



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

(21) **PI0608378-1 A2**

(22) Data de Depósito: 20/04/2006
(43) Data da Publicação: 16/11/2010
(RPI 2080)



(51) *Int.Cl.:*
B01D 11/02
B01D 9/00

(54) Título: **PROCESSO PARA CONTROLAR UMA COLUNA DE LAVAGEM HIDRÁULICA**

(30) Prioridade Unionista: 21/04/2005 DE 102005018702.1,
21/04/2005 US 60/673,339

(73) Titular(es): BASF AKTIENGESSELLSCHAFT

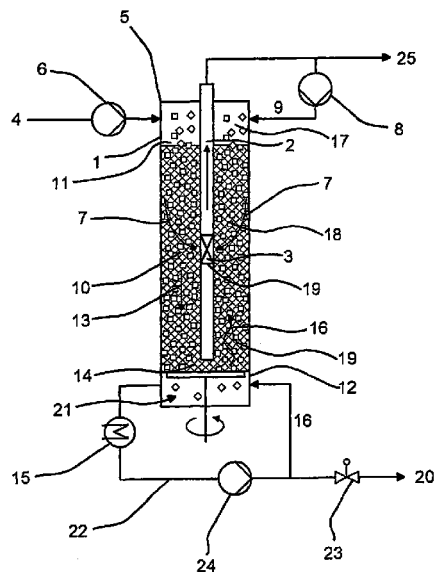
(72) Inventor(es): Jörg Heilek, Klaus Joachim Müller-Engel,
Thomas Walter, Ulrich Hammon

(74) Procurador(es): Momsen, Leonardos & CIA.

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006061714 de 20/04/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2006/111565 de 26/10/2006

(57) Resumo: PROCESSO PARA CONTROLAR UMA COLUNA DE LAVAGEM HIDRÁULICA. É divulgado um método para operar uma coluna de lavagem hidráulica, no qual a posição da frente de lavagem na coluna de lavagem é determinada por meio da vazão do líquido de controle conduzido para dentro da coluna de lavagem e/ou por meio da vazão da suspensão conduzida para dentro da coluna de lavagem, e a vazão é definida com o auxílio da diferença de pressão entre pontos na zona de suspensão localizada a montante da frente de lavagem e pontos na zona que se estende da frente de lavagem até a extremidade do leito de cristais na coluna.



“PROCESSO PARA CONTROLAR UMA COLUNA DE LAVAGEM HIDRÁULICA”

Descrição

A presente invenção está relacionada a um processo para
5 controlar uma coluna de lavagem hidráulica (cf. a Fig. 1, a que as referências
numéricas que se segue e as referências numéricas nas reivindicações estão
relacionadas) a qual possui um casco cilíndrico (1) que delimita a coluna e
dentro do qual um ou mais tubos de filtro (2) se estendem através da coluna,
paralelos ao eixo do cilindro e possuem, na vizinhança da segunda
10 extremidade da coluna, pelo menos um filtro (3) na parede do tubo de filtro
que forma a única conexão entre o interior do tubo de filtro, sob a pressão P1,
e o interior da coluna, na qual

- pelo menos uma corrente de uma suspensão (4) que
compreende cristais de uma substância a ser purificada (para ser removida na
15 pureza máxima) em suspensão em um líquido mãe, é alimentada
continuamente para a primeira extremidade da coluna (5), com uma pressão
P2 (por exemplo, por meio de uma bomba (6)), a qual é maior que P1,

- o líquido mãe (7) é conduzido através dos filtros para dentro
do interior do tubo de filtro e para fora da coluna por meio dos tubos de filtro,

20 - caso apropriado, um líquido de controle é alimentado à
coluna de lavagem na primeira extremidade da coluna e/ou entre esta
extremidade e o início do filtro,

- o líquido mãe e, caso apropriado, o fluxo de líquido de
controle na coluna, formam um leito de cristais (10) da substância a ser
25 purificada, o dito leito de cristais possuindo uma frente de acumulação (11)
que fica voltada para a primeira extremidade da coluna e na qual os cristais da
suspensão introduzida se adicionam continuamente ao leito de cristais,

- o leito de cristais, em virtude da força que resulta da queda
de pressão hidráulica do fluxo do líquido mãe e, caso apropriado, do fluxo do

líquido de controle na coluna, é transportado (13) para além dos filtros, para uma zona de lavagem disposta entre os filtros e a segunda extremidade da coluna de lavagem (12),

- os cristais são removidos (14) continuamente na extremidade oposta à frente de acumulação do leito de cristais,

- os cristais removidos são fundidos (15) e uma parte do fundido é conduzida (16) através do leito de cristais, na forma de uma corrente líquida de lavagem vinda da segunda extremidade da coluna e contra a direção de transporte dos cristais, e

- a posição da frente de acumulação é controlada com o auxílio da vazão do líquido de controle conduzido para dentro da coluna de lavagem e/ou com o auxílio da vazão da suspensão (4) conduzida para dentro da coluna de lavagem.

Em particular, a presente invenção está relacionada ao controle de uma coluna de lavagem hidráulica que é operada para a remoção purificada de cristais de ácido acrílico, da sua suspensão em ácido acrílico contaminado, como descrito nos documentos WO 01/77056, WO 04/35514, WO 03/41833, WO 02/9838, WO 03/41832, DE-A 10036881, WO 02/55469 e WO 03/78378. O designado numericamente neste documento está relacionado sempre às figuras anexadas a este documento.

Neste documento, os termos cilíndrico e tubular deverão ser entendidos de modo a compreender todas as formas (corpos) geométricas cujas seções em corte sejam circulares ou semelhantes a um círculo (como por exemplo, elípticas ou poligonais, como por exemplo, tetrágono, hexágono, ou octógono, regulares).

Neste documento, o termo líquido mãe deverá ser entendido de modo a compreender em particular fundidos compostos da substância a ser purificada e impurezas e/ou ainda soluções da substância a ser purificada e solventes, ou misturas de solventes, e também impurezas. Da mesma forma, o

termo “fundido de cristais removidos como uma corrente de líquido de lavagem” deverá compreender, de preferência, fundidos de cristais removidos mas também soluções saturadas de cristais removidos em solventes, ou misturas de solventes. De forma correspondente, “fusão dos cristais removidos” compreende também “dissolução à saturação de cristais removidos em solventes ou misturas de solventes”. O ácido acrílico, tanto como ele próprio como na forma de seus sais ou seus ésteres, é de importância, em especial para a preparação de polímeros para uma ampla variedade de campos de utilização (como por exemplo, adesivos, superabsorventes, aglutinantes).

