



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 329 042**

(51) Int. Cl.:
C07C 51/48 (2006.01)
C07C 59/01 (2006.01)
C07C 57/04 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **04756187 .3**
(96) Fecha de presentación : **25.06.2004**
(97) Número de publicación de la solicitud: **1654212**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **10.05.2006**

(54) Título: **Procedimiento para separar y recuperar ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico.**

(30) Prioridad: **26.06.2003 US 482815 P**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
20.11.2009

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
20.11.2009

(73) Titular/es: **Novozymes A/S**
Krogshøjvej 36
2880 Bagsværd, DK

(72) Inventor/es: **Meng, Xiangsheng;**
Tsobanakis, Paris;
Malsam, Jeffrey y
Abraham, Timothy

(74) Agente: **Curell Suñol, Marcelino**

ES 2 329 042 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 separar y recuperar ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico.

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para separar y recuperar ácido 3-hidroxipropiónico a partir de una solución acuosa que comprende ácido 3-hidroxipropiónico, ácido acrílico y/o otras impurezas ácidas. La solución acuosa puede obtenerse a partir de cualquiera de entre múltiples rutas de preparación del ácido 3-hidroxipropiónico, incluyendo la hidratación del ácido acrílico.

Además, la invención se refiere a la combinación de tanto el procedimiento de separación y recuperación de ácido 3-hidroxipropiónico como a un procedimiento para separar y recuperar ácido acrílico. Lo expuesto anteriormente permite reciclar el ácido acrílico y el extractante orgánico, proporcionando ventajas económicas. Los procedimientos para separar y recuperar ácido acrílico a partir de soluciones que comprenden ácido acrílico y un extractante orgánico son los siguientes. En un primer procedimiento, se somete una solución que comprende ácido acrílico y un extractante orgánico a reextracción con agua para recuperar el ácido acrílico del extractante. En otro procedimiento, se destila una solución que comprende ácido acrílico y un extractante orgánico que presenta un punto de ebullición inferior a 100°C, en presencia de agua para destilar el extractante, resultando en una solución acuosa de ácido acrílico.

20 Antecedentes

Se conocen diversos procedimientos para separar y recuperar ácido 3-hidroxipropiónico a partir de una solución acuosa que comprende ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico. Se encuentra comprendido dentro de estos procedimientos destilar ácido acrílico a partir de la solución acuosa. Además, es conocido que el ácido acrílico en solución acuosa se extrae con acetato de etilo como extractante en corriente cruzada. Lo expuesto anteriormente se describe en una publicación de Shem, Changzhou, You, Sihui; Huaxueshijie 19(2):77-79, 1997.

Sumario

La presente invención proporciona procedimientos por lotes y continuos para separar y recuperar ácido 3-hidroxipropiónico a partir de una solución acuosa que comprende ácido 3-hidroxipropiónico, ácido acrílico y/o otras impurezas ácidas mediante extracción en solvente a contracorriente con acetato de etilo como extractante orgánico, que permite la separación y recuperación de ácido 3-hidroxipropiónico. Además, la presente invención proporciona un procedimiento para separar y recuperar ácido 3-hidroxipropiónico con elevada eficiencia, rendimiento elevado y pureza elevada.

Además, la presente invención proporciona un procedimiento para separar y recuperar ácido 3-hidroxipropiónico a partir de una solución acuosa que comprende ácido 3-hidroxipropiónico, ácido acrílico y/o otras impurezas ácidas, que también incluye la separación y recuperación del ácido acrílico a partir de soluciones que comprenden ácido acrílico y un extractante orgánico, y regenerar el extractante para la reutilización del mismo.

En una forma de realización la presente invención proporciona un procedimiento para extraer ácido acrílico y/o otras impurezas ácidas a partir de una solución acuosa que también contiene ácido 3-hidroxipropiónico con extractante acetato de etilo a contracorriente. El ácido acrílico puede recuperarse del extractante, permitiendo de esta manera que se reciclen el extractante y el ácido acrílico para la reutilización de los mismos. La solución acuosa restante tras la extracción del ácido acrílico con el extractante acetato de etilo comprende ácido 3-hidroxipropiónico. La extracción se lleva a cabo a contra corriente utilizando cualquier equipo que permita conseguir la separación y recuperación del ácido 3-hidroxipropiónico del ácido acrílico.

