiene lugar al menos en un vacío parcial, preferiblemente un vacío de menos de 100 mbar, más preferiblemente menos de 50 mbar, y lo más preferiblemente menos de 30 mbar.

5 11. Una planta de polimerización para la producción de un polímero de poliéster que comprende un aparato (1) para llevar a cabo el método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde el aparato (1) comprende:

- una columna de contracorriente (2') para poner en contacto una mezcla de vapor (5') con una solución acuosa (6'),
- un circuito (7) en comunicación de fluido con la columna (2') y para hacer circular la solución acuosa (6'),

10 en donde la columna de contracorriente (2') tiene una primera entrada (211') para la mezcla de vapor (5') y una segunda entrada (212') para la solución acuosa (6') y una salida (221') para la solución acuosa (6'), en donde el circuito (7) tiene una entrada (71') y una salida (72') para la solución acuosa (6'), y en donde la entrada (71') del circuito (7) está en comunicación de fluido con la salida (221') de la columna de contracorriente (2'), y en donde la salida (72') del circuito (7) está en comunicación de fluido con la segunda entrada (212') de la columna de contracorriente (2') caracterizado por que

el circuito (7) comprende:

- 15 - un primer intercambiador de calor (8) para llevar a cabo una etapa de calentamiento que tiene una entrada (81) y una salida (82),
- un reactor (9) que tiene una entrada (91) y una salida (92) y adecuado para una etapa de reacción (250) en la que el contenido del éster (3') en la solución acuosa (6') se reduce mediante una disolución y/o hidrólisis del éster (3'),
- 20 - un segundo intercambiador de calor (10) para llevar a cabo una etapa de enfriamiento que tiene una entrada (101) y una salida (102),

25 en donde la entrada (81) del primer intercambiador de calor (8) está en comunicación de fluido con la entrada (71') del circuito (7), la salida (82) del primer intercambiador de calor (8) está en comunicación de fluido con la entrada (91) del reactor (9), la salida (92) del reactor (9) está en comunicación de fluido con la entrada (101) del segundo intercambiador de calor (10) y la salida (102) del segundo intercambiador de calor (10) está en comunicación de fluido con la salida (72') del circuito (7).

12. La planta de polimerización de la reivindicación 11, en donde el aparato (1) comprende adicionalmente un recuperador (11) para llevar a cabo una etapa adicional de calentamiento y una etapa adicional de enfriamiento en el circuito (7).

30 13. La planta de polimerización de cualquiera de las reivindicaciones 11 o 12, en donde el aparato (1) comprende adicionalmente un eyector de vapor (14) para hacer pasar la mezcla de vapor (5'), antes de entrar en contacto con la solución acuosa (6'), en donde el eyector (14) tiene una entrada (141) y una salida (142), y la salida (142) del eyector (14) está en comunicación de fluido con la primera entrada (211') de la columna de contracorriente (2').

14. La planta de polimerización de una cualquiera de las reivindicaciones 11 a 13, en donde el aparato (1) comprende adicionalmente un sistema de vacío (16) en comunicación de fluido con la columna de contracorriente (2').

Fig.1

200'

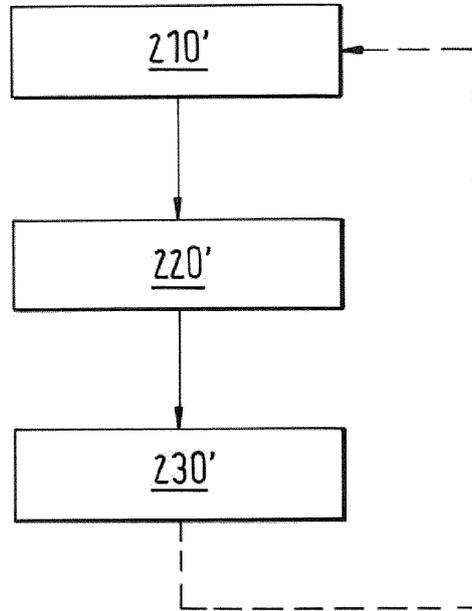


Fig.2

1'