O processo de acordo com o preâmbulo deste documento é conhecido (cf., por exemplo, EP-A 097405, WO 03/041832, DE-A 10036881, WO 02/09839, WO 03/041833, WO 01/77056 e WO 03/063997).

O processo segue em geral uma cristalização em suspensão que forma um processo muito efetivo e barato para obter uma elevada pureza para um composto químico desejado (de uma substância química).

Isto é porque na síntese de um composto químico, a substância desejada, tipicamente, não ocorre na forma de um produto puro, mas em vez disso, na forma de parte de uma mistura do composto a qual, em adição à substância desejada, compreende impurezas tais como compostos de partida não-convertidos, solventes, sub-produtos ou isômeros indesejados.

Quando a substância desejada é um composto cristalizável (como por exemplo, ácido acrílico), o qual se acha presente em uma mistura líquida do composto após o processo de síntese, ou pode ser convertida a uma (cf., por exemplo, EP-A 1015411, DE-A 19606877, DE-A 10336386, EP-A 792867, DE-A 10235847, WO 03/078378, WO 02/055469, no caso de ácido acrílico ou ácido metacrílico), a cristalização em suspensão (especialmente da massa fundida) é recomendada como um processo de purificação para a substância desejada que vem a formar um processo muito efetivo e barato

para obtenção de uma elevada pureza para um composto químico desejado.

Isto utiliza o fato de que as impurezas são substancialmente expelidas da rede do cristal no curso do crescimento dos cristais em um líquido, permanecendo as mesmas no líquido mãe. A cristalização em suspensão apresenta a vantagem em relação à cristalização em camadas pelo fato de que ela pode ser conduzida como um processo contínuo. Mais ainda, a pureza dos cristais é muito elevada, devido à sua razão de crescimento comparativamente lenta. A despeito da razão de crescimento ser relativamente lenta, é possível obter, com a cristalização em suspensão, uma alta produção do produto, uma vez que a cristalização é associada com uma grande área de superfície disponível para crescimento, devido ao grande número de cristais em crescimento simultâneo.

Mesmo em um processo de cristalização em um estágio, cristais altamente puros do composto desejado são obtidos deste modo. Em princípio, a cristalização em suspensão pode ser levada a efeito tanto de uma solução como de uma massa fundida.

Uma etapa decisiva que possui uma influência crucial na pureza do produto visado cristalizado é a remoção dos cristais altamente puros do seu líquido mãe, o qual compreende as impurezas em uma forma enriquecida e as frações não-cristalizadas do produto visado, por meio de um processo de separação sólido/líquido.

Para a tarefa de separação acima mencionada, foi encontrado como sendo útil, o uso de colunas de lavagem. Elas compreendem uma parede em geral cilíndrica (casco) a qual delimita uma câmara de processo.

Disposta com freqüência à montante da câmara de processo se encontra uma câmara de distribuição, para dentro da qual a suspensão dos cristais a serem separados na coluna de lavagem é alimentada. No seu percurso da câmara de distribuição para dentro da câmara de processo, a suspensão de cristais fica distribuída de forma substancialmente uniforme

sobre a seção em corte da câmara de processo. Na câmara de processo é obtido um leito de cristais mais denso, em especial pela remoção do líquido mãe, e que é conduzido através da câmara de processo (em colunas com transporte forçado do leito de cristais, este poderá ser tanto de cima para baixo como de baixo para cima). A seção em corte da câmara de processo é normalmente constante ao longo do seu comprimento. O líquido de lavagem conduzido através do leito de cristais, em contra-corrente, é uma massa fundida dos cristais que foram removidos de antemão na coluna (ou uma solução saturada dos mesmos em solvente ou em uma mistura de solventes).

Para a formação de um leito denso (compacto) de cristais na coluna de lavagem, diferentes métodos são empregados na prática. Nas colunas de lavagem que operam por gravidade, a suspensão de cristais é introduzida na coluna pelo topo e o leito de cristais é formado por um processo de sedimentação com somente uma ação de condução pela gravidade. Os processos de separação nessas colunas de lavagem não são providos pelo processo de acordo com a invenção.

As colunas de lavagem com transporte (ou condução) forçada do leito de cristais diferem dessas colunas de lavagem gravimétricas pelo fato de que, na direção da condução (ou direção do transporte) do leito de cristais, atua pelo menos uma força de condução, outra que não a gravidade.

Em princípio, as colunas de lavagem com transporte forçado do leito de cristais, são divididas em, colunas pressurizadas (conhecidas também como colunas de lavagem hidráulicas ou colunas hidráulicas) e em colunas mecânicas.

As colunas de lavagem mecânicas compreendem uma unidade de condução forçada, mecânica, para os cristais. No caso mais simples, esta poderá ser um pistão submerso semipermeável que é permeável para o líquido mãe, mas impermeável para os cristais na suspensão fornecida (cf. a Fig. 3 do WO 03/041832) e que se alterna para gerar a pressão para a compactação e

para conduzir o leito de cristais. Em uma coluna de lavagem mecânica, um leito de cristais pode ser também compactado e conduzido pela remoção do líquido mãe através de filtros e o transporte mecânico dos cristais do filtro para o leito de cristais por um elemento transportador rotativo (como por exemplo, parafusos, agitadores, hélices ou espirais)(cf. a Fig. 4 do WO 03/041832). Os filtros podem ser ainda integrados aos elementos transportadores rotativos. Os processos de separação em colunas de lavagem mecânicas não são proporcionados pelo processo de acordo com a invenção.

Nas colunas de lavagem hidráulicas relevantes para o processo de acordo com a invenção, a suspensão de cristais é conduzida por uma extremidade da coluna de lavagem para dentro da coluna cilíndrica de lavagem, sob pressão (como por exemplo, pelas bombas (6), de acordo com a Fig. 1, ou por uma altura hidrostática). Em paralelo ao eixo do cilindro, pelo menos um tubo de filtro ((2) na Fig. 1) se estende através da coluna e possui, apontado na direção oposta da alimentação da suspensão de cristais, pelo menos um filtro ((3) na Fig. 1), que forma a única conexão direta entre o interior do tubo de filtro, sob uma pressão P_1 , e a parte interna da coluna.

Tipicamente, os tubos de filtro se projetam para dentro da zona de lavagem, mas não são mais perfurados nessa região da coluna de lavagem (cf., por exemplo, WO 01/77056, WO 03/41833 e WO 03/41832). Esta parte dos tubos de filtro é referida também como deslocador do tubo de filtro.