Otra forma de realización de la presente invención comprende combinar el procedimiento de separación y recuperación del ácido 3-hidroxipropiónico de una solución que comprende ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico utilizando una extracción a contracorriente con acetato de etilo, con un procedimiento para separar y recuperar ácido acrílico a partir de una solución que comprende ácido acrílico y extractante acetato de etilo. Este procedimiento combinado permite recuperar y reciclar ácido acrílico y/o extractante, proporcionando una ventaja económica. Éstos son dos procedimientos para separar y recuperar ácido acrílico a partir de una solución que comprende ácido acrílico y extractante acetato de etilo. Un primer procedimiento comprende someter una solución que comprende ácido acrílico y extractante a reextracción con agua, utilizando cualquier técnica convencional para separar y recuperar el ácido acrílico del extractante. Un segundo procedimiento para separar y recuperar ácido acrílico a partir de una solución que comprende ácido acrílico y extractante acetato de etilo comprende destilar la solución, en presencia de agua, a fin de destilar el extractante, resultando de esta manera en una solución acuosa de ácido acrílico.

El ácido 3-hidroxipropiónico recuperado mediante el presente procedimiento es un compuesto conocido que presenta muchas aplicaciones, y el producto de la presente invención resulta útil en las mismas. En particular, el ácido 3-hidroxipropiónico es conocido que resulta útil para preparar materiales poliméricos, y que es un intermediario útil en la preparación de diversos materiales orgánicos.

Descripción detallada

Según la presente invención, se ha encontrado que el objetivo anteriormente mencionado y otros objetivos adicionales se alcanzan mediante el modo a contra corriente de extracción del ácido acrílico y/o de otras impurezas ácidas de una solución acuosa que también contiene ácido 3-hidroxipropiónico utilizando acetato de etilo como el extractante orgánico. Puede recuperarse ácido acrílico del extractante orgánico, permitiendo así reciclar el extractante orgánico y el ácido acrílico para la reutilización de los mismos. La solución acuosa que permanece tras la extracción del ácido acrílico con el extractante orgánico incluye ácido 3-hidroxipropiónico.

La extracción se lleva a cabo mediante el modo a contra corriente utilizando cualquier equipo con el que pueda conseguirse la separación y recuperación del ácido 3-hidroxipropiónico del ácido acrílico.

Otra forma de realización de la presente invención comprende combinar el procedimiento para separar y recuperar ácido 3-hidroxipropiónico de una solución que comprende ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico utilizando una extracción a contracorriente con acetato de etilo, con un procedimiento para separar y recuperar ácido acrílico de una solución que comprende ácido acrílico y extractante acetato de etilo. Este procedimiento combinado permite recuperar y reciclar ácido acrílico y/o extractante, proporcionando una ventaja económica. Existen dos procedimientos ejemplificativos para separar y recuperar ácido acrílico de una solución que comprende ácido acrílico y extractante acetato de etilo. El primer procedimiento comprende someter una solución que comprende ácido acrílico y extractante a reextracción con agua utilizando cualquier técnica convencional, a fin de separar y recuperar el ácido acrílico del extractante. El segundo procedimiento para separar y recuperar ácido acrílico de una solución que comprende ácido acrílico y extractante acetato de etilo comprende destilar la solución, en presencia de agua, a fin de destilar el extractante, resultando de esta manera en una solución acuosa de ácido acrílico.

En el procedimiento para separar y recuperar el ácido 3-hidroxipropiónico mediante la extracción a contracorriente de la solución que comprende ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico, el acetato de etilo para la extracción del ácido acrílico en la fase orgánica se encuentra presente en una cantidad comprendida entre aproximadamente 1 y aproximadamente 100 por ciento en peso. El resto del componente presente en la fase orgánica es un solvente hidrocarburo saturado o insaturado.

