



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0721068-0 B1

(22) Data do Depósito: 31/08/2007

(45) Data de Concessão: 03/01/2017



(54) Título: PROCESSO PARA PURIFICAR UM METACRILATO DE ALQUILA PARA REMOVER ÁCIDO FÓRMICO E/OU ÁCIDO METACRÍLICO E/OU ÁCIDO SULFÚRICO, APARELHO PARA PREPARAR METACRILATOS DE ALQUILA, E PROCESSO PARA PREPARAR POLÍMEROS À BASE DE, PELO MENOS PARCIALMENTE, METACRILATOS DE ALQUILA, E USO DE METACRILATO DE ALQUILA ASSIM OBTIDO

(51) Int.Cl.: C07C 67/56; C07C 69/54; C07C 67/20

(30) Prioridade Unionista: 18/12/2006 DE 10 2006 060 161.0

(73) Titular(es): EVONIK RÖHM GMBH

(72) Inventor(es): UDO GROPP; ROBERT WEBER; THOMAS SCHÄFER; ANDREAS PERL; RUDOLF SINGER; THOMAS MERTZ

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PROCESSO PARA PURIFICAR UM METACRILATO DE ALQUILA PARA REMOVER ÁCIDO FÓRMICO E/OU ÁCIDO METACRÍLICO E/OU ÁCIDO SULFÚRICO, APARELHO PARA PREPARAR METACRILATOS DE ALQUILA, E PROCESSO PARA PREPARAR POLÍMEROS À BASE DE, PELO MENOS PARCIALMENTE, METACRILATOS DE ALQUILA, E USO DE METACRILATO DE ALQUILA ASSIM OBTIDO"**.

A presente invenção refere-se, em termos gerais, a um processo para purificar um metacrilato de alquila, a um processo para preparar um metacrilato de alquila ultrapuro, a um aparelho para preparar metacrilatos de alquila, a um processo para preparar um polímero com base pelo menos parcialmente em metacrilatos de alquila, ao uso de um metacrilato de alquila obtido de acordo com a invenção em produtos químicos e a produtos químicos compreendendo um metacrilato de alquila obtido de acordo com a invenção.

A demanda por metacrilatos de alquila de alta pureza está crescendo constantemente. Tais ésteres formam a base de moldagens poliméricas usadas na tecnologia médica, na qual as mais altas demandas com relação à sua segurança toxicológicas são feitas. A técnica anterior descreve uma grande quantidade de processos de purificação, a purificação por destilação sendo a mais difundida. Mesmo embora a elaboração com destilação possa também ser usada muito eficientemente em um processo contínuo, é muito difícil e associado com um alto nível de complexidade técnica prover metacrilatos de alquila em purezas muito altas pela destilação. As razões para essas dificuldades e o alto nível de complexidade são, acima de tudo, a pequena capacidade de tensão térmica e a tendência de polimerização espontânea dos metacrilatos de alquila muito reativos. Especialmente como um resultado da tendência de polimerização dos metacrilatos de alquila, é sempre necessário interromper a operação das colunas de destilação em instalações em escala industrial, a fim de liberá-las do polímero formado nas colunas e partes internas da coluna com processos complicados e longos.

Em termos gerais, é um objetivo da presente invenção superar,

pelo menos parcialmente, as desvantagens que surgem da técnica anterior.

Em particular, é um objetivo da invenção proporcionar um processo e um aparelho com os quais os metacrilatos de alquila são preparados em pureza ultra-alta com um nível menor de complexidade comparado com

a técnica anterior e em particular com um nível mínimo de formação de polímeros indesejados.

É um objetivo adicional da invenção proporcionar polímeros com base em metacrilatos de alquila que são, em particular, toxicologicamente
5 seguros.

Dessa maneira, é um objetivo adicional da presente invenção impedir muito substancialmente a polimerização indesejada dos metacrilatos de alquila a serem purificadas.

É também um objetivo da invenção proporcionar um processo de
10 purificação que exerce um efeito adverso mínimo nas etapas de processamento adicionais do metacrilato de alquila purificado de acordo com a invenção e os produtos de processamento adicionais dessa maneira obtidos.

Além disso, é um objetivo da invenção proporcionar um processo de purificação que tenha um pequeno consumo de energia e, contudo,
15 leve a purezas satisfatórias do metacrilato de alquila a ser purificado.

Uma contribuição para a solução dos objetivos acima mencionados é feita pela matéria exposta das características de formação de categoria, as sub-reivindicações dependentes delas constituindo modalidades preferidas da presente invenção.

20 A invenção, dessa maneira, refere-se a um processo para purificar um éster metacrílico, compreendendo as etapas de:

- i. prover um metacrilato de alquila com uma impureza;
- ii. absorver pelo menos um pouco da impureza sobre um sólido purificador para obter um metacrilato de alquila ultrapuro.

25 Em conjunto com o sólido purificador, é preferido de acordo com a invenção, que ele consista de uma grande quantidade de partículas sólidas purificadoras que são acomodadas em um recipiente purificador. Em virtude de o recipiente purificador ser circulado completamente pelo éster metacrílico líquido com uma impureza, a grande quantidade de partículas do sólido
30 purificador é circulada por toda parte com a mistura líquida de metacrilato de alquila e a pelo menos uma impureza. É vantajoso nesse contexto que a circulação completa do recipiente purificador e a circulação por toda parte das

partículas sólidas purificadoras sejam substancialmente uniformes. Nesse contexto, foi verificado ser útil que a taxa de fluxo no recipiente purificador fique em uma faixa de aproximadamente 2 a aproximadamente 30 m/s, de preferência em uma faixa de aproximadamente 20 a aproximadamente 10
5 m/s e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 3 a aproximadamente 9 m/s.

É também preferido de acordo com a invenção que o sólido purificador tenha uma área de superfície específica em uma faixa de aproximadamente 400 a aproximadamente 1500 m²/g, de preferência em uma faixa
10 de aproximadamente 500 a aproximadamente 1000 m²/g e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 650 a aproximadamente 800 m²/g. Também é preferido de acordo com a invenção que o sólido purificador tenha poros cujas dimensões são preferivelmente tais que as impurezas possam ser adsorvidas eficientemente neles. Portanto, pode ser inteiramente
15 possível que o sólido purificador tenha tamanhos de poro diferentes. Isso pode ser realizado, por exemplo, misturando três ou mais sólidos purificadores diferentes de tamanho de poro diferente um com o outro. Em geral, um diâmetro de poro do sólido purificador, determinado por meio volumétrico em DIN 66135-1, em uma faixa de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 2
20 nm, de preferência em uma faixa de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 0,8 nm e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 0,6 nm foi verificado como sendo útil.

Além da densidade de volume que, no caso dos sólidos purificadores, fica preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 800 a aproximadamente 1100 kg/m³, mas também frequentemente em uma faixa de
25 aproximadamente 920 a aproximadamente 960 kg/m³, o tamanho de partícula e a distribuição de tamanho de partícula das partículas sólidas purificadoras influenciam a capacidade de circulação da mistura do metacrilato de alquila e pelo menos uma impureza a serem purificados através do recipiente
30 purificador compreendendo eles. Para essa finalidade, é preferido, de acordo com a invenção, que pelo menos 80% em peso das partículas do sólido purificador tenham um tamanho de partícula em uma faixa de aproximadamente

0,5 a aproximadamente 10 nm, de preferência em uma faixa de aproximadamente 1 a aproximadamente 8 nm e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 1,2 a aproximadamente 7,5 nm. Também é preferido que o tamanho de partícula médio em peso do sólido purificador fique em uma faixa de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 10 nm, de preferência em uma faixa de aproximadamente 1 a aproximadamente 8 nm e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 1,2 a 7,5 nm. Em alguns casos, pelo menos um pouco do sólido purificador está presente na forma de unidades semelhantes a cilindro, tal como grânulo torcido. Nesse contexto, é preferido que essas unidades tenham uma seção transversal em uma faixa de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 5 nm, de preferência em uma faixa de aproximadamente 1 a aproximadamente 4 nm e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 1,4 a 2 nm e um comprimento em uma faixa de aproximadamente 3 a aproximadamente 12 nm, de preferência em uma faixa de aproximadamente 4 a aproximadamente 10 nm e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 5 a 9 nm.

Dessa maneira, em conjunto com o aperfeiçoamento do fluxo através do recipiente purificador e, portanto do sólido purificador, medidas adicionais podem ser realizadas por meio de partes internas e guarnições no recipiente purificador. Por exemplo, o recipiente purificador pode ter uma entrada com um diâmetro menor para a admissão do líquido a ser purificado do que a região do recipiente purificador que acomoda o sólido purificador. O recipiente purificador é preferivelmente configurado em uma forma troncocônica. Nesse caso, a região da superfície superior pode formar a entrada e a superfície de base, a saída. À jusante da entrada, o recipiente purificador pode ter uma série de guarnições diferentes do sólido purificador que servem para manter o sólido purificador e agir contra a formação excessivamente fácil da pasta fluida do sólido purificador. Visto na direção de fluxo, essas guarnições podem, assim, ser planejadas abaixo e acima do sólido purificador.

Além do mais, em uma configuração da invenção, o sólido purificador não está presente na forma de uma grande quantidade de partículas,

mas, ao invés disso, como um corpo formado ou em uma combinação de dois ou mais corpos formados que são permeados por uma grande quantidade de canais que são circulados completamente pela mistura do metacrilato de alquila e pelo menos uma impureza. A seleção da configuração desses canais, especialmente o seu comprimento e diâmetro, permite que a taxa de fluxo e, portanto, o tempo de permanência da mistura do metacrilato de alquila e pelo menos uma impureza sejam selecionados, tal que, em primeiro lugar, tempo suficiente para a adsorção de uma porção máxima da impureza no sólido purificador e, em segundo lugar, um tempo de permanência economicamente viável possam ser estabelecidos. O tempo de permanência do metacrilato de alquila no recipiente pode ficar dentro de uma faixa de aproximadamente 0,15 a aproximadamente 20 h, de preferência em uma faixa de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 10 h e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 0,4 a aproximadamente 2 h.

Em princípio, um sólido purificador útil é qualquer material que seja conhecido para aqueles versados na técnica e aparente ser adequado e seja capaz de adsorver pelo menos uma porção das impurezas na mistura do metacrilato de alquila e pelo menos uma impureza. Nesse contexto, é preferido, de acordo com a invenção, que o sólido purificador compreenda pelo menos 10% em peso, de preferência pelo menos 50% em peso e mais preferivelmente pelo menos 75% em peso, com base em cada caso no sólido purificador, de um composto de silício-oxigênio. Esses incluem, acima de tudo, os óxidos de silício (cf. Holleman-Wiberg "Lehrbuch der Anorganischen Chemie" [Livro texto de Química Inorgânica] 91^a-100^a edição, 1985, p. 750 ff.). É particularmente preferido, de acordo com a invenção, que o sólido purificador compreenda pelo menos 10% em peso, de preferência pelo menos 50% em peso e mais preferivelmente pelo menos 75% em peso de um zeólito, de preferência do tipo A. Especialmente no caso dos sólidos purificadores inorgânicos, é possível regenerá-los termicamente. Para essa finalidade, o sólido purificador pode ser calcinado durante um certo período, geralmente em uma faixa de aproximadamente 10 minutos a 30 h, de preferência em uma faixa de aproximadamente 2 a 28 h, e mais preferivelmente em uma

faixa de aproximadamente 3 a aproximadamente 24 h, em uma temperatura em uma faixa de aproximadamente 300 a aproximadamente 1800°C, de preferência em uma faixa de aproximadamente 700 a aproximadamente 1300°C, de modo que mais impurezas orgânicas sejam convertidas para bióxido de carbono e o sólido purificador seja, assim, liberado da carga de contaminação. O processo de acordo com a invenção pode compreender etapas adicionais. É preferido nesse contexto que, como uma etapa adicional, uma geração térmica do sólido purificador, seguida pela reutilização do sólido purificador regenerado, seja efetuada na etapa ii. Também é preferido, de acordo com a invenção, que pelo menos a etapa ii. seja efetuada continuamente. Nesse contexto, "continuamente" é entendido como significando que a operação permanente é efetuada e é interrompida meramente pelas operações de manutenção e limpeza.

Também pode ser preferido, de acordo com a invenção, que processos de purificação diferentes sejam combinados entre si. Por exemplo, o metacrilato de alquila pode ser destilado para pré-purificação antes da etapa ii. da invenção.

Impurezas possíveis geralmente incluem todas as impurezas que ocorrem na preparação dos metacrilatos de alquila. Entre essas, ácido fórmico, ácido metacrílico ou ácido sulfúrico, ou pelo menos dois deles em particular, ocorrem. É também preferido, de acordo com a invenção, que o metacrilato de alquila provido na etapa i. compreenda pelo menos uma, ou pelo menos duas, ou cada uma das impurezas seguintes:

a. ácido fórmico em uma quantidade não maior do que 0,05% em peso, de preferência não maior do que 0,01% em peso e mais preferivelmente não maior do que 0,005% em peso,

b. ácido metacrílico em uma quantidade não maior do que 0,1% em peso, de preferência não maior do que 0,02% em peso e mais preferivelmente não maior do que 0,01% em peso,

c. bióxido de enxofre em uma quantidade não maior do que 0,001% em peso, de preferência não maior do que 0,0005% em peso e mais preferivelmente não maior do que 0,0001% em peso.

Também é preferido, de acordo com a invenção, que o processo, de acordo com a invenção, esgote pelo menos uma substância e preferivelmente pelo menos duas substâncias que constituem as impurezas dos metacrilatos de alquila providos na etapa i. por pelo menos 5%, de preferência pelo menos 30% e mais preferivelmente pelo menos 60% do metacrilato de alquila ultrapuro.

Como um resultado do sólido purificador, as impurezas são esgotadas de maneira virtualmente completa, tal que os metacrilatos de alquila purificados pelo sólido purificador podem ser misturados com metacrilatos de alquila que ainda têm que ser passados sobre o sólido purificador, de modo, por exemplo, a obter pureza sobre especificação. Portanto, é possível conduzir as correntes de metacrilato de alquila somente parcialmente como um desvio sobre o sólido purificador.

A invenção também refere-se a um processo para preparar um metacrilato de alquila ultrapuro compreendendo como etapas:

- produzir um metacrilato de alquila opcionalmente pré-purificado;
- purificar o metacrilato de alquila pelo processo, de acordo com a invenção, para purificar um metacrilato de alquila.

Também é preferido que o processo de acordo com a invenção para preparar um éster metacrílico ultrapuro adicionalmente compreenda as etapas seguintes:

- i. prover uma cianoidrina de acetona,
- ii. contatar a cianoidrina de acetona com um ácido inorgânico para obter uma metacrilamida,
- iii. contatar a metacrilamida com um álcool para obter um éster metacrílico,
- iv. opcionalmente pré-purificar o metacrilato de alquila.

A presente invenção também refere-se a um aparelho para preparar metacrilatos de alquila compreendendo, conectados um no outro na forma de condução de fluido:

- um elemento de instalação para preparar a cianoidrina de ace-

tona, seguido por:

- um elemento de instalação para preparar a metacrilamida, seguido por:

- um elemento de instalação para preparar o metacrilato de alquila, opcionalmente seguido por:

- um elemento de instalação para purificar o éster metacrílico, opcionalmente seguido por:

- um elemento de instalação para polimerização, opcionalmente seguido por:

- um elemento de instalação para acabamento, o elemento de instalação para purificar compreendendo um recipiente compreendendo um sólido purificador.

Conectado na forma de condução de fluido significa, no presente contexto, que gases, líquidos e misturas de gás-líquido ou outras substâncias de circulação livre podem ser conduzidos. Em conjunto com as modalidades individuais do sólido purificador, referência é feita às observações acima.