O fluxo de líquido imposto pela pressão de alimentação da coluna, $P_2 > P_1$, gera uma compactação dos cristais para formar um leito de cristais e a condução dos mesmos. O líquido mãe flui através dos filtros para fora da coluna de lavagem (para além dos filtros, a pressão poderá ser a pressão padrão, uma pressão reduzida ou uma pressão superatmosférica). O leito de cristais possui uma, assim denominada, frente de acumulação ((11) na Fig. 1) na qual os cristais da suspensão de cristais introduzida vão se adicionando continuamente. A frente de acumulação caracteriza assim a

transição da suspensão para o leito de cristais, e é indicada por um aumento relativamente abrupto no conteúdo de cristais na suspensão. Ela separa a zona de suspensão ((17) na Fig. 1) do leito de cristais. Em muitos casos, a frente de acumulação é referida também como frente de filtração.

5 Na extremidade oposta do leito de cristais, em relação à frente de acumulação, os cristais lavados são continuamente removidos ((14) na Fig. 1). Isto poderá ser levado a efeito, por exemplo, por meio de um tipo de rotor de lâmina ou com o auxílio de raspadores, que removem os cristais continuamente do leito de cristais. A remoção contínua dos cristais poderá ser
10 levada a efeito também como descrito no WO 03/063997. Ali, um impulso apropriado na massa fundida de lavagem dá origem a uma contínua desintegração dos cristais do leito de cristais. A adição contínua dos cristais à frente de acumulação, por um lado, e a contínua remoção dos cristais lavados na extremidade oposta do leito de cristais, em relação à frente de acumulação,
15 por outro lado, define a direção do transporte do leito de cristais (ela poderá ser tanto do topo para baixo como de baixo para cima). Os cristais removidos do leito de cristais, de preferência após eles terem sido novamente suspensos na massa fundida pura (ou em solventes ou misturas de solventes), são fundidos por transferência de calor (ou dissolvidos, de preferência de modo a produzir uma saturação). Uma parte da massa fundida
20 (da massa fundida pura) é removida na forma de uma corrente de produto puro ((20) na Fig. 1) e outra parte da massa fundida pura é reciclada (forçada de retorno) para a câmara de processo, na forma de líquido de lavagem, no sentido contrário à direção do transporte do leito de cristais, na sua
25 extremidade voltada para longe da frente de acumulação. Tipicamente, o líquido de lavagem se encontra no ponto de fusão. É dada preferência a levar a efeito a resuspensão em uma câmara separada (a câmara de suspensão) contígua ao leito de cristais (tipicamente não incluída na coluna de lavagem), para dentro da qual, por exemplo, o rotor de lâminas introduz os cristais

removidos ((21) na Fig. 1). Esta suspensão é então, apropriadamente, conduzida em um circuito de massa fundida ((22) na Fig. 1), através de um condutor de calor ((15) na Fig. 1), por meio do qual, o calor requerido para fundir os cristais, é introduzido por uma rota indireta. Com frequência de 70 a 80 % em peso, e em casos favoráveis (por exemplo, na eventualidade de uma marcante recristalização na zona de lavagem) até mesmo de > 80 até 100 % em peso, dos cristais fundidos, são removidos na forma de produto puro ((20) na Fig. 1) do circuito de massa fundida. A quantidade retirada de produto puro é ajustada, de forma apropriada, por meio de uma válvula reguladora de produto ((23) na Fig. 1). A condução no circuito de massa fundida é levada a efeito vantajosamente, com uma bomba de circulação ((24) na Fig. 1). A razão de circulação no circuito de massa fundida é vantajosamente de 2 a 30 m³/h, usualmente de 5 a 20 m³/h, por m³ de cristais purificados removidos (calculado na forma de fundido). Em outras palavras, a resuspensão apresenta um baixo conteúdo de cristais, favorável em termos de desempenho e que promove a condução dos mesmos.

O quanto de massa fundida pura penetra do circuito de massa fundida, na forma de massa fundida de lavagem, para dentro da coluna de lavagem, é controlada apropriadamente por meio da pressão no circuito de massa fundida (câmara de suspensão) (isto é determinado indiretamente por meio do ajuste da válvula de regulação do produto). Em geral, esta é uma parte da quantidade de cristais removida.

No entanto, a fusão dos cristais removidos pode ser levada a efeito também diretamente dentro da coluna de lavagem (como por exemplo, por meio de aparelhos apropriadamente instalados para aquecimento na extremidade da câmara de processo voltada na direção oposta à frente de acumulação). Neste caso, somente uma parte da massa fundida gerada é retirada da coluna. A outra parte ascende na forma de massa fundida de lavagem, por dentro da coluna de lavagem hidráulica.

Como resultado da condução dessa massa fundida pura, no sentido contrário à direção da condução do leito de cristais, o leito de cristais, o qual foi impregnado com o líquido mãe em particular, é praticamente forçado para dentro da massa fundida pura (e vice versa), e o líquido mãe no leito de cristais é, essencialmente, simplesmente forçado de volta pela massa fundida pura (“para formar uma separação de fases substancialmente estável entre a massa fundida pura e o líquido mãe”).

Em um estado estável (em operação), o resultado desse processo, a uma altura definida no leito de cristais (disposta entre o filtro e a remoção dos cristais), é uma frente de lavagem (“separação de fases”) que é definida como aquele ponto no leito de cristais onde ocorrem a temperatura e os gradientes de concentração mais elevados (dentro da frente de lavagem, a transição de fases é efetivamente de massa fundida pura para líquido mãe (ou mistura de líquido mãe e líquido de controle); na frente de lavagem, a temperatura praticamente salta da temperatura do líquido mãe para a temperatura mais elevada da massa fundida pura; acima e abaixo da frente de lavagem, as temperaturas são substancialmente constantes). Uma vez que a massa fundida pura e o líquido mãe (conforme já estabelecido), expresso em termos brutos, colidem um com o outro na frente de lavagem, existe também um salto na concentração das impurezas indesejáveis, na altura da frente de lavagem, da concentração no líquido mãe para a concentração na massa fundida pura. A região da frente de lavagem até a frente de acumulação é referida como zona de líquido mãe, e a região da frente de lavagem até a extremidade do leito de cristais voltada para longe da frente de lavagem, é referida como zona de massa fundida pura.

Uma vez que a temperatura de cristalização na suspensão contaminada é abaixo do ponto de fusão do produto puro, existe também uma temperatura de equalização dos cristais frios com a massa fundida de lavagem, na região da frente de lavagem, onde a massa fundida de lavagem

recristaliza parcial ou totalmente. Isto recupera pelo menos uma parte da massa fundida de lavagem. A outra parte deixa a coluna de lavagem juntamente com o líquido mãe removido através dos filtros e pode ser, por exemplo, reciclada para a recuperação da mistura de compostos líquidos a ser purificada, ou purificada adicionalmente ((25) na Fig. 1) e/ou, caso apropriado, usada pelo menos parcialmente como líquido de controle o qual é ainda para ser descrito abaixo ((9) na Fig. 1).