La extracción a contracorriente del ácido acrílico y/o de otras impurezas ácidas de la solución que comprende ácido 3-hidroxipropiónico se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre aproximadamente 0°C y aproximadamente 70°C, preferentemente entre aproximadamente 20°C y aproximadamente 40°C, y más preferentemente entre aproximadamente 20°C y aproximadamente 25°C. La proporción en volumen de fase orgánica a fase acuosa en la etapa de extracción se encuentra comprendida entre aproximadamente 20:1 y aproximadamente 1:20, preferentemente entre aproximadamente 10:1 y aproximadamente 1:10, y más preferentemente entre aproximadamente 5:1 y aproximadamente 1:5. La extracción se lleva a cabo a contracorriente y utiliza cualquier aparato de extracción. La extracción se lleva a cabo durante cualquier periodo de tiempo necesario para conseguir la extracción. Por ejemplo, la extracción puede llevarse a cabo en una columna de extracción multietapa a contracorriente.

Tras la separación de la fase acuosa que comprende el ácido 3-hidroxipropiónico queda una fase orgánica que comprende ácido acrílico y/o otras impurezas ácidas y extractante acetato de etilo. En una forma de realización, para separar y recuperar el ácido acrílico de la solución que comprende ácido acrílico y extractante, la solución se somete a reextracción con agua. De acuerdo con lo expuesto anteriormente, se recupera el ácido acrílico de la fase orgánica y se regenera el extractante acetato de etilo. El extractante regenerado puede reciclarse para la utilización en la separación y recuperación del ácido 3-hidroxipropiónico. La reextracción de la solución de ácido acrílico-extractante acetato de etilo se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre aproximadamente 0°C y aproximadamente 180°C, preferentemente entre aproximadamente 50°C y aproximadamente 140°C. La proporción en volumen de fase orgánica a fase acuosa se encuentra comprendida entre aproximadamente 20:1 y aproximadamente 1:20, preferentemente entre aproximadamente 10:1 y aproximadamente 1:10, y más preferentemente entre aproximadamente 5:1 y aproximadamente 1:5. La reextracción con agua se lleva a cabo de cualquier manera y con cualquier equipo de extracción en cualquier periodo de tiempo de manera que se consiga la reextracción. Por ejemplo, la reextracción puede llevarse a cabo en una columna de extracción multietapa a contracorriente, en cocorriente o en corriente cruzada.

En otra forma de realización, para separar y recuperar ácido acrílico de una solución que comprende ácido acrílico, extractante acetato de etilo y/o otras impurezas ácidas, la fase orgánica que contiene principalmente ácido acrílico y otras impurezas ácidas se somete a destilación del extractante acetato de etilo en presencia de agua. El extractante destilado puede reciclarse nuevamente en la extracción, para la reutilización del mismo en la extracción del ácido acrílico. La destilación del extractante puede llevarse a cabo, en presencia de agua, de cualquier manera, bajo cualquier condición que permita conseguir la destilación. Por ejemplo, la destilación del extractante puede llevarse a cabo a cualquier presión y a cualquier temperatura. La proporción en volumen de fase orgánica a fase acuosa en la etapa de extracción se encuentra comprendida entre aproximadamente 20:1 y aproximadamente 1:20, preferentemente entre aproximadamente 10:1 y aproximadamente 1:10, y más preferentemente entre aproximadamente 5:1 y aproximadamente 1:5.

La extracción en contracorriente se lleva a cabo de cualquier manera y con cualquier equipo de extracción en cualquier periodo de tiempo que permita conseguir la extracción. Por ejemplo, la extracción puede llevarse a cabo en una columna de extracción multietapa a contracorriente. La destilación del extractante puede llevarse a cabo de cualquier manera bajo cualquier condición que permita conseguir la destilación.

ES 2 329 042 T3

El procedimiento para separar y recuperar ácido 3-hidroxipropiónico de la presente invención mediante extracción en solvente a contracorriente utilizando acetato de etilo a partir de una solución que comprende ácido 3-hidroxipropiónico, ácido acrílico y/o otras impurezas ácidas, puede combinarse con cualquiera de los procedimientos de la presente invención para la separación y recuperación de ácido acrílico a partir de soluciones en extractante acetato de etilo que contienen el ácido acrílico. Los procedimientos pueden combinarse de cualquier manera para proporcionar una ventaja económica, permitiendo la recuperación y reutilización del ácido acrílico y extractante.