Também é preferido, de acordo com a invenção, que o processo de acordo com a invenção seja efetuado no aparelho inventivo acima descrito.

A invenção adicionalmente refere-se a um processo para preparar polímeros com base pelo menos parcialmente em metacrilatos de alquila, compreendendo as etapas de:

A. prover um metacrilato de alquila ultrapuro pelo processo acima descrito, de acordo com a invenção,

B. polimerizar o metacrilato de alquila ultrapuro, de preferência radicalmente e opcionalmente pelo menos um comonômero para obter um polimerizado,

C. elaborar o polimerizado para obter um polímero.

Comonômeros úteis incluem todos esses que são conhecidos para aqueles versados na técnica e aparentam ser adequados, preferência particular sendo dada a monômeros polimerizáveis radicalmente livres. Entre

esses, deve ser mencionado em particular estireno, acrilato de butila ou acrilonitrila. A polimerização pode ser executada como uma solução, gota, emulsão ou polimerização de suspensão, ou se não, como uma polimerização de massa. O polímero é elaborado, por exemplo, pela precipitação do polímero compreendendo solvente em um não solvente para o polímero como um precipitador. Por exemplo, um polímero compreendendo acetona como o solvente e metacrilato de polimetilo é precipitado em um precipitador composto de metanol e água, separado do precipitador e seco.

Além disso, a invenção refere-se ao uso de um metacrilato de alquila ultrapuro obténível pelo processo de acordo com a invenção em fibras, películas, coberturas, composições de moldagem, moldagens, auxiliares de fabricação de papel, auxiliares de couro, floculantes e aditivos de perfuração como produtos químicos preferidos.

Além disso, a invenção refere-se a fibras, películas, coberturas, composições de moldagem, moldagens, auxiliares de fabricação de papel, auxiliares de couro, floculantes e aditivos de perfuração como produtos químicos preferidos que são baseados em um éster metacrílico ultrapuro obténível pelo processo, de acordo com a invenção.

Vários elementos de processo e partes de instalação serão ilustrados a seguir, que podem, em princípio, ser combinados com a presente invenção individualmente ou como um conjunto de dois ou mais dos elementos de processo mencionados. Em alguns casos, pode ser vantajoso quando os elementos de processo apresentados dentro do presente texto são combinados com a presente invenção, tal que eles são combinados no geral para propiciar um processo para preparar ésteres de ácido metacrílico ou um processo para preparar ácido metacrílico. Entretanto, também deve ser evidenciado que efeitos vantajosos podem também ser geralmente atingidos quando a matéria exposta da presente invenção como tal é usada em um outro campo ou somente combinada com alguns dos elementos de processo apresentados aqui.

Preparação da Cianoidrina de Acetona

Nesse elemento de processo, a cianoidrina de acetona é prepa-

rada por processos geralmente conhecidos (ver, por exemplo, Ullmann's Enzyklopädie der technischen Chemie, 4ª edição, volume 7). Frequentemente, os reagentes usados são acetona e ácido cianídrico. A reação é uma reação exotérmica. A fim de contrariar a decomposição da cianoidrina de acetona formada nessa reação, o calor da reação é tipicamente removido por um aparelho adequado. A reação pode ser conduzida, em princípio, como um processo em lote ou como um processo contínuo; quando um processo contínuo é preferido, a reação é frequentemente executada em um reator de arco que é equipado apropriadamente.

Um aspecto principal de um método levando para o produto desejado em altos rendimentos é frequentemente que o produto de reação é resfriado em tempo de reação suficiente e o equilíbrio da reação é alterado na direção do produto da reação. Além disso, o produto da reação é frequentemente misturado com um estabilizador apropriado com a vantagem do rendimento geral, a fim de impedir a decomposição no decorrer da elaboração posterior para produzir os materiais de partida.

A mistura dos reagentes de acetona e ácido cianídrico pode ser, em princípio, efetuada essencialmente de qualquer maneira. O método de mistura depende, em particular, de se um modo tipo lote, por exemplo, em um reator de lote, ou um modo contínuo, por exemplo, em um reator de arco, é selecionado.

Em princípio, pode ser vantajoso quando a acetona é alimentada na reação através de um recipiente de reservatório que tem uma torre purificadora. Linhas de ventilação que conduzem o ar residual contendo acetona e ácido cianídrico podem, dessa maneira, ser conduzidas, por exemplo, através desse recipiente de reservatório. Na torre de purificação que é presa no recipiente do reservatório, o ar residual escapando do recipiente do reservatório pode ser purificado com acetona, que remove o ácido cianídrico do ar residual e o recicla para o processo. Para essa finalidade, por exemplo, um pouco da quantidade da acetona introduzida do recipiente do reservatório na reação é conduzido na corrente de parte através de um esfriador, de preferência através de um esfriador de salmoura, para o topo da torre de

purificação e o resultado desejado é, dessa maneira, obtido.

Dependendo da medida da quantidade dos produtos finais a serem produzidos, pode ser vantajoso alimentar a acetona para a reação de mais do que apenas um recipiente de reservatório. Nesse contexto, é possível para cada dos dois ou mais recipientes de reservatório transportar uma torre de purificação correspondente. Entretanto, em muitos casos, é suficiente quando somente um dos recipientes de reservatório é equipado com uma torre de purificação correspondente. Nesse caso, entretanto, é frequentemente conveniente que linhas correspondentes, que conduzem o ar residual e podem transportar acetona e ácido cianídrico, sejam conduzidas através desse recipiente ou através dessa torre de purificação.

A temperatura da acetona no reservatório pode ficar, em princípio, dentro de uma faixa essencialmente arbitrária, contanto que a acetona fique no estado líquido na temperatura apropriada. A temperatura no recipiente do reservatório é vantajosamente, entretanto, aproximadamente 0 a aproximadamente 20°C.

Na torre de purificação, a acetona usada para purificar é resfriada por meio de um esfriador apropriado, por exemplo, por meio de um esfriador de placa, com salmoura para uma temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 10°C. A temperatura da acetona na entrada na torre de purificação é, portanto preferivelmente, por exemplo, aproximadamente 2 a aproximadamente 6°C.

O ácido cianídrico requerido na reação pode ser introduzido no reator na forma líquida ou na gasosa. Por exemplo, ele pode ser gás bruto do processo BMA ou do processo Andrussow.

O cianeto de hidrogênio pode ser, por exemplo, liquefeito, por exemplo, pelo uso de uma salmoura de resfriamento apropriada. Ao invés do ácido cianídrico liquefeito, gás do forno de cozimento pode ser usado. Por exemplo, gases do forno de cozimento contendo cianeto de hidrogênio, depois da purificação com potassa, são purificados continuamente em contracorrente com acetona que contém 10% de água e a reação para produzir cianoidrina de acetona pode ser executada na presença de um catalisador

básico em duas colunas de purificação de gás conectadas em série.

Em uma modalidade adicional, uma mistura de gás compreendendo o cianeto de hidrogênio e gases inertes, especialmente um gás bruto do processo BMA ou do processo Andrussow, pode ser reagida com acetona na presença de um catalisador básico e cianoidrina de acetona em um reator de gás-líquido.

No processo descrito aqui, preferência é dada para o uso de um gás bruto do BMA ou um gás bruto do Andrussow. A mistura de gás resultante dos processos costumeiros acima mencionados para preparar cianeto de hidrogênio pode ser usada como tal ou depois de uma purificação do ácido. O gás bruto do processo BMA, no qual essencialmente ácido cianídrico e hidrogênio são formados a partir de metano e amônia, contém tipicamente 22,9% em volume de HCN, 71,8% em volume de H_2 , 2,5% em volume de NH_3 , 1,1% em volume de N_2 , 1,7% em volume de CH_4 . No processo Andrussow conhecido, ácido cianídrico e água são formados a partir de metano e amônia e oxigênio atmosférico. O gás bruto do processo Andrussow, quando oxigênio é usado como a fonte de oxigênio, contém tipicamente 8% em volume de HCN, 22% em volume de H_2 , 46,5% em volume de N_2 , 15% em volume de H_2 , 5% em volume de CO, 2,5% em volume de NH_3 e 0,5% em volume de cada um de CH_4 e CO_2 .

Quando um gás bruto não purificado de ácido do processo BMA ou processo Andrussow é usado, a amônia presente no gás bruto frequentemente age como um catalisador para a reação. Desde que a amônia presente no gás bruto frequentemente exceda quantidade requerida como um catalisador e pode, portanto, levar a altas perdas de ácido sulfúrico usado para a estabilização, um tal gás bruto é frequentemente submetido a uma purificação de ácido a fim de eliminar a amônia dele. Quando um tal gás bruto purificado de ácido é usado, é necessário então, entretanto, adicionar um catalisador básico adequado no reator em uma quantidade catalítica. Em princípio, compostos básicos orgânicos ou inorgânicos conhecidos podem funcionar como o catalisador.

Cianeto de hidrogênio na forma gasosa ou líquida, ou uma mis-

tura de gás compreendendo o cianeto de hidrogênio, e acetona são alimentados continuamente para um reator de arco no modo contínuo. Nesse caso, o reator de arco compreende pelo menos um recurso de alimentação de acetona ou dois ou mais tais recursos, pelo menos um recurso para alimentar o ácido cianídrico líquido ou gasoso, ou dois ou mais tais recursos, e pelo menos um recurso para alimentar um catalisador.

Catalisadores adequados são, em princípio, quaisquer compostos alcalinos, tais como amônia, solução de hidróxido de sódio ou solução de hidróxido de potássio, que podem catalisar a reação da acetona e ácido cianídrico para produzir cianoidrina de acetona. Entretanto, também foi verificado ser vantajoso quando o catalisador usado é um catalisador orgânico, especialmente uma amina. Exemplos adequados são aminas secundárias ou terciárias, tais como dietilamina, dipropilamina, trietilamina, tri-n-propilamina e semelhantes.

Um reator de arco utilizável no elemento de processo descrito também compreende pelo menos uma bomba, ou duas ou mais bombas, e pelo menos um aparelho de mistura, ou dois ou mais tais aparelhos de mistura.

Bombas adequadas são, em princípio, todas as bombas que são adequadas para garantir a circulação da mistura de reação no reator de arco.

Aparelhos de mistura adequados são ambos os aparelhos de mistura com elementos móveis e os assim chamados misturadores estáticos nos quais resistências ao fluxo imóveis são providas. No caso do uso de misturadores estáticos, exemplos adequados são esses que permitem uma transferência operacional de pelo menos aproximadamente 1 MPa (10 bar), por exemplo, pelo menos aproximadamente 1,5 MPa (15 bar) ou pelo menos aproximadamente 2,5 MPa (20 bar) sob condições de operação sem restrições significativas no funcionamento. Misturadores apropriados podem consistir de plástico ou metal. Plásticos adequados são, por exemplo, PVC, PP; HDPE, PVDF, PVA ou PTFE. Misturadores de metal podem consistir, por exemplo, de ligas de níquel, zircônio, titânio e assim por diante. Também

adequados são, por exemplo, os misturadores retangulares.

O catalisador é adicionado no reator de arco preferivelmente a jusante da bomba e a montante de um elemento de mistura presente no reator de arco. Na reação descrita, catalisadores são usados, por exemplo, em uma tal quantidade que a reação geral é conduzida em um pH não maior do que 8, em particular não maior do que aproximadamente 7,5 ou aproximadamente 7. Pode ser preferido quando o pH na reação varia dentro de uma faixa de aproximadamente 6,5 a aproximadamente 7,5, por exemplo, aproximadamente 6,8 a aproximadamente 7,2.

Alternativamente à adição do catalisador no reator de arco a jusante da bomba e a montante de um aparelho de mistura, também é possível, no processo descrito, alimentar o catalisador no reator de arco junto com a acetona. Em um tal caso, pode ser vantajoso quando a mistura apropriada de acetona e catalisador é garantida antes de alimentar no reator de arco. A mistura apropriada pode ser efetuada, por exemplo, pelo uso de um misturador com partes móveis ou pelo uso de um misturador estático.

Quando um processo contínuo em um reator de arco é selecionado como o modo de operação no processo descrito, pode ser apropriado examinar o estado da mistura de reação pelas análises instantâneas ou contínuas. Isso oferece a vantagem que, onde apropriado, também é possível reagir rapidamente às mudanças no estado na mistura de reação. Além do mais, é, dessa maneira, possível, por exemplo, medir nos reagentes muito precisamente a fim de minimizar as perdas de rendimento.

Análise correspondente pode ser efetuada, por exemplo, pela amostragem no reator de arco. Métodos de análise adequados são, por exemplo, medição do pH, medição da capacidade exotérmica ou medição da composição da mistura de reação por processos espectroscópicos adequados.

Especialmente dentro do contexto do monitoramento da conversão, aspectos de qualidade e segurança, foi verificado ser útil determinar a conversão da mistura de reação através do calor removido da mistura de reação e compará-la com o calor que é liberado teoricamente.

No caso da seleção adequada do reator de arco, a reação real pode, em princípio, ser efetuada dentro de sistemas de tubo dispostos dentro do reator de arco. Desde que a reação, entretanto, é exotérmica, a fim de evitar perda de rendimento, resfriamento suficiente e remoção suficiente do calor da reação devem ser garantidos. Foi frequentemente verificado ser vantajoso quando a reação prossegue dentro de um trocador de calor, de preferência dentro de um trocador de calor de feixe de tubos. Dependendo da quantidade do produto a ser produzido, a capacidade de um trocador de calor apropriado pode ser selecionada diferentemente. Para processos em escala industrial, trocadores de calor tendo um volume de aproximadamente 10 a aproximadamente 40 m³ em particular foram verificados como sendo particularmente adequados. Trocadores de calor de feixe de tubos usados com preferência são trocadores de calor que têm um feixe de tubos circulados completamente pelo líquido dentro de uma camisa circulada completamente pelo líquido. Dependendo do diâmetro do tubo, densidade da guarnição, etc., a transferência de calor entre os dois líquidos pode ser ajustada apropriadamente. É possível, em princípio, no processo descrito, conduzir a reação até o efeito que a mistura de reação seja conduzida através do trocador de calor no próprio feixe de tubos e a reação aconteça dentro do feixe de tubos, o calor sendo removido do feixe de tubos para o líquido da camisa.

Entretanto, da mesma forma foi verificado ser praticável e, em muitos casos, ser viável conduzir a mistura de reação através da camisa do trocador de calor, enquanto o líquido usado para o resfriamento é circulado dentro do feixe de tubos. Em muitos casos, foi verificado como sendo vantajoso quando a mistura de reação é distribuída dentro da camisa por meio das resistências de fluxo, preferivelmente placas desviadoras, para atingir um maior tempo de permanência e melhor mistura.

A razão do volume da camisa em relação ao volume do feixe de tubos pode ser, dependendo do projeto do reator, aproximadamente 10:1 a aproximadamente 1:10, o volume da camisa é preferivelmente maior do que o volume do feixe de tubos (com base nos conteúdos dos tubos).

A remoção térmica do reator é ajustada com um refrigerante a-

proprioado, por exemplo, com água, tal que a temperatura da reação fica dentro de um corredor de aproximadamente 25 a aproximadamente 45°C, em particular aproximadamente 30 a aproximadamente 38°C, em particular aproximadamente 33 a aproximadamente 35°C.