Quanto mais a temperatura de cristalização no líquido mãe é abaixo da temperatura da massa fundida do produto puro (ou a temperatura de saturação da solução de lavagem), mais marcada a recristalização descrita da massa fundida de lavagem (diferenças de temperatura típicas de 5 a 15 K). Quando a recristalização é quantitativa, 100 % dos cristais fundidos podem ser removidos como produto puro do já descrito circuito de massa fundida ((22) na Fig. 1).

A seção em corte da câmara de processo de uma coluna de lavagem hidráulica poderá ser circular, oval ou angular (como por exemplo, poligonal regular).

Para obter uma adequada ação de purificação na zona de lavagem (a parte do leito de cristais que começa na remoção dos cristais e se estende para cima até o início do filtro), a frente de lavagem precisa estar posicionada a uma determinada altura mínima acima da remoção dos cristais. De uma maneira similar, a frente de acumulação precisa estar bem posicionada também, com a finalidade de assegurar uma operação efetiva da coluna de lavagem hidráulica.

Uma vez que o leito de cristais é transportado pela força resultante da queda de pressão do fluxo hidráulico do líquido mãe (ou líquido mãe e líquido de controle) passados os filtros e para dentro da zona de lavagem além dos filtros, é energeticamente desfavorável para a operação de uma coluna de lavagem hidráulica quando a zona de concentração (a região

do leito de cristais da frente de acumulação até o início da zona de lavagem) é muito alongada. Com aumento do comprimento da zona de concentração, aumenta o atrito e a queda de pressão do fluxo associada. Inversamente, um comprimento insuficiente da zona de concentração é desvantajoso pelo fato de
5 que ele poderá ser insuficiente para formar um leito de cristais adequadamente compactado. Além disso, uma queda de pressão no fluxo excessivamente baixa é incapaz de transportar, de forma totalmente satisfatória, o leito de cristais.

Para assegurar a operação estável de uma coluna de lavagem
10 hidráulica, i.e., para assegurar uma produção espaço-tempo definida com uma ação de purificação constantemente boa, uma constante compensação dos fatores externos disruptivos que têm efeito na posição da frente de lavagem e na frente de acumulação, é requerida. Esses fatores disruptivos podem ser, por exemplo, variações na vazão da suspensão, alterações no conteúdo de cristais
15 na suspensão, variações na distribuição de tamanho dos cristais ou ainda variações na mistura do produto do processo de síntese alimentado ao cristalizador.

A posição da frente de lavagem é controlada, tipicamente, pelo estabelecimento da quantidade de massa fundida de lavagem. Isto pode ser
20 feito, por exemplo, como descrito nos documentos DE-A 10036881 e WO 02/09839.

Uma vez que a posição da frente de acumulação e da frente de filtração é influenciada pelas condições hidráulicas (elas determinam a razão de avanço do leito de cristais) na coluna de lavagem, uma possibilidade, de
25 acordo com os ensinamentos da DE-A 10036881 e do WO 02/09839, é influenciar a queda da pressão hidráulica e portanto influenciar a força de avanço na coluna de lavagem bombeando de volta uma parte do líquido mãe removida por meio dos filtros (e caso apropriado a massa fundida de lavagem, e também caso apropriado o líquido de controle), como líquido de controle

((9) na Fig. 1), para dentro da coluna de lavagem, na extremidade oposta à da remoção de cristal e/ou entre esta extremidade e o início do filtro (caso apropriado, o líquido de controle é bombeado para dentro simultaneamente em vários pontos). A vazão do líquido de controle a ser reciclado é ajustada, de forma apropriada, por meio de uma correspondente bomba de controle da corrente ((8) na Fig. 1), como por exemplo, alterando a velocidade de rotação e/ou com uma válvula de regulação adicional. No entanto, os líquidos de controle úteis são, em princípio, também massas fundidas ou soluções (as quais são de preferência saturadas com a substância a ser purificada) que compreendem a substância a ser purificada e são diferentes do líquido mãe, ou idênticas ao líquido mãe, que podem ser retiradas de fontes externas (i.e., não retiradas da coluna de lavagem propriamente dita) (como por exemplo, do cristalizador e/ou de outros estágios do processo no curso da preparação da substância a ser purificada). Deve ser observado que os líquidos de controle usados poderão ser também misturas dos tipos de líquidos de controle indicados acima e abaixo. Em vez de por meio de uma bomba, o líquido de controle poderá ser forçado para dentro da coluna de lavagem pela altura hidrostática. É possível também, naturalmente, combinar ambas as variantes de alimentação. Por exemplo, o líquido de controle usado poderá ser o líquido mãe que é retirado diretamente do cristalizador usado para preparar a corrente em suspensão ((4) na Fig. 1) ou a suspensão ali disposta. O líquido de controle não possui, de preferência, uma pureza mais elevada que o líquido mãe, com a finalidade de, substancialmente, evitar uma recristalização na zona de concentração. Em outras palavras, a massa fundida de partida usada para a cristalização da suspensão propriamente dita é útil também como líquido de controle. Outros líquidos de controle úteis são os líquidos nos quais a substância a ser purificada é, em primeiro lugar, muito pouco solúvel ou até inteiramente insolúvel e a qual, em segundo lugar, possui um ponto de solidificação que é abaixo da temperatura da suspensão dos cristais

alimentada à coluna de lavagem. Quando, por exemplo, em uma operação contínua, o leito de cristais ascende na coluna de lavagem hidráulica de acordo com a Figura 1 (a frente de acumulação se move para cima), a vazão do líquido de controle (e com ela a queda de pressão do fluxo hidráulico do líquido mãe e o líquido da corrente de controle na coluna de lavagem) aumenta, e, na eventualidade de um leito de cristais descendente, ele é reduzido. A alteração na vazão do líquido de controle pode ser conduzida de acordo com uma característica definida, como por exemplo, uma alteração linear na quantidade da vazão com o tempo. De modo alternativo, ou em adição, a vazão da suspensão (4) propriamente dita pode ser, de forma correspondente, aumentada ou reduzida, para controlar a posição da frente de acumulação.