Se ha descubierto que el presente procedimiento de extracción en solvente con acetato de etilo en contracorriente resulta en la utilización de acetato de etilo en cantidad aproximadamente cinco (5) veces inferior a la cantidad de acetato de etilo utilizada al llevar a cabo la extracción en corriente cruzada.

La invención se pondrá más claramente de manifiesto haciendo referencia a los ejemplos siguientes. Evidentemente existen muchas otras formas de la presente invención que resultarán evidentes para el experto en la materia a partir de la descripción completa de la invención, y de acuerdo con lo expuesto anteriormente se reconocerá que dichos ejemplos se proporcionan a título únicamente ilustrativo y no limitativo del alcance de la presente invención en modo alguno.

Ejemplos

En los ejemplos siguientes se analizan productos mediante cromatografía líquida de alta presión (HPLC), descrita a continuación:

Cromatografía líquida de alta presión (HPLC)

HPLC - los productos producidos mediante el procedimiento se analizan utilizando una bomba binaria de HPLC Waters 1525 provista de un automuestreador Waters 717 plus y detectores de índice refractivo Waters 2410 y de absorbancia de doble lambda Waters 2487, que presenta una columna Bio-Rad HP87-H, ácido sulfúrico 0,004 N como fase móvil, un caudal de 0,6 ml/minuto y una temperatura de columna de 60°C.

Ejemplo 1

En el presente ejemplo se utilizaron cinco (5) soluciones madre acuosas. Las soluciones madre acuosas comprendían una solución acuosa al 30% de ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico al 99%. En cada una de las cinco soluciones madre acuosas, la concentración de ácido 3-hidroxipropiónico era aproximadamente dos veces superior a la concentración del ácido acrílico. Las soluciones madre acuosas se muestran en la Tabla 1, a continuación.

TABLA 1

Concentración de ácido acrílico y de ácido 3-hidroxipropiónico en las soluciones madre

40

45

50

55

Solución madre acuosa n°	Conc. de ácido acrílico en la solución madre, % en peso	Conc. de ácido 3-hidroxipropiónico en la solución madre, % en peso	Conc. de ácidos totales en la solución madre, % en peso
1	0,67	1,34	2,01
2	3,33	6,67	10,00
3	6,67	13,34	20,01
4	9,99	19,98	29,97
5	12,51	25,05	37,56

El procedimiento de extracción utilizado en los Ejemplos 1 a 5 para separar y recuperar ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico a partir de soluciones acuosas que comprenden ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico se llevó a cabo de la manera siguiente:

1. A un tubo de centrífuga de 15 ml se le añadieron 5 ml de cada solución madre de ácido y extractante acetato de etilo. Se registraron las masas del tubo de centrífuga vacío, de la solución acuosa y del extractante.
2. El tubo se introdujo en un agitador de plataforma y se mezcló el contenido en el tubo a 230 rpm durante 30 minutos a 22°C (rpm se refiere a revoluciones por minuto).

ES 2 329 042 T3

3. Al final de la mezcla, el tubo se centrifugó a 4.500 rpm durante 5 minutos.
4. Se registraron los volúmenes de las fases acuosa y de extractante acetato de etilo en los tubos.
5. Se separó la fase acuosa de la fase de extractante acetato de etilo y se registraron las masas de ambas fases.
6. Se analizaron mediante HPLC el ácido acrílico y el ácido 3-hidroxipropiónico en la solución acuosa.
7. Se calcularon las concentraciones de ácido acrílico y de ácido 3-hidroxipropiónico en el extracto acetato de etilo restando las concentraciones de ácido acrílico y de ácido 3-hidroxipropiónico en la fase acuosa de la concentración inicial en la solución madre.

Las condiciones de procesamiento y los resultados experimentales para la extracción del ácido acrílico (AA) y el ácido 3-hidroxipropiónico (3HP) por el acetato de etilo se proporcionan en la Tabla 2, a continuación.