5 Um produto é removido continuamente do reator de arco. O produto tem uma temperatura dentro das temperaturas de reação acima mencionadas, por exemplo, uma temperatura de aproximadamente 35°C. O produto é resfriado por meio de um ou mais trocadores de calor, especialmente por meio de um ou mais trocadores de calor de placa. Por exemplo, o resfriamento com salmoura é usado. A temperatura do produto depois do resfriamento deve ser aproximadamente 0 a 10°C, em particular 1 a aproximadamente 5°C. O produto é preferivelmente transferido para dentro de um recipiente de armazenamento que tem uma função de tamponar. Além disso, o produto no recipiente de armazenamento pode ser resfriado mais, por exemplo, removendo constantemente uma parte de corrente do recipiente de armazenamento para um trocador de calor adequado, por exemplo, para um trocador de calor de placa, ou mantido em uma temperatura de armazenamento adequada. É inteiramente possível que a reação continuada possa acontecer no recipiente de armazenamento.

20 O produto pode ser reciclado para dentro do recipiente de armazenamento em qualquer maneira em princípio. Entretanto, foi verificado ser vantajoso, em alguns casos, que o produto seja reciclado por meio de um sistema composto de um ou mais bicos para dentro do recipiente de armazenamento, tal que a mistura correspondente do produto armazenado acontece dentro do recipiente de armazenamento.

25 O produto é também removido continuamente do recipiente de armazenamento para dentro de um recipiente de estabilização. O produto é misturado lá com um ácido adequado, por exemplo, com H_2SO_4 . Isso desativa o catalisador e ajusta a mistura da reação para um pH de aproximadamente 1 a aproximadamente 3, em particular aproximadamente 2. Um ácido adequado é, em particular, ácido sulfúrico, por exemplo, ácido sulfúrico tendo um conteúdo de aproximadamente 90 a aproximadamente 105%, em par-

ticular de aproximadamente 93 a aproximadamente 98% de H_2SO_4 .

O produto estabilizado é retirado do recipiente de estabilização e transferido para o estágio de purificação. Uma porção do produto estabilizado retirado pode ser reciclada, por exemplo, para dentro do recipiente de estabilização, tal que mistura suficiente do recipiente é garantida por meio de um sistema composto de um ou mais bicos.

Elaboração ACH

Em um elemento de processo adicional que pode ser usado em conjunto com a presente invenção, cianoidrina de acetona que foi obtida em um estágio precedente, por exemplo, a partir da reação da acetona com ácido cianídrico, é submetida a uma elaboração com destilação. A cianoidrina de acetona bruta estabilizada é liberada dos constituintes de baixa ebulição por meio de uma coluna correspondente. Um processo de destilação adequado pode ser conduzido, por exemplo, por meio de somente uma coluna. Entretanto, é da mesma forma possível, em uma purificação apropriada da cianoidrina de acetona bruta, usar uma combinação de duas ou mais colunas de destilação, também combinadas com um evaporador de película cadente. Além disso, dois ou mais evaporadores de película cadente ou, senão duas ou mais colunas de destilação podem ser combinadas entre si.

A cianoidrina de acetona bruta vem do armazenamento para a destilação geralmente com uma temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 15°C , por exemplo, uma temperatura de aproximadamente 5°C a aproximadamente 10°C . Em princípio, a cianoidrina de acetona bruta pode ser introduzida diretamente na coluna. Entretanto, foi verificado ser útil, em alguns casos, quando a cianoidrina de acetona fria bruta, por meio de um trocador de calor, primeiro absorve um pouco do calor do produto já purificado pela destilação. Portanto, em uma modalidade adicional do processo descrito aqui, a cianoidrina de acetona bruta é aquecida por meio de um trocador de calor para uma temperatura de aproximadamente 60 a 80°C .

A cianoidrina de acetona é purificada pela destilação por meio de uma coluna de destilação, de preferência tendo mais do que 10 bandejas, ou por meio de uma bateria de duas ou mais colunas de destilação adequa-

das correspondentes. O fundo da coluna é aquecido preferivelmente com vapor. Por verificado ser vantajoso quando a temperatura do fundo não excede uma temperatura de 140°C; bons rendimentos e boa purificação foram atingidos quando a temperatura do fundo não é maior do que aproximada-
5 mente 130°C ou não é maior do que aproximadamente 110°C. Os dados de temperatura são baseados na temperatura da parede do fundo da coluna.

A cianoidrina de acetona bruta é alimentada para o corpo da coluna no terço superior da coluna. A destilação é executada preferivelmente sob pressão reduzida, de preferência em uma pressão de aproximadamente
10 5,0 Kpa (50) a aproximadamente 90 Kpa (900 mbar), em particular aproximadamente 5,0 Kpa (50) a aproximadamente 25,0 Kpa (250 mbar) e com bons resultados entre 5,0 Kpa (50) e aproximadamente 15,0 Kpa (150 mbar).

No topo da coluna, impurezas gasosas, especialmente acetona e ácido cianídrico, são removidas, as substâncias gasosas removidas são
15 resfriadas por meio de um trocador de calor ou uma bateria de dois ou mais trocadores de calor. Preferência é dada aqui ao uso do resfriamento com salmoura com uma temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 10°C.

Isso dá aos constituintes gasosos dos vapores a oportunidade
20 de condensar. O primeiro estágio de condensação pode acontecer, por exemplo, na pressão padrão. Entretanto, é igualmente possível e foi verificado ser vantajoso, em alguns casos, quando esse primeiro estágio de condensação é efetuado sob pressão reduzida, de preferência na pressão que predomina na destilação. O condensado é passado adiante para um recipiente de
25 coleta resfriado e coletado lá em uma temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 15°C, em particular em aproximadamente 5 a aproximadamente 10°C.

Os compostos gasosos que não condensam na primeira etapa de condensação são removidos da câmara de pressão reduzida por meio de
30 uma bomba de vácuo. Em princípio, qualquer bomba de vácuo pode ser usada aqui. Entretanto, foi verificado ser vantajoso, em muitos casos, usar uma bomba de vácuo que, devido ao seu projeto, não leva à introdução de

impurezas líquidas na corrente gasosa. Preferência é, portanto, dada aqui, por exemplo, ao uso de bombas de vácuo de funcionamento a seco.

A corrente gasosa que escapa no lado de pressão da bomba é conduzida através de um trocador de calor adicional que é preferivelmente resfriado com salmoura em uma temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 15°C. Os constituintes que condensam aqui são da mesma forma coletados no recipiente de coleta que já coleta os condensados obtidos sob condições de vácuo. A condensação executada no lado de pressão da bomba de vácuo pode ser efetuada, por exemplo, por um trocador de calor, mas também com uma bateria de dois ou mais trocadores de calor dispostos em série ou em paralelo. As substâncias gasosas que permanecem depois dessa etapa de condensação são removidas e enviadas para qualquer utilização adicional, por exemplo, uma utilização térmica.

Os concentrados coletados podem ser utilizados, da mesma forma também, como desejado. Entretanto, por razões econômicas, foi verificado ser extremamente vantajoso reciclar os condensados na reação para preparar a cianoidrina de acetona. Isso é efetuado preferivelmente em um ou mais pontos que possibilitam acesso ao reator de arco. Os condensados podem ter, em princípio, qualquer composição, contanto que eles não interrompam a preparação da cianoidrina de acetona. Em muitos casos, uma quantidade predominante do condensado, entretanto, consistirá de acetona e ácido cianídrico, por exemplo, em uma razão molar de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 1:2, frequentemente em uma razão de aproximadamente 1:1.

A cianoidrina da acetona obtida do fundo da coluna de destilação é resfriada, primeiro, para uma temperatura de aproximadamente 40 a aproximadamente 80°C pela cianoidrina de acetona bruta fria alimentada por meio de um primeiro trocador de calor. Subsequentemente, a cianoidrina de acetona é resfriada para uma temperatura de aproximadamente 30 a aproximadamente 35°C por meio de pelo menos um trocador de calor adicional e opcionalmente armazenada por intermédio.

Transformação em Amida

Em um elemento de processo adicional como frequentemente provido na preparação do ácido metacrílico ou dos ésteres do ácido metacrílico, a cianoidrina de acetona é submetida a uma hidrólise. Em níveis de temperatura diferentes depois de uma série de reações, isso forma metacrilamida como o produto.

A reação é realizada em uma maneira conhecida para aqueles versados na técnica por uma reação entre o ácido sulfúrico concentrado e a cianoidrina da acetona. A reação é exotérmica, o que significa que o calor da reação é vantajosamente removido do sistema.

A reação aqui também pode novamente ser executada em um processo em lote ou em processos contínuos. O último foi verificado como sendo vantajoso em muitos casos. Quando a reação é executada em um processo contínuo, o uso de reatores de arco foi verificado como sendo útil. A reação pode ser efetuada, por exemplo, em somente um reator de arco. Entretanto, pode ser vantajoso quando a reação é executada em uma bateria de dois ou mais reatores de arco.

No processo descrito, um reator de arco adequado tem um ou mais pontos de alimentação para a cianoidrina de acetona, um ou mais pontos de alimentação para o ácido sulfúrico concentrado, um ou mais separadores de gás, um ou mais trocadores de calor e um ou mais misturadores e frequentemente uma bomba como um recurso de transporte.

A hidrólise da cianoidrina de acetona com ácido sulfúrico para produzir metacrilamida é, como já descrito, exotérmica. O calor da reação que surge na reação deve, entretanto, pelo menos ser retirado muito do sistema, desde que o rendimento cai com temperatura crescente na reação. É possível, em princípio, realizar uma remoção rápida e abrangente do calor da reação com trocadores de calor apropriados. Entretanto, pode também ser desvantajoso esfriar a mistura excessivamente, desde que uma transferência de calor suficiente é requerida para a troca apropriada nos trocadores de calor. Desde que a viscosidade da mistura se eleva muito com temperatura em queda, a circulação dentro e o fluxo através do reator de arco é, em primeiro lugar, complicado e uma remoção suficiente da energia de reação

do sistema não pode mais ser garantida, em segundo lugar.

Além disso, temperaturas excessivamente baixas na mistura de reação pode levar a uma cristalização dos constituintes da mistura de reação nos trocadores de calor. Isso também piora a transferência de calor, como
5 um resultado do que uma redução de produção clara pode ser detectada. Além disso, o reator de arco não pode ser carregado com as quantidades ótimas de reagentes, tal que a eficiência do processo sofre no geral.

Em uma modalidade do processo, uma porção, de preferência aproximadamente dois terços a aproximadamente três quartos, da taxa de
10 fluxo de volume de uma corrente da cianoidrina de acetona é introduzida em um primeiro reator de arco. Um primeiro reator de arco preferivelmente tem um ou mais trocadores de calor, uma ou mais bombas, um ou mais elementos de mistura e um ou mais separadores de gás. As correntes de circulação que passam através do primeiro reator de arco estão preferivelmente na faixa
15 xa de aproximadamente 50 a 650 m³/h, de preferência em uma faixa de 100 a 500 m³/h e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 150 a 450 m³/h. Em pelo menos um reator de arco adicional que segue o primeiro reator de arco, as correntes de circulação estão preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 40 a 650 m³/h, de preferência em uma faixa de
20 50 a 500 m³/h e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 60 a 350 m³/h. Além do mais, uma diferença de temperatura preferida sobre os trocadores de calor é aproximadamente 1 a 20°C, preferência particular sendo dada para aproximadamente 2 a 7°C.

A cianoidrina de acetona pode ser alimentada, em princípio, para
25 o reator de arco em qualquer ponto. Entretanto, foi verificado ser vantajoso quando a alimentação é para dentro de um elemento de mistura, por exemplo, para dentro de um misturador com partes móveis ou um misturador estático ou em um ponto bem misturado. O ácido sulfúrico é vantajosamente alimentado a montante da adição da cianoidrina de acetona. De outra forma,
30 entretanto, é da mesma maneira possível alimentar o ácido sulfúrico no reator de arco em qualquer ponto.

A razão dos reagentes no reator de arco é controlada tal que um

excesso de ácido sulfúrico está presente. O excesso de ácido sulfúrico é, com base na razão molar dos constituintes, aproximadamente 1,8:1 a aproximadamente 3:1 no primeiro reator de arco e aproximadamente 1,3:1 a aproximadamente 2:1 no último reator de arco.

5 Em alguns casos, foi verificado ser vantajoso executar a reação no reator de arco com um tal excesso de ácido sulfúrico. O ácido sulfúrico pode servir aqui, por exemplo, como um solvente e manter a viscosidade da mistura de reação baixa, o que pode garantir uma maior remoção de calor da reação e uma menor temperatura da mistura de reação. Isso pode acar-

10 retar vantagens de produção significativas. A temperatura na mistura de reação é aproximadamente 90 a aproximadamente 120°C.

 A remoção do calor é garantida por um ou mais trocadores de calor no reator de arco. Foi verificado ser vantajoso quando os trocadores de calor têm um sistema sensor adequado para controlar o desempenho do

15 resfriamento a fim de impedir resfriamento excessivamente grande da mistura de reação pelas razões acima mencionadas. Por exemplo, pode ser vantajoso medir a transferência de calor no trocador de calor ou nos trocadores de calor ponto por ponto ou continuamente e ajustar o desempenho do res-

20 friamento dos trocadores de calor nele. Isso pode ser feito, por exemplo, através do próprio refrigerante. É igualmente possível atingir aquecimento apropriado da mistura de reação pela variação correspondente da adição dos reagentes e pela geração de mais calor de reação. Uma combinação das duas possibilidades é também concebível. O reator de arco deve adicionalmente ter pelo menos um separador de gás. Um método é retirar o produ-

25 to formado continuamente do reator de arco através do separador de gás. Um outro método é, assim, retirar os gases formados na reação da câmara de reação. O gás formado é, principalmente, monóxido de carbono. O produto retirado do reator de arco é preferivelmente transferido para um segundo reator de arco. Nesse segundo reator de arco, a mistura da reação compre-

30 endendo o ácido sulfúrico e a metacrilamida, como foi obtida pela reação no primeiro reator de arco, é reagida com a parte de corrente restante da cianidrina de acetona. Nesse caso, o excesso de ácido sulfúrico do primeiro

reator de arco, ou pelo menos um pouco do ácido sulfúrico excessivo, reage com a cianoidrina de acetona para formar metacrilamida adicional. O desempenho da reação em dois ou mais reatores de arco tem a vantagem que, devido ao excesso de ácido sulfúrico no primeiro reator de arco, a capacidade de bombeamento da mistura de reação e, portanto, a transferência de calor e finalmente a produção, são melhoradas. Por sua vez, pelo menos um elemento de mistura, pelo menos um trocador de calor e pelo menos um separador de gás são dispostos no segundo reator de arco. A temperatura da reação no segundo reator de arco é, da mesma maneira, aproximadamente 90 a aproximadamente 120°C.

O problema da capacidade de bombeamento da mistura de reação, da transferência de calor e de uma temperatura de reação mínima ocorre em cada reator de arco adicional tal como isso ocorre no primeiro. Portanto, o segundo reator de arco também vantajosamente tem um trocador de calor cujo desempenho de resfriamento pode ser controlado por um sistema sensor apropriado.

A cianoidrina de acetona é novamente alimentada em um elemento de mistura adequado, de preferência em um misturador estático ou em um ponto bem misturado.

O produto é retirado do separador, especialmente separador de gás, do segundo reator de arco e aquecido para uma temperatura de aproximadamente 130 a aproximadamente 180°C para completar a reação e para formar a metacrilamida.

O aquecimento é preferivelmente executado, tal que a temperatura máxima é atingida somente por um período mínimo, por exemplo, por um tempo de aproximadamente um minuto a aproximadamente 30 minutos, em particular por um tempo de aproximadamente dois a aproximadamente oito ou aproximadamente três a aproximadamente cinco minutos. Isso pode ser efetuado, em princípio, em qualquer aparelho para atingir uma tal temperatura por um tal período curto. Por exemplo, a energia pode ser suprida em uma maneira convencional pela energia elétrica ou por vapor. Entretanto, é igualmente possível suprir a energia por meio de radiação eletromagnética,

por exemplo, por meio de micro-ondas.