Quando o líquido de controle é forçado para dentro da coluna, entre a extremidade oposta da coluna, em relação à remoção dos cristais, e o início do filtro, em vários pontos (em várias alturas) (isto normalmente deve ser feito com diferentes pressões; de modo apropriado, estas podem ser estabelecidas por meio de válvulas e correspondem às pressões existentes nos pontos de alimentação particulares da coluna de lavagem, ou ligeiramente acima delas) (ao mesmo tempo, os líquidos de controle forçados para dentro da coluna de lavagem podem possuir também diferentes composições químicas; eles são de preferência quimicamente idênticos), um aumento ou diminuição na quantidade da corrente de controle (total) pode ser levado a efeito de tal modo que a contribuição de cada corrente de líquido de controle individual é aumentada ou reduzida. Vantajosamente, o aumento ou a diminuição acima mencionado é efetuado de tal modo que a relação dos volumes da corrente de controle alimentados por unidade de tempo, em diferentes pontos, um em relação ao outro, permanece constante. Deve ser observado que as correntes de líquido de controle podem compreender também a “correntes em branco”. Estas são correntes de líquido de controle

cuja magnitude é mantida estável, independente do comportamento da frente de acumulação. Elas formam essencialmente uma contribuição base para o controle. De preferência somente uma corrente de controle será usada, e deverá ser, de preferência, forçada (bombeada) (com a pressão P2) para dentro da coluna de lavagem (para dentro da zona de suspensão) na extremidade oposta à da remoção dos cristais. De modo vantajoso, essa corrente de controle consiste exclusivamente do líquido conduzido para fora da coluna de lavagem através dos tubos de filtro ((9) na Fig. 1) sendo conduzida apropriadamente (bombeada) para dentro da coluna de lavagem por meio da bomba de controle S ((8) na Fig. 1).

No entanto, em princípio, a corrente de líquido de controle pode ser alimentada também para dentro da coluna de lavagem alimentando a corrente de líquido de controle, como por exemplo, a montante e/ou a jusante da bomba (6), na corrente de suspensão (4) para ser alimentada à coluna de lavagem.

Para monitorar a posição da frente de acumulação, ambos, o WO 02/09839 e a DE-A 10036881, recomendam a detecção ótica da posição. No entanto, uma desvantagem da detecção ótica da posição é que, pelo menos no ponto de detecção, o casco cilíndrico da coluna de lavagem deve consistir de um material transparente (vidro, por exemplo). Entretanto, o casco da câmara de processo de uma coluna de lavagem hidráulica é de preferência (cf., por exemplo, o WO 03/041832) fabricado de metal. Embora seja possível, em princípio, instalar janelas transparentes em uma parede de metal, a fabricação com vedação à pressão (como é requerido no caso de colunas de lavagem hidráulicas) não é simples, em termos de engenharia, e seu uso, especialmente no caso de substâncias perigosas, não é sem controvérsias em termos de segurança. Mais ainda, o monitoramento de pontos através de janelas com vista restrita não é totalmente satisfatório. Em vez disso, o que é desejado é uma variante de monitoramento que venha a capturar (vistas) todo

o comprimento da zona de concentração. Além disso, os sensores óticos são comparativamente mais caros.

5 Era um objeto da presente invenção proporcionar um processo melhorado para regular a posição da frente de acumulação dentro de uma coluna de lavagem hidráulica, no qual a vazão do líquido de controle e/ou da suspensão a ser conduzida para a coluna de lavagem hidráulica em um momento particular é determinada com o uso de um parâmetro mais vantajoso que aquele da tecnologia precedente.

10 Em consequência, foi encontrado um processo para controlar uma coluna de lavagem hidráulica que possua um casco cilíndrico (1) que delimita a coluna e dentro do qual um ou mais tubos de filtro (2) se estendem através da coluna, em paralelo ao eixo do cilindro e possuem, na vizinhança da segunda extremidade da coluna, pelo menos um filtro (3) na parede do tubo de filtro, o qual forma a única conexão direta entre o interior do tubo de
15 filtro, sob a pressão P1, e o interior da coluna, na qual

- pelo menos uma corrente de uma suspensão (4) que compreende cristais de uma substância a ser purificada em suspensão em um líquido mãe, é alimentada continuamente para dentro da primeira extremidade da coluna (5), com uma pressão P2 (por exemplo, por meio de uma bomba
20 (6)), a qual é maior que P1,

- o líquido mãe (7), é conduzido através dos filtros para dentro do interior do tubo de filtro e para fora da coluna por meio dos tubos de filtro,

- caso apropriado, um líquido de controle (9) é alimentado à coluna de lavagem na primeira extremidade da coluna e/ou entre esta
25 extremidade e o início do filtro,

- o líquido mãe e, caso apropriado, o fluxo de líquido de controle na coluna, formam um leito de cristais (10) da substância a ser purificada, o dito leito de cristais possuindo uma frente de acumulação (11) que fica voltada para a primeira extremidade da coluna e na qual os cristais da

suspensão introduzida se adicionam continuamente ao leito de cristais,

- o leito de cristais, em virtude da força que resulta da queda de pressão hidráulica do fluxo do líquido mãe e, caso apropriado, do fluxo do líquido de controle na coluna, é transportado (13) para além dos filtros, para uma zona de lavagem disposta entre os filtros e a segunda extremidade da coluna de lavagem (12),

- os cristais são removidos (14) continuamente na extremidade oposta à frente de acumulação do leito de cristais,

- os cristais removidos são fundidos (15) e uma parte da massa fundida é conduzida (16) através do leito de cristais, na forma de uma corrente líquida de lavagem vinda da segunda extremidade da coluna e contra a direção de transporte dos cristais, e

- a posição da frente de acumulação é controlada com o auxílio da vazão do líquido de controle conduzido para dentro da coluna de lavagem e/ou com o auxílio da vazão da suspensão (4) conduzida para dentro da coluna de lavagem,

onde

as vazões do líquido de controle e/ou da suspensão (4), conduzidos para dentro da coluna de lavagem, são determinadas (reguladas) com o uso (emprego) de pelo menos uma diferença de pressão ΔP_{SK} que existe na coluna entre pelo menos um ponto na zona de suspensão, disposto na frente da frente de acumulação (17) e pelo menos um ponto na zona que se projeta da frente de acumulação até a extremidade do leito de cristais (de preferência na zona de concentração (18), que se projeta até o início da zona de lavagem (19), do leito de cristais).

De preferência, de acordo com a invenção, as diferenças de pressão ΔP_{SK} são empregadas para determinar a vazão do líquido de controle e/ou da suspensão (4) conduzidos para dentro da coluna de lavagem, nas suas formas ΔP_{SKB} ajustadas em relação às diferenças de pressão hidrostática.