TABLA 2

Extracción de ácido acrílico (AA) y ácido 3-hidroxipropiónico (3HP) a partir de soluciones madre acuosas que contienen AA y 3HP por acetato de etilo

Ejemplo nº	Solución madre acuosa, nº	Ácido en fase acuosa, % en peso		Ácido en extractante acetato de etilo, % en peso		Coeficiente de partición, D^1		Factor de separación, S^2
		AA	3HP	AA	3HP	AA	3HP	
1	1	0,20	1,13	0,59	0,20	2,96	0,18	16,55
2	2	0,97	5,77	2,87	1,21	2,97	0,21	14,18
3	3	2,02	11,38	5,36	3,09	2,66	0,27	9,79
4	4	3,18	17,08	7,53	5,17	2,36	0,30	7,81
5	5	4,22	21,16	8,07	8,68	1,91	0,41	4,66

¹ Se calculó el coeficiente de partición, D , dividiendo la concentración de ácido en la fase de extractante acetato de etilo por la concentración de ácido en la fase acuosa, para AA y para 3HP.

² Se calculó el factor de separación, S , dividiendo el coeficiente de partición del ácido acrílico por el coeficiente de partición de 3HP.

Comparación entre la extracción contracorriente y la extracción en corriente cruzada

Se comparó una extracción a contracorriente y una extracción en corriente cruzada con acetato de etilo como extractante para la separación y recuperación de ácido 3-hidroxipropiónico mediante cálculo utilizando el procedimiento conocido, publicado en la literatura (L. Alders, "Liquid-Liquid Extraction; Theory and Laboratory Practice", segunda edición revisada, Elsevier Publishing, 1959, páginas 103 a 106). En el cálculo se realizaron las suposiciones siguientes:

1. Se supuso que los coeficientes de partición, D , tanto para el ácido acrílico como para 3HP eran constantes y se utilizó un número medio de coeficientes de partición, indicado en la Tabla 2. Para el ácido acrílico, $D_{AA}=2,572$ y para 3HP, $D_{3HP}=0,274$
2. El cociente de fases, R , es igual al caudal de extractante dividido por el caudal de solución acuosa.
3. No se consideraron las solubilidades de la fase acuosa en la fase de extractante ni de la fase extractante en la fase acuosa que podrían modificar el caudal de cada fase en el cálculo del cociente de fases, R .
4. Una solución acuosa inicial contiene 20% en peso de 3HP y 10% en peso de ácido acrílico.

ES 2 329 042 T3

Se calculó el factor de extracción para el ácido acrílico en cada etapa utilizando la fórmula $E_{AA}=D_{AA} \times R$, y se calculó el factor de extracción para 3HP en cada etapa utilizando la fórmula $E_{3HP}=D_{3HP} \times R$.

Para la extracción en corriente cruzada, se calculó la fracción de ácido acrílico no extraído en cada etapa mediante la fórmula $F_{AA}=I/(E_{AA}+I)$, en la que E_{AA} es el factor de extracción para el ácido acrílico en cada etapa.

Para la extracción en corriente cruzada, se calculó la fracción de 3HP no extraído en cada etapa mediante la fórmula $F_{3HP}=I/(E_{3HP}+I)$, en la que E_{3HP} es el factor de extracción para 3HP en cada etapa.

Para la extracción a contracorriente, se calculó la fracción de ácido acrílico no extraído en cada etapa mediante la fórmula $F_{AA}=(E_{AA}-I)/(E_{AA}^{n+1}-I)$, en la que E_{AA} es el factor de extracción para el ácido acrílico en cada etapa y E_{AA}^{n+1} es el factor de extracción elevado a la potencia n+1 del ácido acrílico en cada etapa, en la que n=número de etapa (por ejemplo en la primera etapa n=1 y en la segunda etapa n=2, y de esta manera sucesivamente).

Para la extracción a contracorriente se calculó la fracción de 3HP no extraída en cada etapa mediante la fórmula $F_{3HP}=(E_{3HP}-1)/(E_{3HP}^{n+1}-1)$, en la que E_{3HP} es el factor de extracción de 3HP en cada etapa y E_{3HP}^{n+1} es el factor de extracción elevado a la potencia n+1 de 3HP en cada etapa, en la que n=número de etapa (por ejemplo en la primera etapa n=1 y en la segunda etapa n=2, y de esta manera sucesivamente).