Em vários casos, foi verificado ser vantajoso quando a etapa de aquecimento é efetuada em um trocador de calor com disposição de dois estágios ou múltiplos estágios de bobinas de tubo que podem estar preferi-
5 velmente presentes em pelo menos uma disposição oposta dupla. Isso aquece a mistura de reação rapidamente para uma temperatura de aproximadamente 130 a 180°C.

O trocador de calor pode ser combinado, por exemplo, com um ou mais separadores de gás. Por exemplo, é possível conduzir a mistura da
10 reação através de um separador de gás depois que ela deixa a primeira bobina de tubo no trocador de calor. Isso pode remover, por exemplo, os componentes gasosos formados durante a reação da mistura da reação. É igualmente possível tratar a mistura da reação com um separador de gás depois que ela deixa a segunda bobina. Pode ser considerado adicionalmen-
15 te vantajoso tratar a mistura de reação com um separador de gás tanto depois que ele deixa a primeira bobina de tubo quanto depois que ele deixa a segunda bobina de tubo.

A solução de amida assim alcançável geralmente tem uma temperatura de mais do que 100°C, tipicamente uma temperatura de aproxima-
20 damente 130 a 180°C.

Os compostos gasosos obtidos na transformação em amida podem ser descartados, em princípio, em qualquer maneira ou enviados para processamento adicional. Entretanto, pode ser vantajoso, em alguns casos, quando os gases apropriados são combinados em uma linha de transporte
25 em uma tal maneira que eles são opcionalmente pressurizados tanto continuamente quanto como requerido, por exemplo, com pressão de vapor e podem, assim, ser transportados mais além.

Esterificação

Uma etapa adicional que constitui um elemento de processo e
30 pode ser usada na presente invenção em conjunto com o processo de acor- do com a invenção é uma hidrólise de metacrilamida para ácido metacrílico e a sua esterificação subsequente para ésteres metacrílicos. Essa reação po-

de ser executada em um ou mais tanques aquecidos, por exemplo, aquecidos com vapor. Entretanto, foi verificado em muitos casos ser vantajoso quando a esterificação é executada em pelo menos dois tanques sucessivos, mas, por exemplo, também em três ou quatro ou mais tanques sucessivos. Nesse caso, uma solução de metacrilamida é introduzida no tanque ou no primeiro tanque de uma bateria de tanques compreendendo dois ou mais tanques.

É frequentemente preferido executar uma reação de esterificação correspondente com uma bateria de dois ou mais tanques. Referência será feita, portanto, a seguir exclusivamente a essa variação.

No processo descrito aqui é possível, por exemplo, alimentar uma solução de amida como obténível da reação de transformação em amida descrita aqui em um primeiro tanque. O tanque é aquecido, por exemplo, com vapor. A solução de amida suprida geralmente tem uma temperatura elevada, por exemplo, uma temperatura de aproximadamente 100 a aproximadamente 180°C, essencialmente correspondendo com a temperatura de saída da solução de amida proveniente da reação de transformação em amida apresentada acima. Um alcanol é também alimentado para os tanques, que pode ser usado para a esterificação.

Alcanóis adequados aqui são, em princípio, quaisquer alcanóis tendo 1 a aproximadamente 4 átomos de carbono, que podem ser lineares ou ramificados, saturados ou insaturados, preferência particular sendo dada ao metanol. Esses alcanóis podem ser usados da mesma maneira juntos com ésteres metacrílicos, que é o caso especialmente nas transesterificações.

O tanque é também carregado com água, de modo que existe uma concentração total de água no tanque de aproximadamente 13 a aproximadamente 26% em peso, em particular aproximadamente 18 a aproximadamente 20% em peso.

A quantidade da solução de amida e de alcanol é controlada, tal que uma razão molar total de amida em relação ao alcanol de aproximadamente 1:1,4 a aproximadamente 1:1,6 existe. O alcanol pode ser distribuído

sobre a bateria de tanque, tal que a razão molar no primeiro reator é aproximadamente 1:1,1 a aproximadamente 1:1,4 e, nos estágios de reação subsequentes, com base na corrente total de amida, razões molares de aproximadamente 1:0,05 a aproximadamente 1:0,3 são estabelecidas. O álcool alimentado na esterificação pode ser composto de "álcool fresco" e álcool das correntes de reciclagem dos estágios de elaboração e, se requerido, também das correntes de reciclagem dos processos a jusante do sistema de produção.

O primeiro tanque pode ser carregado com água em princípio, tal que a água é alimentada para o tanque a partir de qualquer fonte, contanto que essa água não tenha ingredientes que possam afetar adversamente a reação de esterificação ou os estágios de processo a jusante. Por exemplo, água desmineralizada ou água de fonte pode ser alimentada para o tanque. Entretanto, é da mesma maneira possível alimentar uma mistura de água e compostos orgânicos no tanque, como obtido, por exemplo, na purificação do ácido metacrílico ou ésteres metacrílicos. Em uma modalidade preferida do processo apresentado aqui, o tanque é carregado pelo menos parcialmente com uma mistura de água e tais compostos orgânicos.

Quando uma bateria de dois ou mais tanques é usada na reação de esterificação, as substâncias gasosas formadas, especialmente os ésteres metacrílicos, podem ser retiradas, em princípio, individualmente de cada tanque e alimentadas para uma purificação. Entretanto, foi verificado, em alguns casos, ser vantajoso quando, em uma bateria de dois ou mais tanques, os produtos gasosos do primeiro tanque são primeiro alimentados no segundo recipiente de reação sem que os compostos gasosos do primeiro tanque sejam alimentados diretamente para uma purificação. Esse procedimento oferece a vantagem que a evolução frequentemente alta de espuma no primeiro tanque não precisa ser neutralizada por aparelhos desespumantes complicados. No caso da passagem das substâncias gasosas do primeiro tanque para o segundo tanque, a espuma que foi formada no primeiro tanque e pode ter sido arrastada também entra na câmara de reação do segundo tanque em uma maneira simples. Desde que a formação de espuma

lá é, de forma geral, significativamente menor, não existe necessidade de usar aparelho desespumante.

O segundo tanque disposto a jusante de um primeiro tanque então, em primeiro lugar, absorve o transbordamento do primeiro tanque; em
5 segundo lugar, ele é alimentado com as substâncias gasosas formadas no primeiro tanque ou que estão presentes no primeiro tanque. O segundo tanque e quaisquer tanques seguintes são, da mesma maneira, carregados com metanol. É preferido aqui que a quantidade de metanol diminua por pelo menos 10% de tanque para tanque, com base em cada caso no tanque pre-
10 cedente. A concentração de água no segundo tanque e nos tanques adicionais pode diferir dessa do primeiro tanque, as diferenças de concentração são, contudo, frequentemente pequenas.

Os vapores formados no segundo tanque são removidos do tanque e introduzidos no fundo de uma coluna de destilação.

15 Quando a esterificação é executada com uma bateria de três ou mais tanques, o transbordamento do segundo tanque é transferido em cada caso para um terceiro tanque e o transbordamento do terceiro tanque, se apropriado, para um quarto tanque. Os tanques adicionais são, da mesma maneira, aquecidos com vapor. A temperatura nos tanques 3 e, se apropriado, 4 é preferivelmente ajustada para aproximadamente 120 a aproximada-
20 mente 140°C.

Os vapores que escapam dos tanques são passados para dentro de uma coluna de destilação, isso preferivelmente sendo efetuado na região inferior da coluna de destilação. Os vapores compreendem uma mis-
25 tura azeotrópica de vapor transportador, ésteres metacrílicos e alanol e, dependendo do alanol usado, têm uma temperatura de aproximadamente 60 a aproximadamente 120°C, por exemplo, aproximadamente 70 a aproximadamente 90°C quando metanol é usado. Na coluna de destilação, o éster metacrílico é separado na forma gasosa dos constituintes de vapor que eva-
30 poram em temperaturas mais altas. As frações de alta ebulição (principalmente ácido metacrílico, ésteres hidroxiisobutíricos e água) são recicladas para dentro do primeiro tanque de reação. O éster metacrílico formado é reti-

rado no topo da coluna e resfriado por meio de um trocador de calor ou uma bateria de dois ou mais trocadores de calor. Foi verificado ser útil, em alguns casos, quando o éster metacrílico é resfriado por meio de pelo menos dois trocadores de calor, em cujo caso um primeiro trocador de calor com água executa a condensação e um resfriamento para uma temperatura de aproximadamente 60 a aproximadamente 30°C enquanto um segundo trocador de calor resfriado com salmoura encarrega-se de um resfriamento para aproximadamente 5 a aproximadamente 15°C. Uma parte de corrente do condensado resfriado com água pode ser introduzida como refluxo para as colunas para controle de concentração na coluna. Entretanto, é igualmente possível resfriar o éster metacrílico formado por meio de uma bateria de mais do que dois trocadores de calor. Nesse caso, é possível, por exemplo, primeiro empreender um resfriamento por meio de dois trocadores de calor resfriados com água conectados em série e a seguir realizar um resfriamento adicional por meio de um trocador de calor apropriado resfriado com salmoura.

Por exemplo, no processo apresentado aqui, o éster metacrílico formado pode ser resfriado no estado gasoso por meio de um primeiro trocador de calor com resfriamento a água. Ambas as substâncias condensadas e não condensadas são então passadas adiante para um segundo trocador de calor, onde uma condensação adicional por meio do resfriamento com água acontece. Nesse ponto, por exemplo, substâncias gasosas podem então ser transferidas para um trocador de calor separado resfriado com salmoura. O condensado nesse trocador de calor resfriado com salmoura é então introduzido na corrente do destilado, enquanto as substâncias gasosas restantes podem ser utilizadas mais ou enviadas para descarte. O condensado de éster metacrílico do segundo trocador de calor resfriado com água é então resfriado em um trocador de calor resfriado com água ou resfriado com salmoura para uma temperatura menor do que 15°C, de preferência aproximadamente 8 a aproximadamente 12°C. Essa etapa de resfriamento pode levar ao éster metacrílico formado tendo um conteúdo significativamente menor de ácido fórmico do que seria o caso sem a etapa de

resfriamento correspondente. O condensado resfriado é então transferido para um separador de fase. Aqui, a fase orgânica (éster metacrílico) é separada da fase aquosa. A fase aquosa que, bem como água, pode também ter um conteúdo de compostos orgânicos, especialmente álcool, da etapa de destilação, pode ser usada, em princípio, também como desejado. Entretanto, como já descrito acima, pode ser preferido reciclar essa mistura de água e compostos orgânicos de volta para o processo de esterificação alimentando-a no primeiro tanque de reação.

A fase orgânica removida é alimentada em um purificador. Lá, o éster metacrílico é purificado com água desmineralizada. A fase aquosa separada, que compreende uma mistura de água e compostos orgânicos, especialmente álcool, pode, por sua vez, em princípio, ser usada também como desejado. Entretanto, é vantajoso, por razões econômicas, reciclar essa fase aquosa de volta para a etapa de esterificação alimentando-a, por exemplo, para o primeiro tanque.

Desde que ésteres metacrílicos têm uma forte tendência a polimerizar, em muitos casos, é vantajoso quando cuidado é tomado na esterificação do ácido metacrílico que uma tal polimerização seja impedida.

Nas instalações para preparar ácido metacrílico ou ésteres metacrílicos, a polimerização frequentemente acontece quando o ácido metacrílico ou o éster metacrílico, em primeiro lugar, tem uma pequena taxa de fluxo, de modo que as zonas calmas locais podem se formar, nas quais o contato duradouro entre o ácido metacrílico ou o éster metacrílico e um iniciador de polimerização pode ser estabelecido, o que pode subsequentemente levar à polimerização.

A fim de impedir tal comportamento de polimerização, pode ser vantajoso otimizar o fluxo da substância com o efeito que, em primeiro lugar, a taxa de fluxo do éster metacrílico ou do ácido metacrílico é suficientemente alta em substancialmente todos os pontos no sistema que o número de zonas calmas é minimizado. Além do mais, pode ser vantajoso misturar a corrente de ácido metacrílico ou éster metacrílico com estabilizadores adequados, tal que a polimerização é muito suprimida.

Para essa finalidade, as correntes no processo apresentado aqui podem ser misturadas, em princípio, com estabilizadores tal que um nível mínimo de polimerização acontece no próprio sistema. Para esse fim, a parte da instalação em particular na qual o ácido metacrílico ou o éster metacrílico está presente em alta concentração durante ou depois da destilação é suprida com estabilizadores apropriados.

Por exemplo, foi verificado ser viável suprir um estabilizador no topo da coluna de destilação para a corrente do éster metacrílico retirada lá. Além do mais, foi verificado ser vantajoso lavar essas partes da instalação, na qual ácido metacrílico ou éster metacrílico é circulado com uma temperatura maior do que aproximadamente 20°C, de preferência com uma temperatura na faixa de aproximadamente 20 a aproximadamente 120°C, com uma solução do estabilizador no éster metacrílico. Por exemplo, um pouco do condensado obtido nos trocadores de calor, junto com um estabilizador adequado, é reciclado para o topo da coluna de destilação tal que o topo da coluna, no seu interior, é pulverizado constantemente com éster metacrílico estabilizado ou ácido metacrílico estabilizado. Isso é preferivelmente feito em uma tal maneira que nenhuma zona calma pode se formar no topo da coluna, na qual existe o risco de polimerização do ácido metacrílico ou éster metacrílico. Os próprios trocadores de calor podem ser carregados correspondentemente, da mesma forma, com uma solução estabilizada do ácido metacrílico ou éster metacrílico em uma tal maneira que nenhuma zona calma pode se formar aqui também.

Também foi verificado ser vantajoso no processo apresentado aqui quando, por exemplo, os gases de combustão compreendendo monóxido de carbono dos processos precedentes, especialmente da etapa de transformação em amida, são passados através da instalação de esterificação junto com o vapor. Dessa maneira, a mistura de gás é novamente purificada para remover os compostos que podem ser removidos na forma sólida ou na líquida. Em segundo lugar, esses são coletados em um ponto central e podem ser enviados para utilização adicional ou descarte.

O éster metacrílico obtido ou o MMA obtido na esterificação e na

pré-purificação subsequente, ou o ácido metacrílico obtido, são subsequentemente enviados para um tratamento adicional. A esterificação resulta em ácido sulfúrico diluído como a substância residual restante, que pode ser da mesma forma enviada para uma utilização adicional.

5 Pré-purificação do Éster ou do Ácido

No processo apresentado aqui, a matéria exposta da presente invenção pode também ser usada em conjunto com um processo para pré-purificar o ácido metacrílico ou o éster metacrílico, como descrito no elemento de processo que segue. Por exemplo, em princípio, ácido metacrílico bruto ou um éster metacrílico bruto pode ser submetido a uma purificação adicional, a fim de chegar a um produto muito puro. Uma tal purificação que constitui um elemento de processo adicional pode ser em um estágio, por exemplo. Entretanto, foi verificado ser vantajoso em muitos casos quando uma tal purificação compreende pelo menos dois estágios, em cujo caso os

10
15
20
25

constituintes de baixa ebulição do produto são removidos em uma primeira pré-purificação como descrito aqui. Para esse fim, o éster metacrílico bruto ou o ácido metacrílico bruto é transferido primeiro para uma coluna de destilação na qual os constituintes de baixa ebulição e a água podem ser removidos. Para esse fim, o éster metacrílico bruto é enviado para uma coluna de destilação, em cujo caso a adição é executada, por exemplo, na metade superior da coluna. O fundo da coluna é aquecido com vapor, por exemplo, em uma tal maneira que uma temperatura da parede de aproximadamente 50 a aproximadamente 120°C é atingida. A purificação é executada sob pressão reduzida. A pressão dentro da coluna no caso do éster é, de preferência, aproximadamente 10,0 Kpa (100) a aproximadamente 60,0 Kpa (600 mbar). A pressão dentro da coluna no caso do ácido é, de preferência, aproximadamente 4,0 Kpa (40) a aproximadamente 30,0 Kpa (300 mbar).