As bases para o processo de acordo com a invenção são as condições de pressão que foram ajustadas segundo a pressão hidrostática e que estão mostradas esquematicamente na Fig. 2 para uma coluna de lavagem hidráulica. Nesta figura, as indicações numéricas são definidas como se segue:

1 = meio (por exemplo, rotor com lâminas) para remover continuamente os cristais do leito de cristais

2 = leito de cristais

3 = zona de suspensão

10 4 = frente de acumulação

5 = tubo de filtro

6 = pressão, ajustada segundo a pressão hidrostática, dentro da coluna de lavagem hidráulica, como uma função do seu comprimento

A frase “pressão ajustada segundo a pressão hidráulica” significa a pressão existente em um determinado ponto na coluna de lavagem hidráulica menos a pressão “hidrostática” existente nesse ponto. Para simplificação lingüística, essa pressão será referida neste documento como “pressão ajustada” P. O termo pressão hidrostática significa a pressão exercida pela coluna disposta acima desse ponto.

20 Dentro da zona de suspensão, a pressão ajustada é substancialmente constante e se acha no nível de pressão de acionamento P2. Em seguida ela cai progressivamente além da frente de acumulação, dentro do leito de cristais (dentro da zona de concentração), para baixo até a altura do filtro.

25 Na altura da remoção dos cristais, a pressão ajustada se acha no nível da pressão de lavagem. Essa é a pressão com a qual a massa fundida de lavagem é reciclada para dentro da coluna de lavagem. Essa pressão decresce igualmente dentro da zona de lavagem (com freqüência de forma aproximadamente linear). A pressão de acionamento e a pressão de lavagem

ficam em uma relação fixa, uma em relação à outra, dependendo do atrito.

Como a diferença é agora determinada entre a pressão ajustada de um ponto dentro da zona de suspensão e a pressão ajustada de um ponto dentro da zona que se projeta da frente de acumulação até a extremidade do leito de cristais (de preferência dentro da zona de concentração), essa diferença de pressão ΔP_{SKB} é uma medida do estado de operação imediato da coluna de lavagem e pode ser empregada de uma maneira vantajosa para determinar as vazões do líquido de controle e/ou da suspensão a serem conduzidas dentro da coluna de lavagem.

No caso de valores grandes para ΔP_{SKB} , como ocorre com frequência na prática por motivos de uma produção no espaço e no tempo máxima, e produções da coluna resultantes e pressões de acionamento máximas, a fração resultante da diferença de pressão hidrostática no valor ΔP_{SK} não ajustado que acompanha um valor ΔP_{SKB} é pequena e negociável dentro da precisão da regulação requerida e desejada.

Nesses casos, é possível também empregar para o processo de acordo com a invenção, valores de ΔP_{SK} diretos na sua forma não ajustada em relação à diferença de pressão hidrostática (pela pressão hidrostática diferencial) para determinar as vazões do líquido de controle e/ou da suspensão (4) a serem conduzidas na coluna de lavagem.

No entanto, é dada preferência, de acordo com a invenção, especialmente no contexto da regulação das vazões do líquido de controle e/ou da suspensão (4) a serem alimentados à coluna de lavagem com uma precisão aumentada, empregar os valores ΔP_{SK} ajustados em relação à pressão diferencial hidrostática, i.e., os valores ΔP_{SKB} , para essa determinação.

Nas observações que se seguem, ΔP_{SK} representa portanto “ ΔP_{SK} ” e “ ΔP_{SKB} ”, a menos que de outra forma estabelecido. Em outras palavras, qualquer coisa estabelecida abaixo para aplicação de ΔP_{SK} se aplica também ao ΔP_{SKB} correspondente.

De preferência, de acordo com a invenção, todos os pontos de referência ficam dentro da zona que se projeta da frente de acumulação até a extremidade do leito de cristais e que são empregados para determinar um ΔP_{SK} ficam dispostos na região entre a remoção dos cristais e o ponto de
5 alimentação seguinte de uma corrente de controle após a remoção dos cristais que não seja uma corrente em branco. De modo apropriado, de acordo com a invenção, esse ponto de alimentação seguinte fica separado do início do filtro por pelo menos um quinto, de preferência pelo menos um quarto, e mais preferido pelo menos um terço, do comprimento da zona de concentração
10 (visto da frente de acumulação).

Quando a posição da frente de acumulação muda dentro da coluna de lavagem, devido a uma perturbação, o valor de ΔP_{SK} se altera (desde que a posição dos dois pontos de medição dentro da coluna de lavagem permaneça retida). Quando a frente de acumulação na Figura 2 começa a se
15 mover para baixo, o ΔP_{SK} se torna menor. Este é o sinal para reduzir a vazão do líquido de controle e/ou aumentar a da corrente da suspensão (4). Quando a frente de acumulação na Figura 2 começa a se mover para cima, o ΔP_{SK} se torna maior. Este é o sinal para aumentar a vazão do líquido de controle e/ou reduzir a da corrente da suspensão (4).

20 Experimentalmente, o ΔP_{SK} pode ser derivado de uma maneira simples proporcionando duas perfurações abertas (posicionadas na circunferência da coluna de lavagem e de preferência uma sobre a outra, i.e., identicamente) no casco cilíndrico. Uma das duas perfurações fica disposta a uma altura da zona de suspensão (como por exemplo, (8) na Fig. 2) e a outra
25 das duas perfurações fica disposta, por exemplo, a uma altura na zona de concentração (como por exemplo, (7) na Fig. 2) ou geralmente a uma altura dentro da zona que se projeta da frente de acumulação até a extremidade do leito de cristais. As linhas que se fixam às perfurações abertas levam, em cada caso, a uma cabeça de medição que determina diretamente a diferença de

pressão que existe entre as duas perfurações e geralmente converte essa medição para outro sinal, como por exemplo, para um sinal elétrico.

Quando as duas linhas na cabeça de medição são levadas a uma e mesma altura, a diferença de pressão detectada na cabeça de medição normalmente não compreende mais a diferença de pressão hidrostática existente entre as duas perfurações, i.e., ela é ajustada automaticamente pela última, como resultado do processo de medição empregado. Neste caso, a medição compreende diretamente ΔP_{SKB} . Deve ser observado que cada linha pode ser conduzida também a uma cabeça de medição separada designada para ela. Quando as cabeças de medição ficam dispostas na mesma altura, o ΔP_{SKB} relevante resulta da formação simples da diferença das pressões detectadas nas cabeças de medição. De uma maneira particularmente simples, o ΔP_{SKB} pode ser determinado com o auxílio de uma membrana de medição de diferença de pressão. Uma das duas linhas termina no lado esquerdo da membrana e a outra das duas linhas termina no lado direito da membrana. A cabeça de medição que compreende a membrana indica diretamente o ΔP_{SKB} .