Los resultados del cálculo mediante la aplicación de las suposiciones y fórmulas anteriores se presentan en la Tabla 3-6, a continuación.

TABLA 3

Extracción en corriente cruzada de 3HP y de ácido acrílico con acetato de etilo

Etapas	Fracción no extraída de 3HP	Fracción no extraída de AA	Pureza de 3HP, %	Rendimiento de 3HP, %
0			66,67	100,00
1	0,773	0,266	85,31	77,33
2	0,773	0,266	94,40	59,80
3	0,773	0,266	98,00	46,24
4	0,773	0,266	99,30	35,76
5	0,773	0,266	99,76	27,65
6	0,773	0,266	99,92	21,38

TABLA 4

Extracción a contracorriente de 3HP y de ácido acrílico con acetato de etilo

Etapas	Fracción no extraída de 3HP	Fracción no extraída de AA	Pureza de 3HP, %	Rendimiento de 3HP, %
0			66,67	100,00
1	0,773	0,266	85,31	77,33
2	0,725	0,088	94,27	72,51
3	0,712	0,031	97,87	71,21
4	0,708	0,011	99,22	70,84
5	0,707	0,004	99,72	70,73
6	0,707	0,001	99,90	70,70

ES 2 329 042 T3

La Tabla 3 es un ejemplo de la extracción en corriente cruzada en seis etapas con un caudal de solución acuosa de 1.000 kg/h y un caudal de extractante de 1.070 kg/h. La solución acuosa contenía ácido 3-hidroxipropiónico al 20% y ácido acrílico al 10%. Tras seis etapas de extracción en corriente cruzada, el producto 3HP alcanzó una pureza de 99,92%, con un rendimiento de 21,38%. En las seis etapas de extracción en corriente cruzada se utilizaron 6.420 kg/h de acetato de etilo.

Aunque en una prueba idéntica a la de la extracción en corriente cruzada, la extracción a contracorriente en seis etapas tal como se muestra en la Tabla 4 produjo el producto 3HP con la misma pureza, de 99,90%, con un rendimiento de 70,70% (3,3 veces superior al de la extracción en corriente cruzada). En las seis etapas de extracción a contracorriente se utilizaron 1.070 kg/h de acetato de etilo (6 veces menos que en la extracción en corriente cruzada).

Las Tablas 5 y 6 muestran una comparación entre la extracción en corriente cruzada y la extracción a contracorriente con aproximadamente el mismo rendimiento de producto 3HP y la misma cantidad de extractante acetato de etilo, aunque la pureza del producto únicamente alcanzó el 88,37% tras seis etapas de extracción en corriente cruzada. El producto 3HP tras seis etapas de extracción a contracorriente alcanzó una pureza de 99,01%.

TABLA 5

Extracción en corriente cruzada de 3HP y de ácido acrílico con acetato de etilo

Etapa	Fracción no extraída de 3HP	Fracción no extraída de AA	Pureza de 3HP, %	Rendimiento de 3HP, %
0	0,970	0,777	66,67	100,00
1	0,970	0,777	71,42	97,03
2	0,970	0,777	75,73	94,15
3	0,970	0,777	79,59	91,36
4	0,970	0,777	82,97	88,64
5	0,970	0,777	85,88	86,01
6	0,970	0,777	88,37	83,46

TABLA 6

Extracción a contracorriente de 3HP y de ácido acrílico con acetato de etilo

Etapa	Fracción no extraída de 3HP	Fracción no extraída de AA	Pureza de 3HP, %	Rendimiento de 3HP, %
0			66,67	100,00
1	0,845	0,367	82,16	84,49
2	0,822	0,175	90,35	82,15
3	0,817	0,092	94,65	81,73
4	0,817	0,051	96,98	81,66
5	0,816	0,029	98,28	81,65
6	0,816	0,016	99,01	81,64