No topo da coluna, os constituintes de baixa ebulição são removidos. Em particular, esses podem ser, por exemplo, éter, acetona e formiato de metilo. Os vapores são então condensados por meio de um ou mais trocadores de calor. Por exemplo, foi verificado ser útil, em alguns casos, primeiro executar uma condensação por meio de dois trocadores de calor res-

30

friados com água conectados em série. Entretanto, é igualmente possível usar somente um trocador de calor nesse ponto. Os trocadores de calor são preferivelmente operados em um estado ereto para aumentar a taxa de fluxo e a fim de impedir a formação de fases estacionárias, preferência sendo dada a obter máximo umedecimento. Conectado a jusante do trocador de calor resfriado com água ou os trocadores de calor resfriados com água pode estar um trocador de calor resfriado com salmoura, mas também é possível conectar uma bateria de dois ou mais trocadores de calor resfriados com salmoura a jusante. Na bateria dos trocadores de calor, os vapores são condensados, providos com estabilizador e, por exemplo, alimentados para um separador de fase. Desde que os vapores podem também conter água, qualquer fase aquosa que ocorre é descartada ou enviada para uma utilização adicional. Um exemplo de uma utilização adicional possível é a reciclagem em uma reação de esterificação, por exemplo, em uma reação de esterificação como foi descrita acima. Nesse caso, a fase aquosa é preferivelmente reciclada para o primeiro tanque de esterificação.

A fase orgânica removida é alimentada como refluxo para o topo da coluna. Um pouco da fase orgânica pode, por sua vez, ser usada para pulverizar os topos dos trocadores de calor e o topo da coluna. Desde que a fase orgânica removida é uma fase que foi misturada com o estabilizador, é possível, assim, primeiramente, efetivamente impedir a formação de zonas calmas. Em segundo lugar, a presença do estabilizador efetua a supressão adicional da tendência de polimerização dos vapores removidos.

A corrente de condensado obtida dos trocadores de calor é adicionalmente, de preferência, misturada com água desmineralizada em uma tal maneira que ação de separação suficiente pode ser realizada no separador de fase.

Os compostos gasosos que permanecem depois da condensação na bateria do trocador de calor podem ser submetidos, de preferência por meio dos ejetores de vapor como geradores de pressão reduzida, novamente a uma condensação por meio de um ou mais trocadores de calor adicionais. Foi verificado ser vantajoso por razões econômicas quando uma tal

pós-condensação condensa não somente as substâncias gasosas da pré-purificação. Por exemplo, é possível alimentar mais substâncias gasosas em uma tal pós-condensação, como obtido da purificação principal dos ésteres metacrílicos. A vantagem de um tal procedimento situa-se, por exemplo, na

5 transferência de uma tal proporção de éster metacrílico que não foi condensado no estágio de purificação principal uma vez mais através do separador de fase para a coluna de purificação na pré-purificação. Assim é garantido, por exemplo, que uma maximização do rendimento possa acontecer e mínimas perdas de ésteres metacrílicos ocorrem. Além do mais, a seleção adequada do projeto e da operação desses trocadores de calor adicionais permite que a composição do gás de combustão que deixa esses trocadores de calor, especialmente o conteúdo de pequenas caldeiras, seja ajustada.

10

Devido à alimentação da água na pré-purificação do éster metacrílico, o conteúdo de água na esterificação e a concentração dos constituintes de baixa ebulição no metacrilato de metilo bruto, especialmente, podem elevar continuamente. A fim de impedir isso, pode ser vantajoso descarregar um pouco da água alimentada para o sistema para fora do sistema, de preferência continuamente. Essa descarga pode ser efetuada, em princípio, por exemplo, em uma ordem de magnitude na qual a água é alimentada para o

15 sistema na pré-purificação. A fase aquosa separada no separador de fase tipicamente tem um conteúdo de constituintes orgânicos. Pode ser, portanto, vantajoso alimentar essa água para uma forma de descarte que utiliza esse conteúdo de substâncias orgânicas.

20

Por exemplo, pode ser vantajoso quando a água dessa maneira contaminada com as substâncias orgânicas é alimentada para a câmara de combustão em um processo de clivagem do ácido sulfúrico. Devido aos constituintes oxidáveis, seu valor calorífico pode ainda ser utilizado pelo menos parcialmente. Além disso, um descarte possivelmente caro da água contaminada com substâncias orgânicas é assim frequentemente evitado.

25

30 Purificação Fina do Éster Metacrílico

Para a purificação fina do éster metacrílico, o éster metacrílico pré-purificado bruto é submetido a uma outra destilação. Isso libera o éster

metacrílico bruto de seus constituintes de alta ebulição com o auxílio de uma coluna de destilação para obter um éster metacrílico puro. Para esse fim, o éster metacrílico bruto é introduzido em uma coluna de destilação, algumas vezes na metade inferior, em uma maneira conhecida para aqueles versados na técnica.

A coluna de destilação pode, em princípio, corresponder com qualquer projeto que aparente ser adequado para aqueles versados na técnica. Entretanto, foi verificado ser vantajoso em muitos casos que a pureza do produto resultante quando a coluna de destilação é operada com uma ou mais guarnições corresponda aproximadamente com as exigências seguintes:

Em primeiro lugar, justo como nas outras linhas circuladas completamente pelo éster metacrílico, um nível mínimo dos assim chamados "espaços mortos" deve se formar nas colunas. Os espaços mortos levam a um tempo de permanência comparativamente longo dos ésteres metacrílicos, o que estimula a sua polimerização. Isto, por sua vez, leva às paralisações de produção caras e à limpeza das partes apropriadas bloqueadas com polímero. Uma maneira de agir contra a formação dos espaços mortos é, tanto por projeto quanto por um modo de operação suficiente das colunas, sempre carregá-las com uma quantidade suficiente de líquido, de modo que a lavagem constante das colunas e especialmente das partes internas da coluna, tal como guarnições, é realizada. Por exemplo, as colunas podem ter dispositivos de pulverização que são projetados para a pulverização das partes internas da coluna. Além disso, as partes internas da coluna podem ser conectadas uma na outra, tal que escassamente quaisquer espaços mortos, ou melhor, nenhum absolutamente, se forma. Para esse fim, as partes internas da coluna podem ser conectadas uma na outra ou na coluna através de junções de adesão interrompidas. Tais junções de adesão têm, pelo menos aproximadamente 2, de preferência pelo menos aproximadamente 5 e mais preferivelmente pelo menos aproximadamente 10 interrupções para 1 m de comprimento da junção de adesão. O comprimento dessas interrupções pode ser selecionado tal que eles compõem pelo menos aproximadamente

10%, de preferência pelo menos aproximadamente 20% e mais preferivelmente pelo menos aproximadamente 50%, mas geralmente não mais do que 95% do comprimento da junção de adesão. Uma outra medida de projeto pode ser que, nas regiões internas da coluna, especialmente essas que entram em contato com os ésteres metacrílicos, menos do que aproximadamente 50%, de preferência menos do que aproximadamente 25% e mais preferivelmente menos do que aproximadamente 10% de todas as superfícies, especialmente das partes internas da coluna, correm horizontalmente. Por exemplo, as pontas que abrem no interior da coluna podem ser configuradas conicamente ou com superfícies oblíquas. Uma outra medida pode consistir em manter a quantidade de éster metacrílico líquido presente no fundo da coluna tão pequena quanto possível durante a operação da coluna e, em segundo lugar, prevenir o superaquecimento dessa quantidade despeito das temperaturas moderadas e grandes superfícies de evaporação durante a evaporação. Pode ser vantajoso nesse contexto, que a quantidade de líquido no fundo da coluna se forme na faixa de aproximadamente 0,1 a 15% e de preferência aproximadamente 1 a 10% da quantidade total de éster metacrílico na coluna. As medidas propostas nesse parágrafo podem também encontrar uso na destilação do ácido metacrílico.

Na purificação do éster metacrílico, seus constituintes de alta ebulição são separados do produto por destilação. Para esse fim, o fundo da coluna é aquecido com vapor. A temperatura do fundo é, de preferência, aproximadamente 50 a aproximadamente 80°C, em particular aproximadamente 60 a aproximadamente 75°C, com a temperatura da parede menor do que aproximadamente 120°C.

O material obtido no fundo da coluna é preferivelmente removido continuamente e resfriado por meio de um trocador de calor ou uma bateria de vários trocadores de calor para uma temperatura em uma faixa de aproximadamente 40 a aproximadamente 80°C, de preferência aproximadamente 40 a aproximadamente 60°C e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 50 a 60°C.

Esse material, que compreende predominantemente éster meta-

crílico, éster hidroxiisobutírico, ácido metacrílico e componentes de estabilizador, é subsequentemente, através de um recipiente de armazenamento, por exemplo, descartado ou enviado para um outro uso. Foi verificado ser vantajoso, em muitos casos, quando o material obtido no fundo da coluna é reciclado para a reação de esterificação. Por exemplo, o material do fundo da coluna é reciclado para o primeiro tanque de esterificação. Isso faz surgir a vantagem que, com o objetivo de um método muito economicamente viável e um rendimento muito alto, compostos relativamente de alta ebulição presentes nos fundos da coluna são reciclados para a reação de esterificação.

No topo da coluna, o éster metacrílico purificado pela destilação é retirado e resfriado por meio de um trocador de calor ou uma bateria de dois ou mais trocadores de calor. O calor dos vapores pode ser removido por meio de trocadores de calor resfriados com água ou por meio de trocadores de calor resfriados com salmoura ou por meio de uma combinação dos dois. Foi verificado ser útil, em alguns casos, quando os vapores da coluna de destilação são transferidos para dois ou mais trocadores de calor conectados em paralelo, que são operados por meio do resfriamento com água. As frações não condensadas dos trocadores de calor resfriados com água podem ser introduzidas, por exemplo, em um trocador de calor resfriado com salmoura ou uma bateria de dois ou mais trocadores de calor resfriados com salmoura, que podem ser dispostos em série ou em paralelo. Os condensados obteníveis dos trocadores de calor são introduzidos em um recipiente de coleta e enviados para um recipiente de tamponar por meio de uma bomba através de um trocador de calor adicional ou uma bateria de dois ou mais trocadores de calor adicionais. A corrente do condensado é resfriada, por exemplo, por meio de uma bateria de um ou dois trocadores de calor resfriados com água e um ou dois trocadores de calor resfriados com salmoura para uma temperatura em uma faixa de aproximadamente 0 a aproximadamente 20°C, de preferência aproximadamente 0 a aproximadamente 15°C e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 2 a 10°C.

Uma parte da corrente é retirada da corrente do condensado e é

reciclada para a coluna de destilação através do topo da coluna. A corrente do condensado pode ser alimentada para o topo da coluna em princípio em qualquer maneira, por exemplo, através de distribuidores. Entretanto, pode ser vantajoso quando uma porção da corrente do condensado é alimentada para a linha de vapor acima do topo da coluna, por exemplo, pulverizada para dentro. Também é preferido que essa alimentação também introduza o estabilizador no topo da coluna.

Uma parte de corrente adicional do condensado planejada para reciclagem para a coluna pode ser ramificada, por exemplo, para a linha de vapor antes da introdução e ser introduzida diretamente no topo da coluna. Aqui também, é preferido que essa alimentação introduza o estabilizador no topo da coluna. A introdução no topo da coluna pode ser feita, por exemplo, em uma tal maneira que o interior do topo da coluna é pulverizado com o condensado, tal que nenhuma zona calma pode se formar no topo da coluna na qual o éster metacrílico pode polimerizar. Pode ser adicionalmente vantajoso adicionar um estabilizador para impedir a polimerização para uma parte de corrente do condensado que é reciclada para dentro da coluna. Isso pode ser feito, por exemplo, adicionando uma quantidade apropriada de inibidor de polimerização como estabilizador na parte de corrente do condensado planejada para pulverização do topo da coluna. Foi verificado ser vantajoso, em alguns casos, quando a parte de corrente de condensado, depois da adição do estabilizador, mas antes da entrada no topo da coluna, passa através de um aparelho de mistura adequado, de preferência um misturador estático, a fim de realizar distribuição muito uniforme do estabilizador na parte de corrente do condensado.

As substâncias gasosas não condensáveis que são obtidas no processo de purificação são, por exemplo, enviadas para descarte.

O produto bruto presente no recipiente de tamponar é mantido com a ajuda de um esfriador de salmoura em uma temperatura de aproximadamente 0 a aproximadamente 20°C, de preferência aproximadamente 0 a aproximadamente 15°C e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 2 a 10°C.

A fim de remover quaisquer impurezas adicionais do produto e chegar a metacrilatos de alquila ultrapuros, o produto pode também ser submetido a um estágio de purificação adsorbtivo. Foi verificado ser útil, por exemplo, quando o produto puro como um todo, ou pelo menos uma porção do produto puro, é purificado mais com o auxílio de uma peneira molecular. Impurezas particularmente acidíferas, especialmente ácido fórmico formado no processo de preparação, podem, assim, ser removidas em uma maneira simples da corrente do produto. Foi adicionalmente verificado ser útil, em alguns casos, quando a corrente do produto, depois de passar através do estágio de purificação adsorbtivo, também passa através de um ou mais filtros a fim de remover quaisquer sólidos presentes no produto.

As correntes obtidas na elaboração compreendem predominantemente compostos polimerizáveis. A fim de, como já descrito mais de uma vez nesse contexto, impedir a formação de zonas calmas, foi verificado ser vantajoso no caso do processo descrito aqui também quando as partes da instalação que entram em contato com o éster metacrílico são constantemente circuladas com éster metacrílico. Em uma modalidade adicional do processo apresentado aqui, uma parte de corrente do éster metacrílico é, portanto, retirada a jusante do recipiente de tamponar, mas a montante do estágio de purificação adsorbtivo a fim de ser lavada sobre as regiões superiores desses trocadores de calor que absorvem os vapores que se originam da coluna de destilação.

O produto obtido no estágio de purificação é subsequentemente retirado do estado de purificação com uma temperatura em uma faixa de aproximadamente -5 a aproximadamente 20°C, de preferência aproximadamente 0 a aproximadamente 15°C e mais preferivelmente em uma faixa de aproximadamente 2 a 10°C.

Remoção do Ácido Consumido

No processo apresentado aqui, pode ser recomendável, por exemplo, em um elemento de processo adicional, submeter o ácido sulfúrico consumido obtido no processo a uma purificação a fim de subsequentemente reciclá-lo de volta para o processo. Nesse caso, por exemplo, uma corren-

te compreendendo ácido sulfúrico consumido, como pode ser obtido da esterificação, pode ser contatada com vapor em um recipiente de flotação. À medida que isso é feito, pelo menos um pouco dos sólidos presentes pode ser depositado na superfície do líquido e esses sólidos depositados podem ser separados. Os vapores são subsequentemente condensados em um trocador de calor, de preferência com resfriamento com água, resfriados e reciclados para a reação de esterificação.