As duas linhas são, de preferência, cheias com um líquido, de tal modo que elas não venham a entupir. Esses líquidos úteis são, por exemplo, o líquido mãe e a massa fundida pura. No caso de uma suspensão de cristais solúveis em água (como por exemplo, cristais de ácido acrílico), é apropriado também o uso de água, como ela própria, como líquido de enchimento. Em primeiro lugar, a água, diferente do ácido acrílico, não possui qualquer tendência a polimerizar via radicais livres, e a água possui uma marcante capacidade de dissolução para os cristais de ácido acrílico que crescem nas perfurações abertas. A água compreende também, de preferência, uma pequena quantidade dissolvida de inibidor de polimerização (como por exemplo, fenotiazona, monometil éter de hidroquinona, p-nitrosfenol, hidroquinona, nitrosodietil anilina, 4-hidroxi-2,2,6,6-tetrametil piperidina N-óxido e/ou 4-oxo-2,2,6,6-tetrametil piperidina N-óxido). De modo apropriado,

o enchimento aquoso das linhas é substituído de tempos em tempos, ou continuamente durante uma operação contínua da coluna de lavagem. De modo vantajoso, a perfuração em particular termina com um acabamento polido, com a finalidade de não formar resistências ao transporte do leito de cristais.

O diâmetro do orifício de entrada dessas perfurações abertas é, visto do interior da coluna, para a finalidade de medição do ΔP_{SK} , apropriadamente, de um ponto de vista de aplicação, ≤ 5 mm, com frequência ≤ 3 mm e em geral $\geq 0,1$ mm. De modo apropriado, de um ponto de vista de aplicação, um diâmetro da perfuração que se estreita continuamente, ou em etapas, através da parede e no sentido do interior da coluna, pode ser empregado.

De preferência, de acordo com a invenção, uma perfuração aberta ao longo da zona de concentração, com base no comprimento total da mesma, fica disposta a pelo menos um terço do comprimento, e sendo mais preferido a pelo menos dois terços do comprimento, e do modo mais preferido, a pelo menos três quartos do comprimento, para além da frente de acumulação. Deve ser observado que a perfuração aberta ao longo da zona de concentração poderá ficar disposta também na altura do filtro. O posicionamento do ponto de referência ΔP_{SK} não disposto na zona de suspensão, dentro da zona de lavagem, é menos preferido, de acordo com a invenção.

Naturalmente, a diferença de pressão hidrostática pode ser determinada também por cálculo (as densidades de massa são conhecidas) e subtraída da diferença de pressão medida ΔP_{SK} (como por exemplo, quando as linhas são conduzidas das perfurações abertas para cabeças de medição dispostas em alturas diferentes).

Deve ser observado que poderá ser proporcionada também uma pluralidade de perfurações abertas, em uma altura igual, ao longo da

zona de concentração (ou geralmente ao longo da zona que se projeta da frente de acumulação até a extremidade do leito de cristais), distribuída ao redor da circunferência da coluna de lavagem hidráulica (sendo de preferência, de modo uniforme). Deste modo, uma pluralidade de diferenças de pressão ΔP_{SK} pode ser determinada simultaneamente e utilizada para determinação (regulagem) da vazão do líquido de controle e/ou da corrente da suspensão (4).

Vantajosamente, de acordo com a invenção, a vazão do líquido de controle conduzido ou bombeado de volta para a coluna de lavagem e/ou a vazão da corrente da suspensão (4), conduzida para dentro da coluna de lavagem, são determinadas com o uso da relação V das duas diferenças de pressão $(\Delta P_{SK})^1$ e $(\Delta P_{SK})^2$ (as quais tenham sido, ambas, de preferência, ajustadas em relação às diferenças de pressão hidrostática, particulares, que acompanham), cujos pontos de referência particulares na zona de concentração (ou em geral na zona que se projeta da frente de acumulação até a extremidade do leito de cristais) estão em alturas diferentes. Seus pontos de referência particulares na zona de suspensão ficam dispostos, de preferência, na mesma altura. No entanto, estes poderão, em princípio, assumir também posições em alturas diferentes. É possível também para um e o mesmo ponto de referência na zona de suspensão ser usado para ambas as diferenças de pressão.

Em um estado de operação estável, essa relação V deverá ter um valor > 0 (o valor 0 corresponde a um comprimento de leito de cristais que tende a desaparecer) e < 1 (o valor 1 corresponde a um comprimento ilimitado do leito de cristais), com frequência $\geq 0,1$ (ou $\geq 0,2$) e $\leq 0,8$. Isto é especialmente verdadeira quando os dois pontos de referência que não ficam dentro da zona de suspensão ficam dentro da zona de concentração.

Quando a posição da frente de acumulação muda, o valor de V se altera também e induz uma mudança na vazão do líquido de controle e/ou

da suspensão (4). Quando a frente de acumulação na Figura 1 migra para cima, V cresce e induz um aumento na vazão da alimentação de líquido de controle e/ou uma diminuição na vazão da alimentação de suspensão (4). Quando a frente de acumulação na Figura 1 migra para baixo, V cai e induz uma diminuição na vazão do líquido de controle e/ou um aumento na vazão da alimentação de suspensão (4).

A vantagem do uso de V como um indicador de uma alteração na posição da frente de acumulação é que causa outra que não uma mudança na posição da frente de acumulação (como por exemplo, uma quantidade alterada do líquido que flui através do leito de cristais e/ou formas e/ou tamanhos dos cristais alterados) para uma mudança em ΔP_{SK} que possui o mesmo efeito em $(\Delta P_{SK})^1$ e $(\Delta P_{SK})^2$ e portanto neutraliza um ao outro no efeito que possuem na formação do quociente V .

É possível experimentalmente derivar $(\Delta P_{SK})^1$ e $(\Delta P_{SK})^2$ de uma maneira simples, como por exemplo, provendo uma perfuração aberta adicional (9) acima da perfuração aberta (7) em uma coluna de lavagem hidráulica, de acordo com a Figura 2, ao longo da zona de concentração (ou geralmente na zona que se projeta da frente de acumulação até a extremidade do leito de cristais) (as perfurações abertas (7), (9) e (8) não são, de preferência, deslocadas uma da outra na circunferência da coluna de lavagem hidráulica, mas sim providas diretamente uma abaixo da outra).

Da perfuração aberta (8), por exemplo, uma linha de pressão de ramificação leva então, em cada caso, uma ou as duas ramificações para o lado esquerdo de uma membrana de medição da pressão, em cada caso. No lado direito de uma membrana de medição da pressão, por exemplo, a linha de pressão leva então da perfuração aberta (9), e no lado direito de outra membrana de medição de pressão, a linha de pressão leva, de maneira correspondente, da perfuração aberta (7).