ES 2 329 042 T3

Ejemplo 2

El presente ejemplo muestra la destilación del acetato de etilo cargado de ácido acrílico. En un matraz de fondo redondo de 100 ml se introdujeron 18,5 gramos de acetato de etilo, 3 gramos de ácido acrílico y 9 gramos de agua destilada. Se aplicó presión reducida (aproximadamente 100 mmHg) al matraz para la destilación del acetato de etilo a temperatura ambiente (aproximadamente 20°C a 24°C). La destilación se completó en aproximadamente 5 minutos. Se pesó tanto el destilado de acetato de etilo como la solución acuosa remanente en el matraz y se determinaron mediante titulación las concentraciones de ácido acrílico tanto en el destilado de acetato de etilo como en la solución acuosa. La cantidad de ácido acrílico remanente en el matraz en forma de solución acuosa era de 91%. Se codestiló aproximadamente 7% del ácido acrílico con acetato de etilo con una parte pequeña de agua.

Ejemplo 3

Se introdujo una solución acuosa que contenía ácido acrílico al 10% en peso y ácido 3-hidroxipropiónico al 20% en peso en una columna de extracción a contracorriente de seis etapas a un caudal de 1.000 kg/h. Se introdujo extractante acetato de etilo en la columna de extracción a contracorriente de seis etapas a un caudal de 1.070 kg/h. Tras la extracción a contracorriente de seis etapas, se esperaba que el flujo acuoso contuviese producto ácido 3-hidroxipropiónico de una pureza de 99,9%. El rendimiento previsto de ácido 3-hidroxipropiónico es de 70,70%. Tras la extracción a contracorriente de seis etapas, se esperaba que el flujo de extractante acetato de etilo contuviese aproximadamente 9,3% en peso de ácido acrílico y 5,5% en peso de ácido 3-hidroxipropiónico.

El flujo de acetato de etilo mencionado anteriormente cargado con ácido acrílico y ácido 3-hidroxipropiónico se mezcló con agua destilada en una proporción de 10 a 3 (extractante a agua) y se introdujo en un recipiente. Se eliminó el acetato de etilo mediante destilación a presión reducida, de aproximadamente 100 mmHg, a temperatura ambiente. La solución acuosa remanente en el matraz se esperaba que contuviese aproximadamente 21% en peso de ácido acrílico y aproximadamente 12% en peso de ácido 3-hidroxipropiónico. Se recicló la solución acuosa de ácido acrílico y ácido 3-hidroxipropiónico, y el acetato de etilo destilado.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para separar y recuperar ácido 3-hidroxipropiónico a partir de una solución acuosa que comprende ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico, comprendiendo el procedimiento extraer a contracorriente la solución acuosa con una fase orgánica que comprende extractante acetato de etilo.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el extractante acetato de etilo se encuentra presente en la fase orgánica en una cantidad comprendida entre aproximadamente 1 y aproximadamente 100 por ciento en peso.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el procedimiento se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 0°C y 70°C.

4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la proporción en volumen de fase orgánica a solución acuosa se encuentra comprendida entre 20:1 y 1:20.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, para separar y recuperar ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico a partir de una solución acuosa que comprende ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico, comprendiendo el procedimiento las etapas siguientes:

(a) extraer a contracorriente la solución acuosa con una fase orgánica que comprende acetato de etilo con el fin de extraer el ácido acrílico de la fase acuosa y a la fase orgánica; y

(b) poner en contacto la fase orgánica formada en la etapa (a) con agua para extraer el ácido acrílico de la fase orgánica y al agua.

6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que el acetato de etilo se encuentra presente en la fase orgánica en una cantidad comprendida entre 1 y 100 por ciento en peso.

7. Procedimiento según la reivindicación 1, para separar y recuperar ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico a partir de una solución acuosa que comprende ácido 3-hidroxipropiónico y ácido acrílico, comprendiendo el procedimiento las etapas siguientes:

(a) extraer a contracorriente la solución acuosa con una fase orgánica que comprende acetato de etilo, con el fin de extraer el ácido acrílico de la solución acuosa a la fase orgánica, y

(b) calentar la fase orgánica formada en la etapa (a), en presencia de agua, para eliminar mediante destilación el acetato de etilo, formando así una solución acuosa de ácido acrílico.