Foi verificado ser vantajoso, em alguns casos, quando a corrosão é impedida nos secadores de calor e a ação de resfriamento é melhorada mais pela introdução de uma mistura de água e compostos orgânicos, como obtido pela purificação no decorrer da esterificação na purificação do éster metacrílico preparado, para os trocadores de calor em uma tal maneira que os topos dos trocadores de calor são pulverizados com essa mistura. Além da ação de redução de corrosão e do resfriamento do ácido no trocador de calor, esse procedimento tem uma vantagem adicional. O material que se origina da esterificação (uma mistura de água e predominantemente metanol) é reciclado para o processo de esterificação junto com o ácido metacrílico e o éster metacrílico que se originam exatamente desse processo. No removedor, a flotação acima descrita proporciona misturas de ácido e sólidos. Depois da sua remoção, esses são enviados para qualquer uso adicional ou para descarte. É possível, por exemplo, incinerar a mistura resultante em uma instalação de clivagem e, portanto, obter ácido sulfúrico novamente e a fim de recuperar um pouco da energia usada no processo.

Os compostos gasosos não condensáveis obtidos na remoção são enviados para qualquer uso adicional ou descartados.

A instalação descrita aqui para remover sólidos do ácido consumido e para reciclar o material do processo de esterificação exatamente nesse processo pode também ser executada, por exemplo, duas vezes por razões de confiabilidade operacional. Por exemplo, os dois ou mais recipientes de flotação podem ser usados em tempos distintos. Desde que os sólidos podem assentar nesses recipientes, é vantajoso removê-los quando o recipiente de flotação particular não está sendo usado.

O anteriormente mencionado será agora ilustrado em detalhes com referência aos desenhos não limitadores e exemplos. Os desenhos esquemáticos mostram:

- figura 1: um sistema de instalação para preparar e processar ácido metacrílico ou metacrilato de metilo,
- figura 2: uma instalação para preparar cianoidrina de acetona,
- figura 3: uma instalação de elaboração para a cianoidrina de acetona,
- figura 4: uma instalação de transformação em amida,
- figura 5: uma instalação de esterificação,
- figura 6: uma instalação para pré-purificar o éster,
- figura 7: uma instalação de purificação fina para o éster.

A figura 1 mostra os elementos preferidos de um sistema de instalação 1 para preparar ácido metacrílico ou ésteres metacrílicos e seus produtos de processamento adicionais. O sistema de instalação 1 tem várias instalações conectadas umas nas outras geralmente em uma maneira de condução de fluido como elementos desse sistema. O sistema de instalação inclui a preparação da cianoidrina de acetona 20, seguida pela elaboração da cianoidrina de acetona 30, seguida por uma transformação em amida 40, seguida por uma esterificação/hidrólise 50/50a, seguida por uma elaboração para éster ou ácido metacrílico 60, seguida por sua vez por uma purificação fina 70, depois do que o éster, geralmente metacrilato de metilo ou ácido metacrílico está presente. O éster puro/ácido puro dessa maneira obtido pode ser enviado para uma instalação de processamento adicional 80. Instalações de processamento adicionais úteis 80 incluem em particular aparelho de polimerização e reatores para reações orgânicas adicionais. Nos reatores de polimerização, polimetacrilatos podem ser preparados e, nos reatores para reações orgânicas, os monômeros puros obtidos aqui podem ser convertidos para compostos orgânicos adicionais. A instalação de processamento adicional ou as instalações de processamento adicionais 80 é/são seguidas por um acabamento 90. Quando os produtos de processamento adicionais são polímeros de ácido metacrílico ou ésteres metacrílicos, especialmente metacrilato de metila, eles são processados mais para produzir fibras,

composições de moldagem, especialmente grânulos, películas, placas, partes de automóvel e outras moldagens por equipamento adequado, tais como extrusoras, extrusoras de película soprada, máquinas de moldagem a injeção, matriz de fiandeira e semelhantes. Além disso, o sistema de instalação

5 1, em muitos casos, compreende uma instalação de ácido sulfúrico 100. Para essa instalação, todas as instalações de ácido sulfúrico que aparentam ser adequadas para essa finalidade para a pessoa versada na técnica são úteis em princípio. Referência é feita nesse contexto, por exemplo, ao capítulo 4, página 89 ff. em "Integrated Pollution Prevention and Control – Draft

10 Reference Documento on Best Available Techniques for the Manufacture of Large Volume Inorganic Chemicals – Amino Acids and Fertilizers" obtenível através da Comissão Européia. A instalação de ácido sulfúrico 10 é conectada em uma série de outras instalações. Por exemplo, a preparação da cianidrina de acetona 20 é suprida com ácido sulfúrico concentrado através de

15 uma linha de ácido sulfúrico 2. Além do mais, uma linha de ácido sulfúrico adicional 3 existe entre a instalação de ácido sulfúrico 100 e a transformação em amida 40. O ácido sulfúrico diluído, também citado como um "ácido gasto" da esterificação 50 (hidrólise 50a), é transferido para a instalação de ácido sulfúrico 100 através das linhas para ácido sulfúrico gasto 4 e 5. Na instalação

20 de ácido sulfúrico 100, o ácido sulfúrico diluído pode ser elaborado. A elaboração do ácido sulfúrico diluído pode ser efetuada, por exemplo, como descrito em WO 02/23088 A1 ou WO 02/23089 A1. Em geral, as instalações são fabricadas dos materiais que são familiares para aqueles versados na técnica e aparentam ser adequados para as tensões particulares. Geralmente,

25 o material é aço inoxidável que deve, em particular, ter resistência excepcional ao ácido. As regiões das instalações que são operadas com ácido sulfúrico e especialmente com ácido sulfúrico concentrada são adicionalmente revestidas e protegidas com materiais cerâmicos ou plásticos. Além disso, o ácido metacrílico obtido na instalação de ácido metacrílico 50a pode

30 ser alimentado através de uma linha de ácido metacrílico 6 para a pré-purificação 60. Foi também verificado ser útil adicionar um estabilizador indicado com "S" na preparação da cianidrina de acetona 20, na transformação

em amida 40, na esterificação 50, na hidrólise 50a, na pré-purificação 60 e também na purificação final 70.

Na preparação da cianoidrina de acetona 20 mostrada na figura 2, a acetona é provida em um recipiente de acetona 21 e o ácido cianídrico em um recipiente de ácido cianídrico 22. O recipiente de acetona 21 tem uma torre de purificação 23 que, na sua região superior, tem um ou mais elementos de resfriamento 24. Uma série de linhas de gás de combustão 23 que se originam das várias instalações no sistema de instalação 1 abre dentro da torre de purificação 23. A acetona é alimentada para um reator de arco 26 através da alimentação de acetona 27 e o ácido cianídrico através da alimentação de ácido cianídrico 28. A jusante da alimentação de ácido cianídrico 28 é disposta uma bomba 29, seguida por sua vez por uma alimentação de catalisador 210 que é seguida por um misturador estático 211. Esse é seguido por um trocador de calor 212 que tem uma série de resistências de fluxo 213 e pelo menos uma linha de resfriamento 214. No reator de arco 26, a mistura da reação consistindo de acetona, ácido cianídrico e catalisador é conduzida em um circuito até um grau considerável, que é indicado por linhas em negrito. Do trocador de calor 212, a mistura de reação é conduzida através das resistências de fluxo ao longo das linhas de resfriamento 214 e uma porção da corrente de circulação é passada para um trocador de calor adicional 215 no qual é conectado um recipiente de coleta 216 no qual um bico 217 está presente como parte de um circuito de resfriamento 218 com um trocador de calor 219, que mantém o produto de reação primeiramente em movimento e secundariamente frio. Através de uma saída 220 que segue o recipiente de coleta 216, um recipiente do estabilizador 221 é preso, para dentro do qual uma alimentação de ácido sulfúrico 222 abre e do qual a cianoidrina de acetona bruta é conduzida através da saída 223 para a elaboração da cianoidrina de acetona 30.

Na figura 3, vindo da preparação de cianoidrina 20, a saída 223 abre em um trocador de calor 31 no qual a corrente vinda da preparação de cianoidrina 20 é aquecida. Uma alimentação de vapor 32 é conectada no trocador de calor 31 e abre na região superior, de preferência na região de

topo, de uma coluna 33. A coluna 33 tem uma grande quantidade de guarnições 34 que são geralmente configuradas como bandejas. Na região inferior da coluna 33 é disposto o fundo da coluna 35, da qual uma saída de resíduos 36 leva para o trocador de calor 31 e aquece as correntes conduzidas
5 através da saída 223 para dentro do trocador de calor 31. Uma linha de produto puro 37 é conectada no trocador de calor 31, que é seguida a jusante pela transformação em amida 40. Na região superior da coluna 33 é disposta uma saída de talos 38 que abre em um trocador de calor 39 no qual uma bomba de vácuo 310 é conectada e abre, por sua vez, em um trocador de
10 calor 311. Ambos o trocador de calor 39 e o trocador de calor 311 são conectados através de linhas em um recipiente de resfriamento 312 no qual uma linha de reciclagem 313 é conectada e é conectada no reator de arco 26 na preparação da cianoidrina de acetona 20.

A transformação em amida 40 representada na figura 4, primeiro, tem uma alimentação de cianoidrina de acetona 41 e uma alimentação de ácido sulfúrico 42 que abrem em um reator de arco 43. A alimentação de cianoidrina de acetona 41 conectada na elaboração de cianoidrina de acetona 30 abre no circuito do reator de arco 43 a jusante de uma bomba 44 e a montante de um misturador 45. A montante dessa bomba 44, a alimentação
20 de ácido sulfúrico 42 se abre. O misturador 45 é seguido a jusante por um trocador de calor 46 que, por sua vez, abre em um separador de gás 47 do qual, em primeiro lugar, uma saída de gás 48 e uma alimentação 49 para um reator de arco adicional 410 saem. O reator de arco adicional 410 ou um terceiro tem uma construção comparável ao primeiro reator de arco 43. Do reator de arco adicional 410, uma alimentação 411 entra em um trocador de
25 calor 412 que é seguido por um separador de gás 413, do qual, em primeiro lugar, uma saída de gás 414 e uma linha de amida 415 saem, a última levando para a esterificação/hidrólise 50/instalação MAA 50a.

A figura 5 mostra a esterificação 50, na qual uma linha de solvente 51, que conduz água e o solvente orgânico, e uma linha de amida 52 conectada na transformação em amida 40, abrem em um tanque 53 que pode ser aquecido por um aquecedor de tanque 54. Além disso, uma linha de
30

álcool 55, mostrada com uma linha tracejada, abre no tanque 53. A linha de álcool 55 abre tanto na região superior quanto na inferior do tanque 53. O primeiro tanque 53 é conectado em um tanque adicional 53', que tem um aquecedor de tanque adicional 54', através de uma linha de vapor de éster 56 indicada por uma linha de traços e pontos. Esse tanque adicional 53' também é conectado na linha de álcool 55 tanto do fundo quanto do topo. A linha de vapor de éster 56 é conectada na região superior do tanque 53' e abre em um fundo 57 de uma coluna 58. Além disso, uma linha para ácido sulfúrico diluído 59 está presente na região superior do tanque 53'. Uma unidade de tanque 510 envolvida em uma elipse pontilhada é formada de um tanque que pode ser aquecido 53 e 54 com a linha de álcool 55 e a linha de vapor de éster 56. É possível que uma, duas ou mais de tais unidades de tanque sigam em sucessão como bateria, cada uma dessas unidades de tanque 510 sendo conectada através da linha de vapor de éster 56 no fundo 57 da coluna 58. Do fundo 57 da coluna 58, uma linha de caldeira grande 511 também leva para o tanque 53, a fim de alimentar água e o solvente orgânico de volta para a esterificação. Na região superior, de preferência no topo, da coluna 58, um primeiro trocador de calor 512 seguido por um separador de fase adicional 513 é conectado através de uma linha adequada. Tanto no topo da coluna 58 quanto no primeiro trocador de calor 512, uma primeira alimentação de estabilizador 514 (estabilizador indicado com "S") e uma alimentação adicional de estabilizador 515 podem ser providas a fim de alimentar um inibidor ou estabilizador que impeda polimerização indesejada. Conectado no separador de fase adicional 513 está um purificador 516 em cuja região inferior uma linha de solvente 517 sai e abre na linha de solvente 51 através de um trocador de calor 521. Da região superior do purificador 516, uma linha de éster bruto sai e abre na elaboração do éster 60. A linha de ácido gasto 59 saindo da região superior do tanque 53' ou do tanque da última unidade de tanque 510 abre em um recipiente de flotação 519 para remoção dos sólidos e constituintes insolúveis no ácido gasto. Do recipiente de flotação 519, uma saída de ácido gasto 520 entra na instalação de ácido sulfúrico 100 e uma linha de vapor de caldeira pequena 522 que conduz os

constituintes de pequena ebulição para elaboração e reciclagem adicionais, entra na esterificação.

A elaboração do éster mostrada na figura 6 é conectada na esterificação 50 através de uma linha de éster bruto 61, a alimentação de éster bruto 61 abrindo na região média de uma coluna de destilação a vácuo 62. Essa coluna 62 tem partes internas de coluna 63 e um aquecedor inferior 64 disposto na região inferior da coluna 62. Da região inferior da coluna 62 que constitui o fundo dessa coluna, uma saída de éster 65 sai, abre na purificação fina do éster 70 e, portanto, alimenta o éster bruto liberado das caldeiras pequenas para a purificação fina. Na região superior da coluna 62, geralmente no topo, um primeiro trocador de calor 66 é conectado através de uma saída, como são um trocador de calor adicional ou uma pluralidade de trocadores de calor 67 que são seguidos por um separador de fase 69. No separador de fase 69, a corrente 68 e a mistura que se origina do trocador de calor 67 é dividida em constituintes orgânicos e aquosos, uma linha de reciclagem 611 na região superior sendo conectada no separador de fase 69 e abrindo na região superior da coluna 62. Na região inferior do separador, uma saída de água 610 está presente e abre na esterificação 50, de modo a alimentar a água removida de volta para a esterificação. Um gerador de pressão reduzida 613 é conectado nos trocadores de calor 66 e 67 através de uma linha de pressão reduzida 612.

Na figura 7, a saída do éster 65 que se origina da elaboração do éster 60 abre em uma coluna de destilação 71. Isso compreende uma pluralidade de partes internas de coluna 71 e, na região inferior da coluna de destilação 71, um aquecedor inferior de coluna 73. Da região superior da coluna de destilação 71, uma linha de vapor de éster puro 74 entra em um primeiro trocador de calor 75 que é seguido por um (ou mais) trocador de calor adicional 76 que é conectado em um gerador de pressão reduzida 717. A saída do trocador de calor adicional 76 tem uma linha da qual, em primeiro lugar, uma linha de reciclagem de éster 77 abre na região superior, ou no topo, da coluna de destilação 71. A linha de reciclagem do éster 77 tem um ponto de medição de estabilizador 79 que é disposto na linha de reciclagem do éster

77 a montante de um misturador 78. Em segundo lugar, da linha do trocador de calor adicional 76, uma saída de éster puro 710 sai. Um trocador de calor adicional 711 e um outro trocador de calor 712 são conectados nessa em conexão em série. Esses são seguidos por um recipiente de peneira molecular 5
lar 713 que tem guarnições de peneira molecular 714. Purificado mais pela peneira molecular, o éster ultrapuro é transferido através da saída de éster ultrapuro conectada no recipiente da peneira molecular para a instalação de processamento adicional 80.

EXEMPLOS

10 Uma corrente de metacrilato de metilo de 10 m³/h foi passada através de um recipiente de 50 Litros compreendendo um enchimento de peneira molecular de Baylith®, comercialmente disponível de Kurt Obermeier GmbH & Co. KG, Alemanha, de 40 kg em 35°C. A corrente não foi parada para remover a peneira molecular até que a capacidade de levantamento da
15 peneira molecular foi atingida. Depois de circular através da peneira molecular, um metacrilato de metilo ultrapuro foi removido na saída do recipiente, o qual tinha uma consistência incolor nítida. Um esgotamento significativo do ácido fórmico, ácido metacrílico no metacrilato de metilo ultrapuro foi determinado comparado com a corrente de metacrilato de metilo por HPLC. De-
20 pois do tempo de operação, nenhum depósito de polímero da peneira molecular foi observado. A polimerização do metacrilato de metilo ultrapuro, nem na polimerização nem nas propriedades do metacrilato de polimetilo assim obtido, fez surgir quaisquer diferenças do metacrilato de metilo que tinha sido polimerizado sob condições idênticas e purificado pela destilação con-
25 vencional.