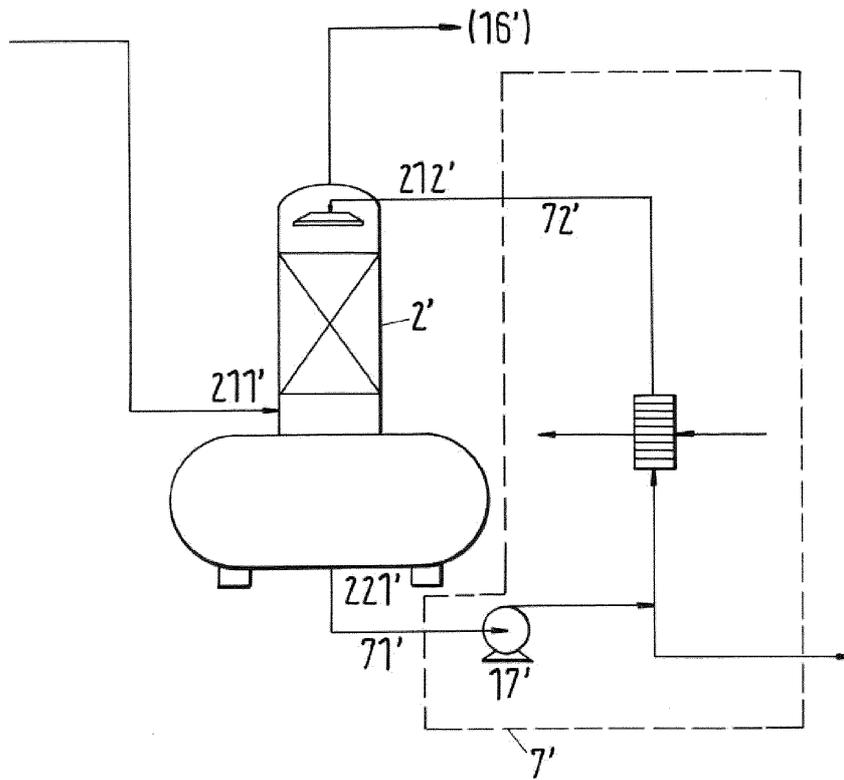


Fig.3

205

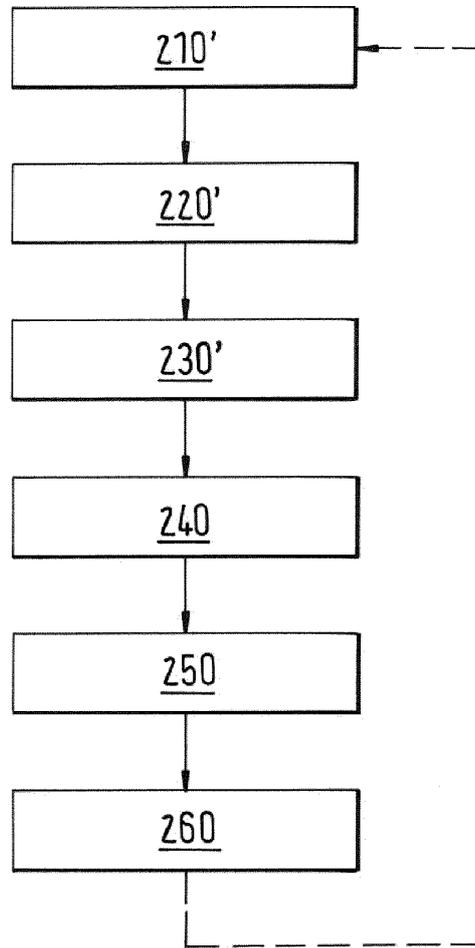


Fig.4

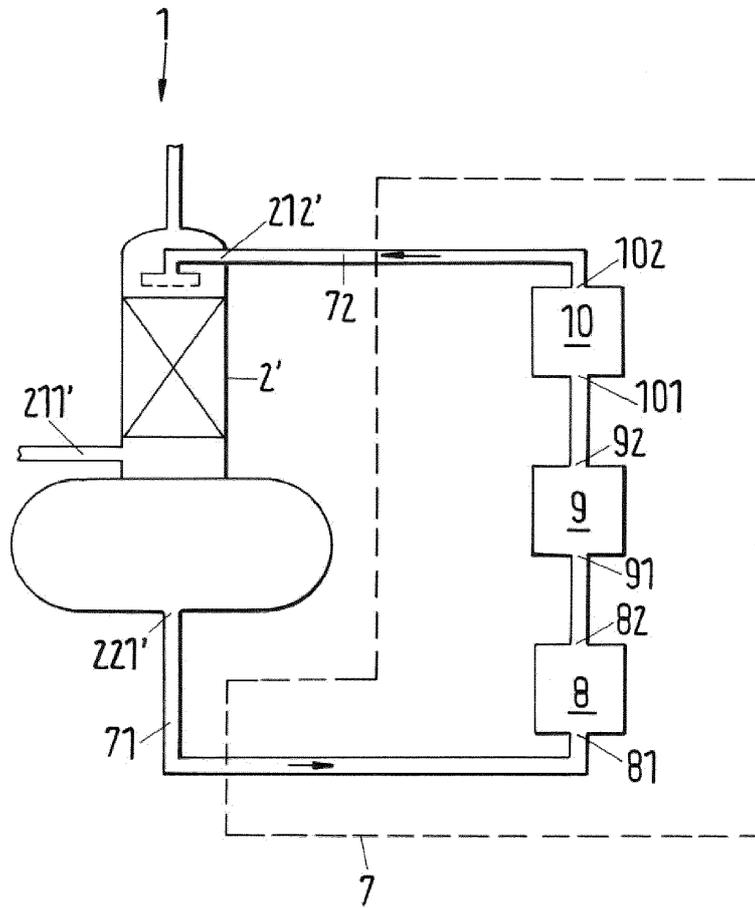


Fig.5

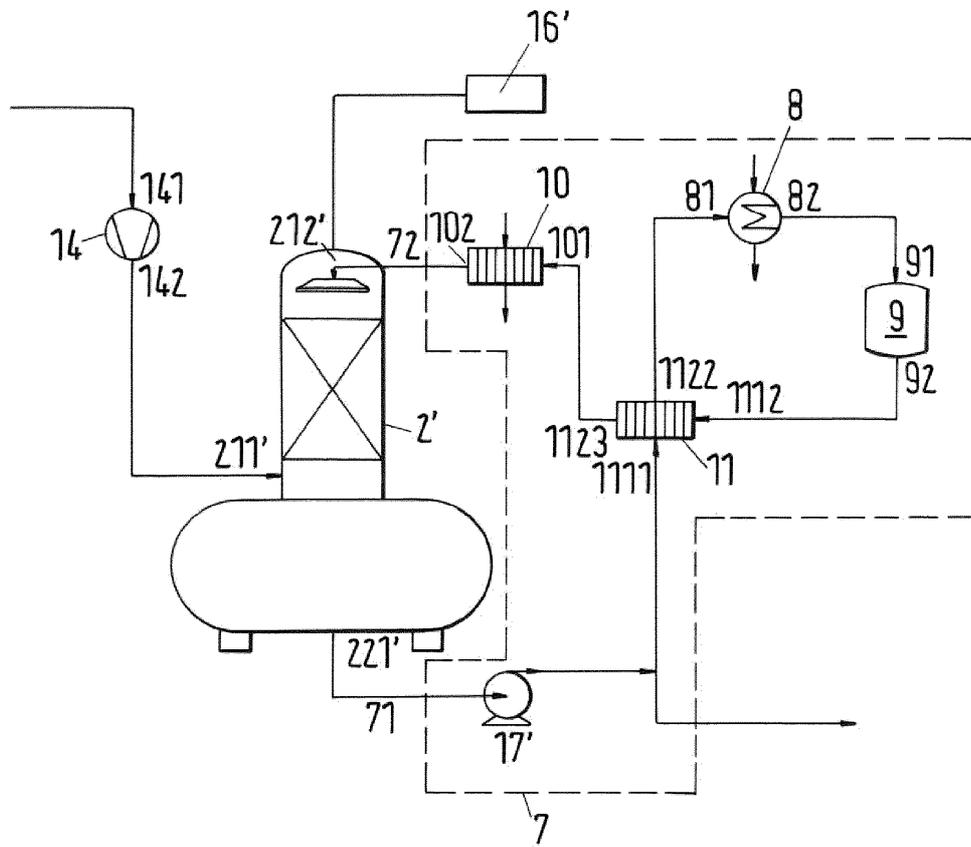
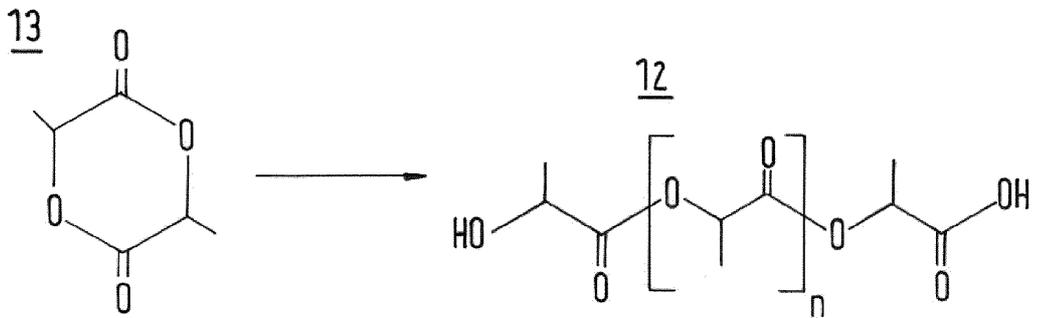
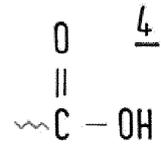
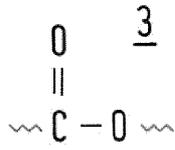


Fig.6



151

152

153

B:

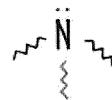
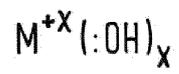


Fig.7