Lista dos Numerais de Referência

- 1 sistema de instalação
- 2 linha de ácido sulfúrico
- 3 linha de ácido sulfúrico adicional
- 30 4 linha de ácido sulfúrico gasto - éster
- 5 linha de ácido sulfúrico gasto - ácido
- 6 linha de ácido metacrílico

	20	preparação da cianoidrina de acetona
	30	elaboração da cianoidrina de acetona
	40	transformação em amida
	50	esterificação
5	50a	hidrólise
	60	pré-purificação
	70	purificação fina
	80	instalação de processamento adicional
	90	acabamento
10	100	instalação de ácido sulfúrico
	21	recipiente de acetona
	22	recipiente de ácido cianídrico
	23	torre de purificação
	24	elementos de resfriamento
15	25	linhas do gás de combustão
	26	reator de arco
	27	alimentação de acetona
	28	alimentação de ácido cianídrico
	29	bomba
20	210	alimentação de catalisador
	211	misturador
	212	trocador de calor
	213	resistência de fluxo
	214	linhas de resfriamento
25	215	trocador de calor
	216	recipiente de coleta
	217	bico
	218	circuito de resfriamento
	219	trocador de calor
30	220	saída
	221	recipiente de estabilização
	222	alimentação de ácido sulfúrico

	223 saída
	31 trocador de calor
	32 alimentação de vapor
	33 coluna
5	34 guarnições
	35 fundo da coluna com trocador de calor
	36 saída de resíduos
	37 linha de produto puro
	38 saída de talos
10	39 trocador de calor
	310 bomba de vácuo
	311 trocador de calor
	312 recipiente de resfriamento
	313 linha de reciclagem
15	41 alimentação de cianidrina de acetona
	42 alimentação de ácido sulfúrico
	43 reator de arco
	44 bomba
	45 misturador
20	46 trocador de calor
	47 separador de gás
	48 saída de gás
	49 alimentação
	410 reator de arco adicional
25	411 alimentação
	412 trocador de calor
	413 separador de gás
	414 saída de gás
	415 linha de amida
30	51 linha de solvente
	52 linha de amida
	53 primeiro tanque

	54 primeiro aquecedor do tanque
	53' tanque adicional
	54' aquecedor de tanque adicional
	55 linha de álcool
5	56 linha de vapor de éster
	57 fundo da coluna
	58 coluna
	59 linha de ácido gasto
	510 unidade de tanque
10	511 linha de caldeira grande
	512 trocador de calor
	513 separador de fase
	514 alimentação do estabilizador
	515 alimentação do estabilizador adicional
15	516 coluna de extração
	517 linha de solvente
	518 linha de éster bruto
	519 recipiente de flotação
	520 saída de ácido gasto
20	521 trocador de calor
	522 linha de vapor de caldeira pequena
	61 linha de éster bruto
	62 coluna de destilação a vácuo
	63 partes internas da coluna
25	64 aquecedor de fundo
	65 saída de éster
	66 trocador de calor
	67 trocador de calor
	68 alimentação de água
30	69 separador de fase
	610 saída de água
	611 linha de reciclagem

	612 linha de pressão reduzida
	613 gerador de pressão reduzida
	71 coluna de destilação
	72 partes internas da coluna
5	73 aquecedor do fundo da coluna
	74 linha de vapor de éster puro
	75 primeiro trocador de calor
	76 trocador de calor adicional
	77 linha de reciclagem do éster
10	78 misturador
	79 ponto de medição do estabilizador
	710 saída de éster puro
	711 trocador de calor adicional
	712 outro trocador de calor
15	713 recipiente da peneira molecular
	714 guarnições da peneira molecular
	715 saída de éster ultrapuro
	716 linha de caldeira grande
	717 gerador de pressão reduzida

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para purificar um metacrilato de alquila para remover ácido fórmico e/ou ácido metacrílico e/ou ácido sulfúrico, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

5 (i) prover um metacrilato de alquila contaminado com ácido fórmico e/ou ácido metacrílico e/ou ácido sulfúrico;

(ii) adsorver pelo menos parte do ácido fórmico e/ou ácido metacrílico e/ou ácido sulfúrico sobre um sólido purificador compreendendo pelo menos 10% de composto de silício-oxigênio para obter um metacrilato de alquila ultrapuro.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o metacrilato de alquila foi destilado para pré-purificação antes da etapa (ii).

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que o metacrilato de alquila provido na etapa (i) inclui pelo menos uma das seguintes impurezas:

(a) ácido fórmico em uma quantidade não superior a 0,05% em peso,

20 (b) ácido metacrílico em uma quantidade não superior a 0,1% em peso,

(c) dióxido de enxofre em uma quantidade não superior a 0,001% em peso.

4. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que adicionalmente compreende, como etapas, a regeneração térmica do sólido purificador, seguida pela reutilização do sólido purificador regenerado na etapa (ii).

5. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que pelo menos a etapa (ii) é efetuada continuamente.

30 6. Processo para preparar um metacrilato de alquila ultrapuro, caracterizado pelo fato de que compreende, como etapas:

- produzir um metacrilato de alquila opcionalmente pré-

purificado;

- purificar o metacrilato de alquila por um processo como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 5.

5 7. Processo, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que a produção do metacrilato de alquila, compreende as etapas de:

(i) prover uma cianoidrina de acetona,

(ii) contatar a cianoidrina de acetona com um ácido inorgânico para obter uma metacrilamida,

10 (iii) contatar a metacrilamida com um álcool para obter um metacrilato de alquila,

(iv) opcionalmente, pré-purificar o metacrilato de alquila.

15 8. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que uma grande quantidade de partículas do sólido purificador é acomodada em um recipiente purificador, e o recipiente purificador pode ser circulado completamente pelo metacrilato de alquila líquido.

20 9. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que o sólido purificador apresenta uma área de superfície específica em uma faixa de 400 a 1500 m²/g.

10. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que o sólido purificador apresenta um tamanho de poro, determinado para DIN 66135-1, na faixa de 0,01 a 2 nm.

25 11. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o sólido purificador apresenta uma densidade aparente na faixa de 920 a 960 g/cm³.

30 12. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que pelo menos 80% em peso das partículas do sólido purificador apresentam um tamanho de partícula na faixa de 0,5 a 10 nm.

13. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de que o tamanho de partícula médio em peso

está em uma faixa de 0,5 a 10 nm.

14. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, caracterizado pelo fato de que o sólido purificador inclui pelo menos 10% em peso, com base no sólido purificador, de um composto de silício-oxigênio.

15. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizado pelo fato de que o sólido purificador inclui pelo menos 10% em peso de um zeólito.

16. Aparelho para preparar metacrilatos de alquila, obteníveis pelo processo, como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 15, caracterizado pelo fato de que compreende, conectados um ao outro, na forma de condução de fluido:

- um elemento de instalação para preparar a cianoidrina de acetona, seguido por:
- um elemento de instalação para preparar a metacrilamida, seguido por:
- um elemento de instalação para preparar o metacrilato de alquila, opcionalmente seguido por:
- um elemento de instalação para purificar o metacrilato de alquila, opcionalmente seguido por:
- um elemento de instalação para polimerização, seguido por:
- um elemento de instalação para acabamento, o dito elemento de instalação para purificação compreendendo um recipiente compreendendo um sólido purificador compreendendo pelo menos 10% de composto de silício-oxigênio.

17. Processo para preparar polímeros à base de, pelo menos parcialmente, metacrilatos de alquila, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

- (i) preparar um metacrilato de alquila ultrapuro obtenível pelo processo como definido em qualquer uma das reivindicações 6 e 7, ou pelo aparelho, como definido na reivindicação,
- (ii) polimerizar o metacrilato de alquila ultrapuro, e, opcionalmen-

te, um comonômero para obter um produto de polimerização,

(iii) elaborar o produto de polimerização para obter um polímero.

18. Processo, de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de que a polimerização é efetuada pela polimerização em radical

5 livre.

19. Uso de um metacrilato de alquila, obtenível por um processo como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 15, ou pelo aparelho, como definido na reivindicação 16, caracterizado pelo fato de que é em fibras, películas, coberturas, composições de moldagem, moldagens, auxilia-
10 res de fabricação de papel, auxiliares de couro, flocculantes e aditivos de perfuração.

Fig. 1

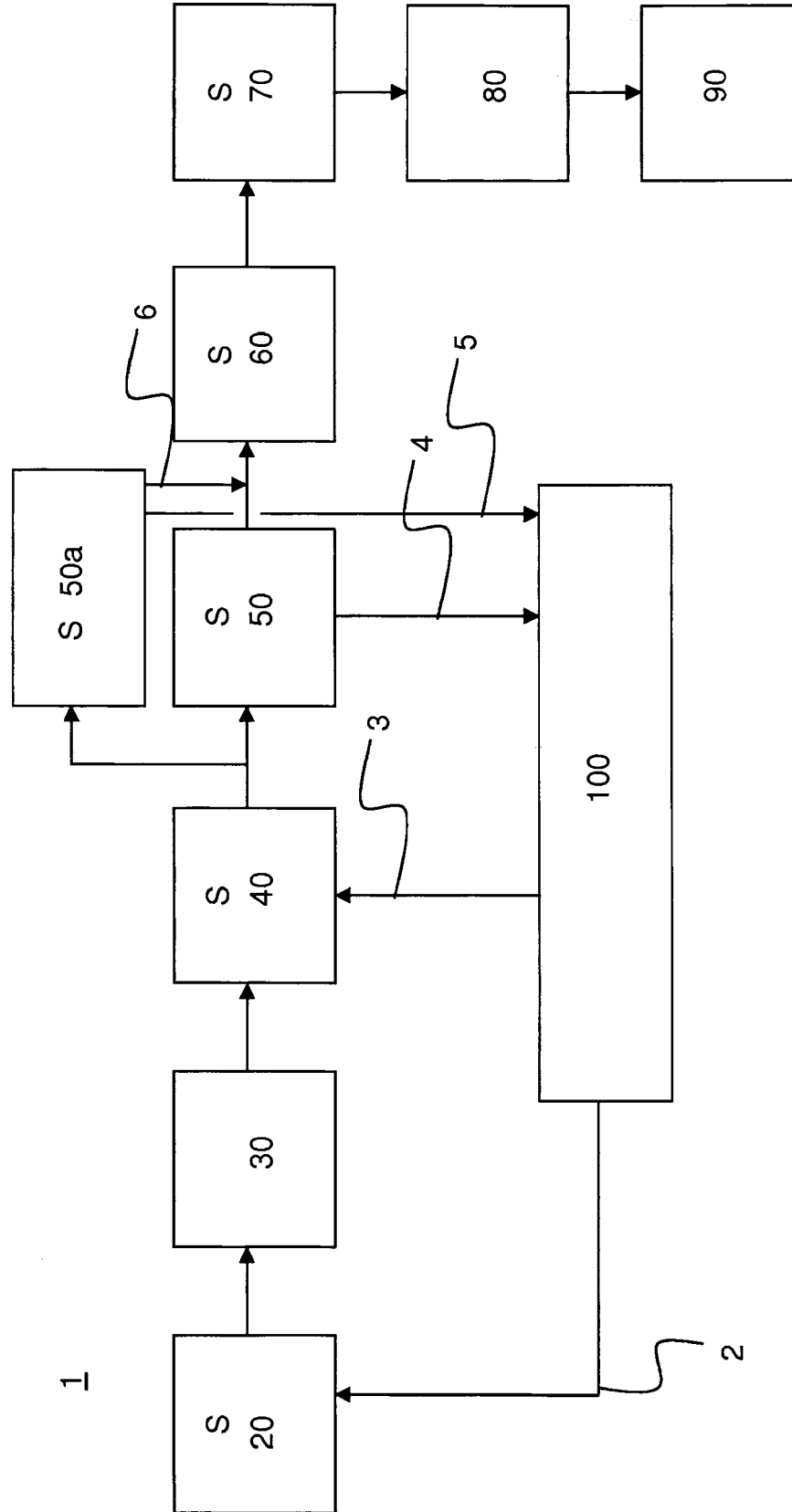


Fig. 2

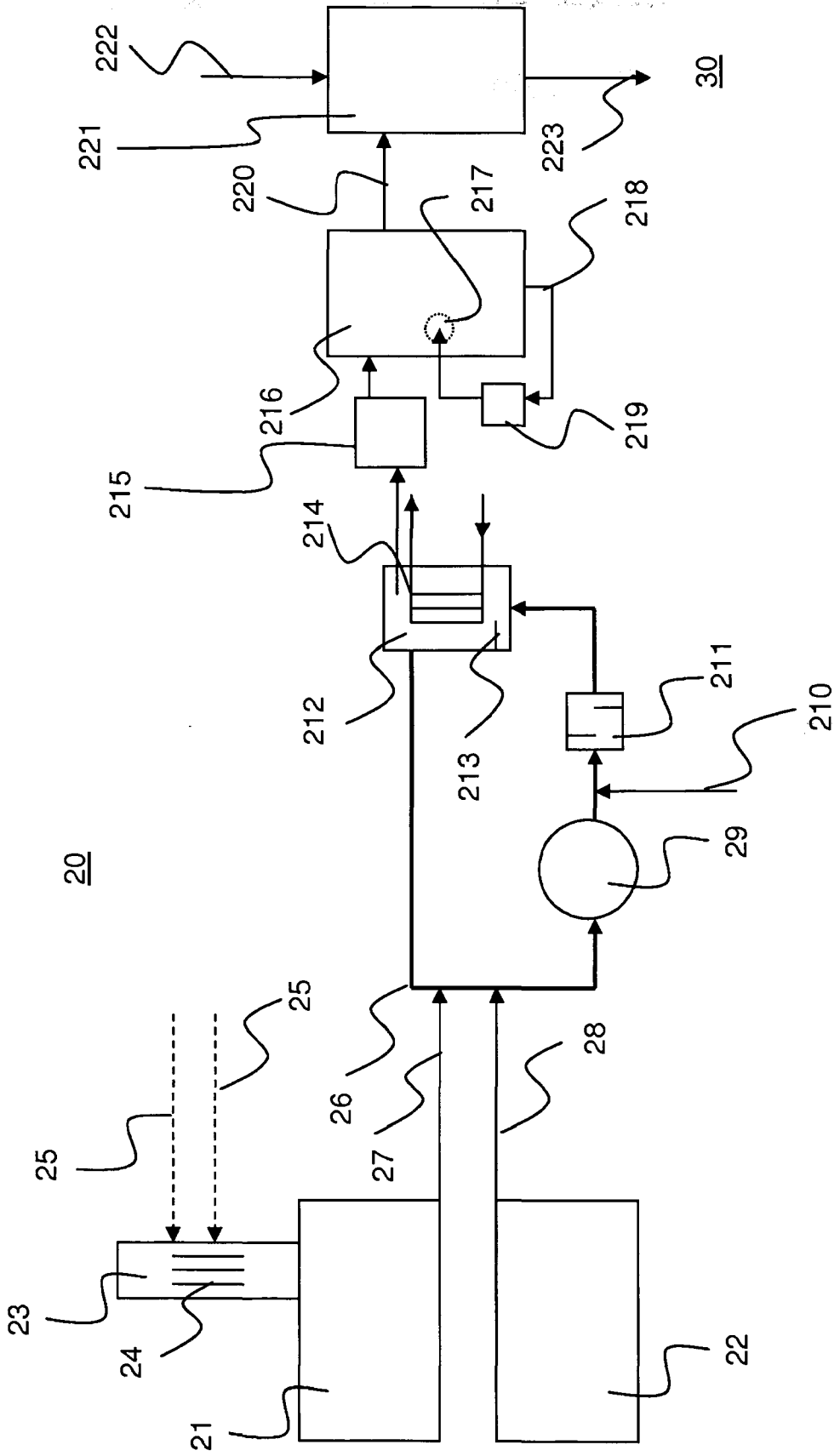


Fig. 3

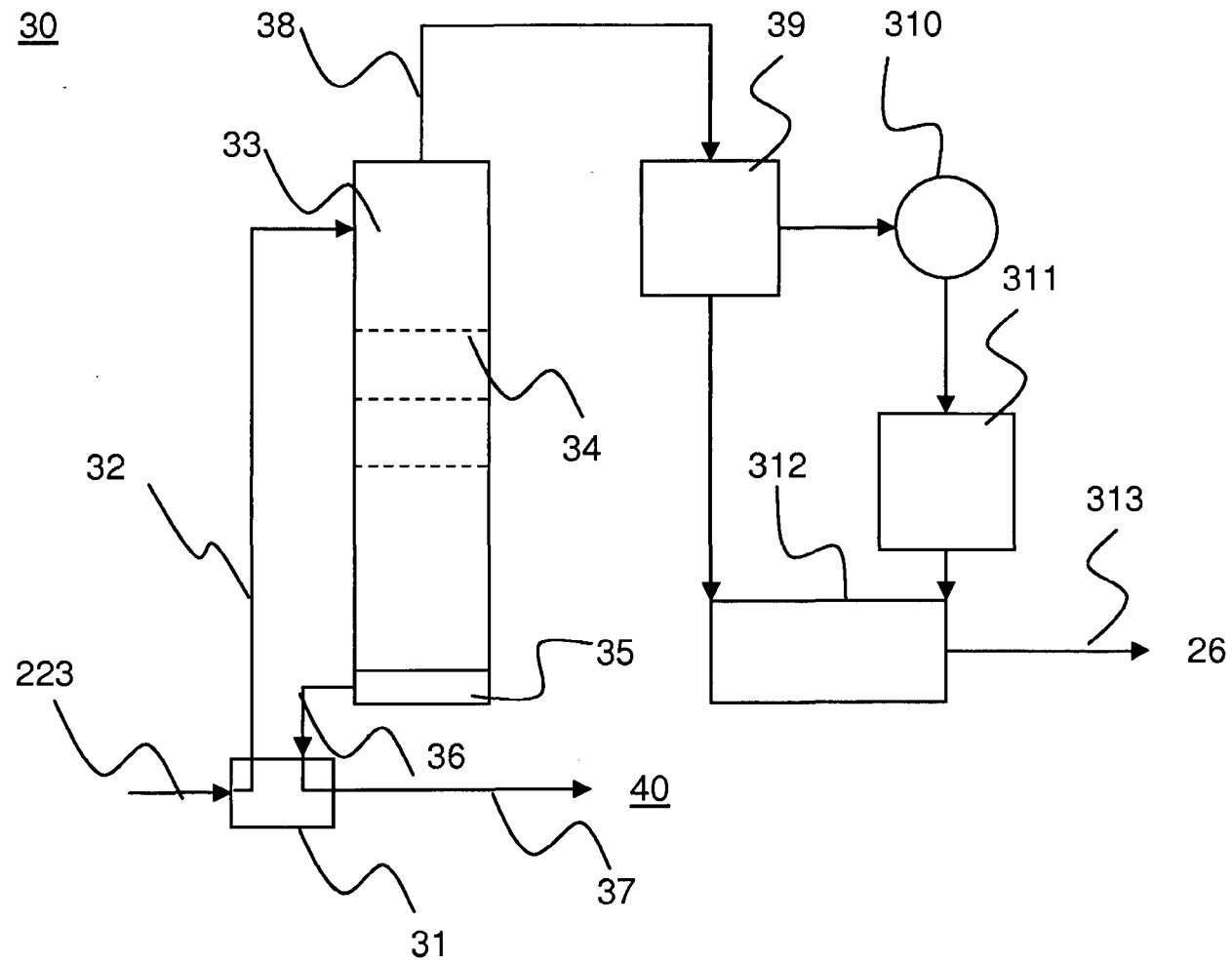


Fig. 4

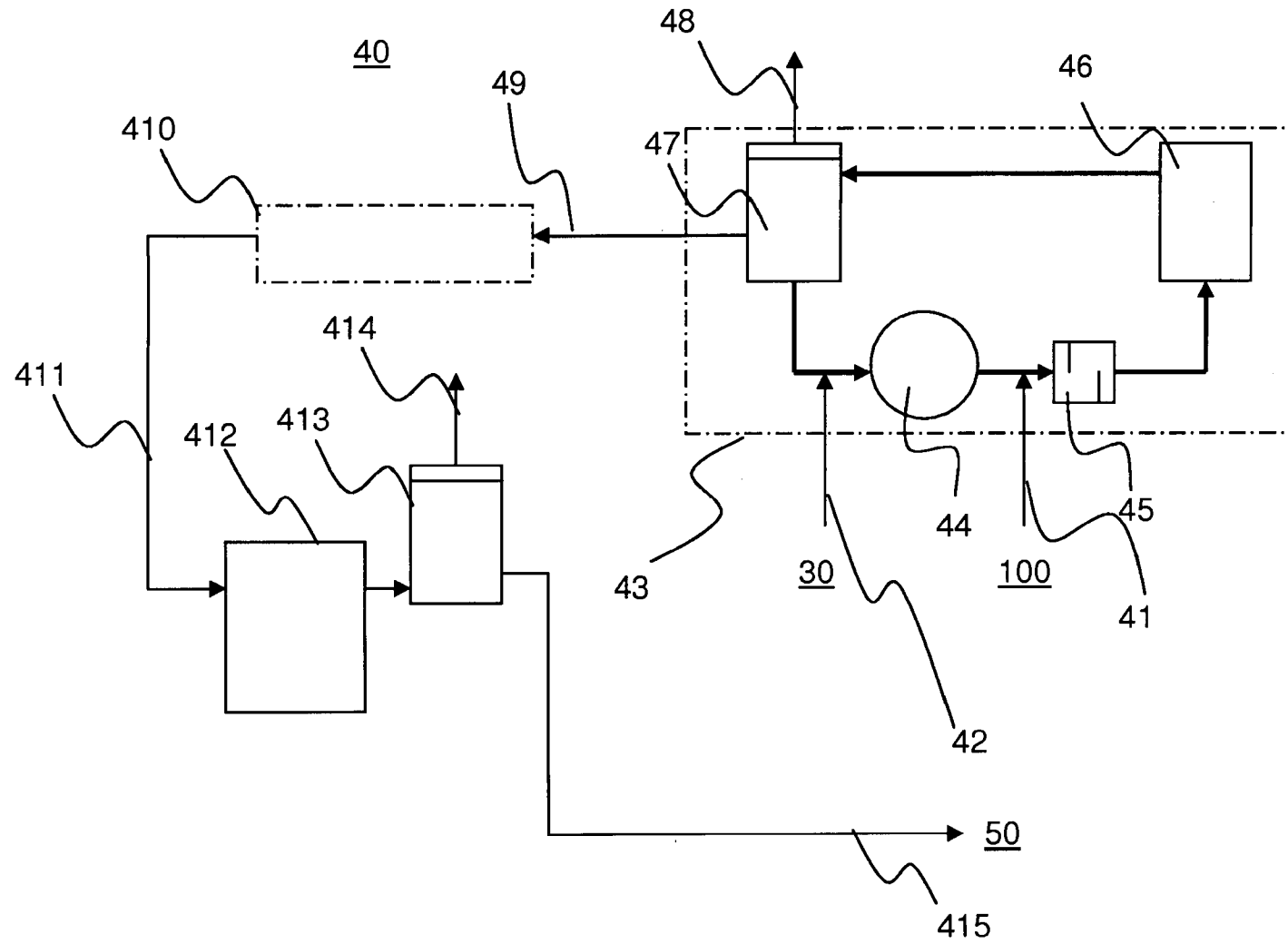


Fig. 5

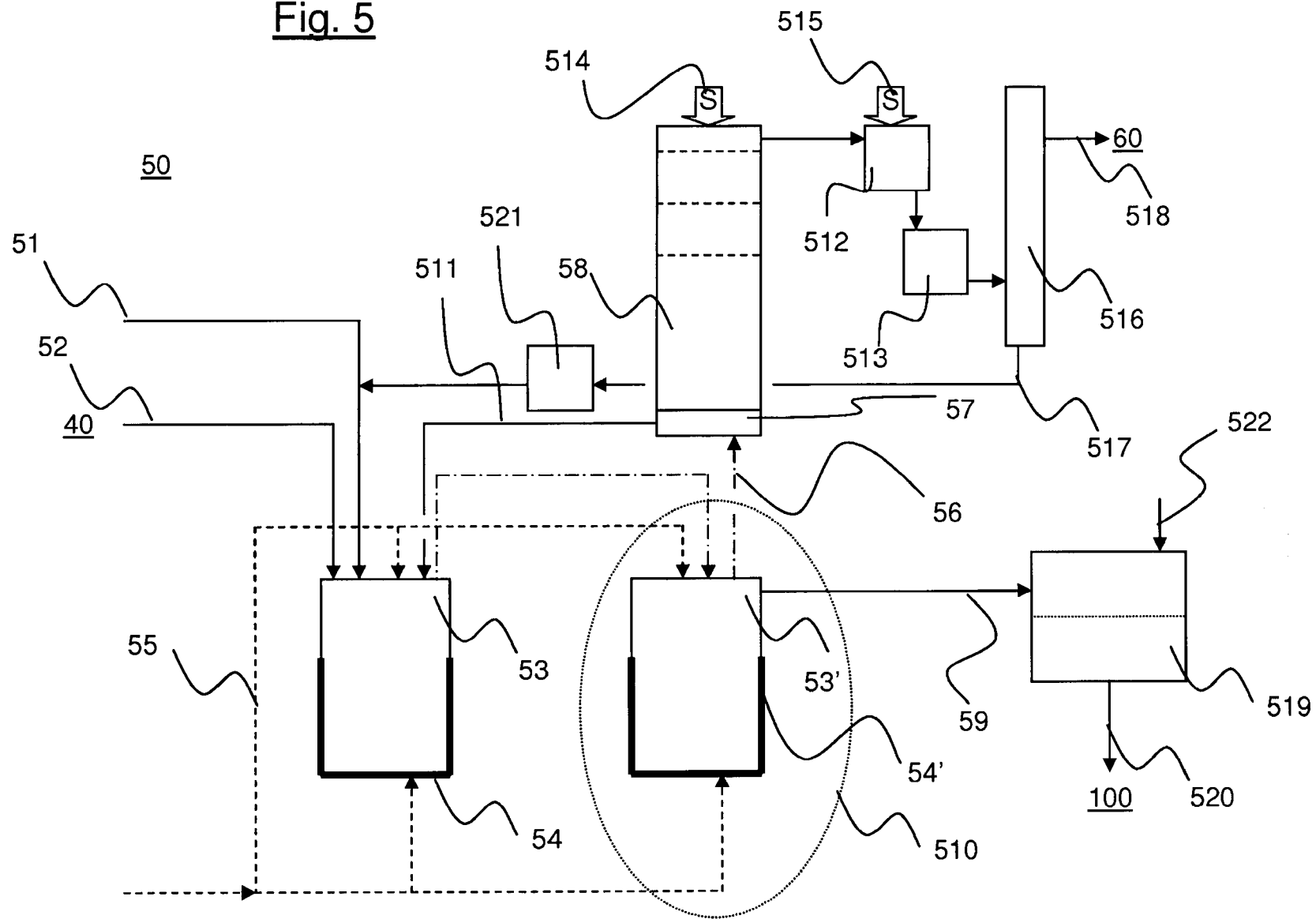


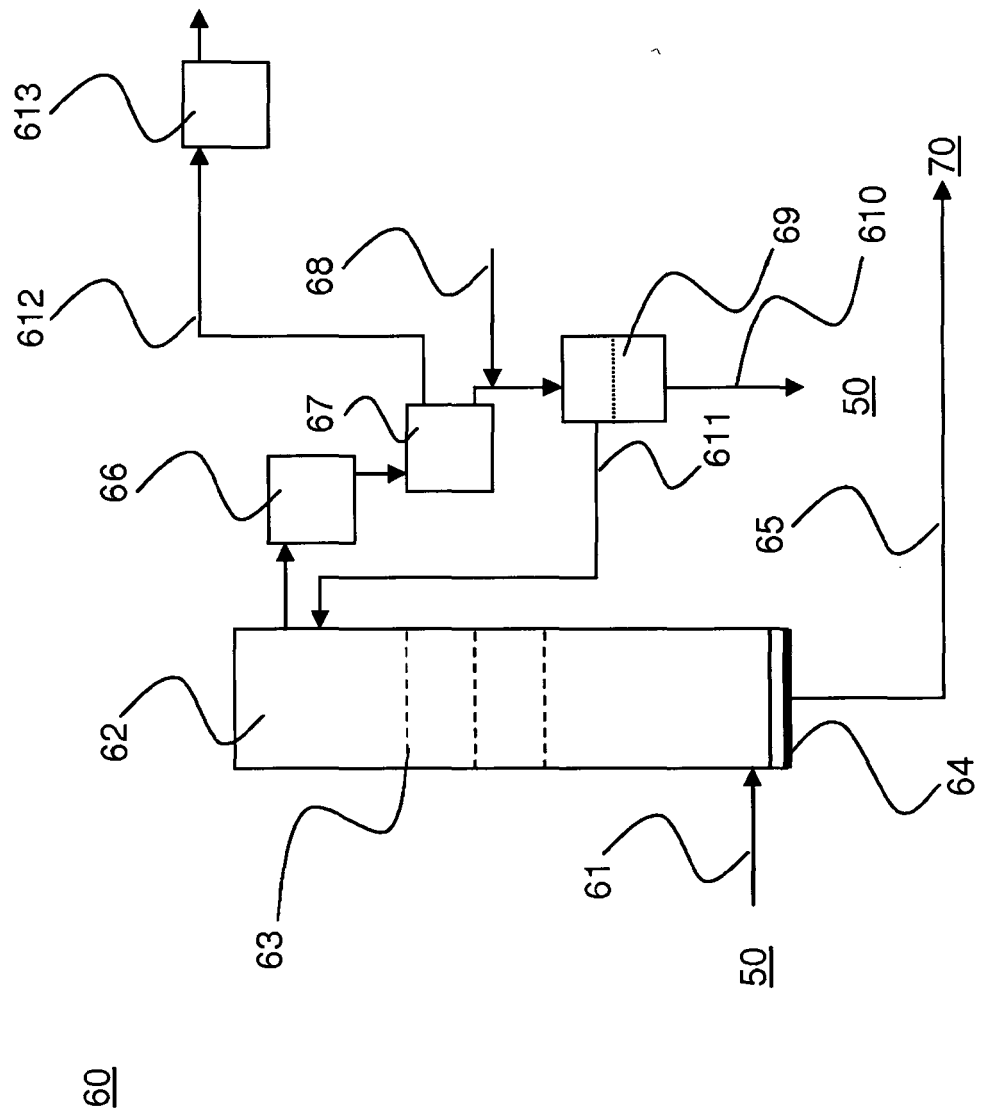
Fig. 6

Fig. 7