Deve ser observado que uma pluralidade de, por exemplo, até

5 ou 4, triplas (de preferência perfuradas em alturas idênticas) perfurações abertas (7), (8) e (9), poderão ser providas ao redor da circunferência da coluna de lavagem hidráulica. Dessa maneira, um conjunto total de relações V é obtível simultaneamente. Apropriadamente, de um ponto de vista de aplicação, as vazões do líquido de controle e/ou da suspensão (4) vão ser aumentadas ou reduzidas somente quando a maioria das relações V apresenta um desvio, solvível pela tecnologia da medição, na mesma direção.

A pressão de acionamento (reportada como a pressão elevada em relação à atmosférica) em uma coluna de lavagem hidráulica é com frequência de até 1000 kPa, em muitos casos de até 600 kPa e com frequência de 100 a 500 kPa ou de 50 a 400 kPa. A queda de pressão do fluxo hidráulico do líquido mãe é em geral de ≥ 10 kPa a ≤ 500 kPa ou ≤ 1000 kPa.

A velocidade de rotação da lâmina é usualmente de valores > 0 e $\leq 100/\text{min}$, ou $\leq 60/\text{min}$. A temperatura no circuito de massa fundida é tipicamente de $0,01$ a 5°C , com frequência de $0,1$ a 3°C , acima do ponto de fusão dos cristais lavados removidos.

A altura total do leito de cristais em uma coluna de lavagem hidráulica é tipicamente de 300 a 2000 mm, com frequência de 500 a 1500 mm, e em muitos casos de 400 mm a 1000 mm. O comprimento dos elementos de filtro é com frequência de 20 a 200 mm. Em relação à perfuração do filtro, as observações na página 7 do WO 03/041833 podem ser seguidas. O comprimento do deslocador do tubo de filtro é com frequência de 100 a 500 mm. Os diâmetros internos típicos de uma coluna de lavagem hidráulica são de 300 a 3000 mm. Os diâmetros internos típicos dos tubos de filtro são de 5 a 200 mm, com frequência de 10 a 100 mm, e em muitos casos de 20 a 80 mm.

O número de tubos de filtro, no caso de aplicação em escala industrial, poderá ser, de acordo com a invenção, de 3 a 200, ou mais. O comprimento da zona de lavagem é tipicamente de 0,5 a 20 vezes, de

preferência de 1 a 8 vezes, e ainda mais preferido de 2 a 5 vezes a distância do tubo de filtro mais próximo do casco para o casco (esta distância é geralmente de 25 a 500 mm, com frequência de 40 a 250 mm e freqüentemente de 80 a 200 mm).

5 De acordo com a invenção, é vantajoso quando, na relação V de duas (de preferência ajustadas) diferenças de pressão, $(\Delta P_{SK})^1$ e $(\Delta P_{SK})^2$, a distância entre os dois pontos de referência que ficam preferivelmente dispostos na zona de concentração (ou geralmente dentro da zona que se projeta da frente de acumulação até a extremidade do leito de cristais) (a
10 distância entre as perfurações abertas correspondentes) é de 10 a 1000 mm, de preferência de 50 a 500 mm e mais preferido de 100 a 300 mm ou 200 mm. A distância dos dois pontos de referência que ficam preferivelmente dispostos dentro da zona de concentração e estão mais próximos da frente de acumulação da frente de acumulação, apropriadamente de acordo com a
15 invenção, de 100 a 2000 mm, vantajosamente de 200 a 1000 mm.

As preferências para o procedimento da invenção ficam em particular na sua viabilidade econômica, e no fato de que ele é um processo de regulação e controle de emprego contínuo. Ele pode ser empregado especialmente em colunas de lavagem hidráulicas, como descrito no WO
20 03/041833 e no WO 03/041832. A temperatura diferencial entre o líquido mãe e a massa fundida pura poderá ser de até 15° C ou mais. Em muitos casos, a temperatura diferencial é de 4 a 10° C e, no caso de um conteúdo de impurezas baixo no líquido mãe, com frequência de até mesmo somente de 2 a 4° C.

25 O processo de acordo com a invenção é apropriado, como já mencionado, especialmente para a remoção com purificação de cristais de ácido acrílico (ou cristais de ácido metacrílico) de suas suspensões em massas fundidas de ácido acrílico (ou massas fundidas de ácido metacrílico), como descrito no WO 01/77056, WO 02/055469 e no WO 03/078378. Isto é

verdadeiro, em particular, quando os cristais de ácido acrílico possuem uma aparência cúbica ou cubóide, e apresentam uma relação de comprimento (L) para espessura (D) na faixa de $L:D = 1:1$ a $L:D = 6:1$, de preferência na faixa de $1:1$ a $4:1$, e mais preferido na faixa de $1,5:1$ a $3,5:1$. A espessura D dos cristais é tipicamente na faixa de 20 a 600 μm , e com frequência de 50 a 300 μm . O comprimento L dos cristais é tipicamente na faixa de 50 a 1500 μm , e com frequência de 200 a 800 μm .

Estas são suspensões em particular que são obteníveis, por exemplo, pela cristalização em suspensão de ácidos acrílicos brutos, que compreendem:

De 65, ou 70, ou 75, ou 85 a 99,5 % em peso de ácido acrílico, ≥ 0 , geralmente de 0,1 a 40 % em peso, ou até 20 % em peso de água,

≥ 0 , geralmente de 0,001 a 5 % em peso, de acroleína,
 ≥ 0 , geralmente de 0,001 a 10 % em peso, de metacroleína,
 ≥ 0 , geralmente de 0,001 a 10 % em peso, de ácido metacrílico,

≥ 0 , geralmente de 0,01 a 5 % em peso, de ácido acético,
 ≥ 0 , geralmente de 0,01 a 5 % em peso, de ácido propiônico,
 ≥ 0 , geralmente de 0,001 a 5 % em peso, de formaldeído,
 ≥ 0 , geralmente de 0,001 a 5 % em peso, de outros aldeídos (em determinadas circunstâncias também para cada aldeído, como por exemplo, benzaldeído), e

≥ 0 , geralmente de 0,01 a 5 % em peso, de ácido malêico.

Em particular, elas são suspensões que são obteníveis, por exemplo, por cristalização em suspensão de ácidos acrílicos brutos que compreendem:

≥ 70 % em peso de ácido acrílico,
até 20 % em peso de água,

- até 15 % em peso de ácido acético,
 até 5 % em peso de ácido propiônico,
 até 5 % em peso de aldeídos de baixo peso molecular,
 até 3 % em peso de inibidores de polimerização, e
 5 até 5 % em peso de oligômeros de ácido acrílico (adutores de Michael).

Em particular, elas são suspensões que são obteníveis, por exemplo, por cristalização em suspensão de ácidos acrílicos brutos que compreendem:

- 10 90 a 98 % em peso de ácido acrílico,
 de 0,2 a 5 % em peso de água,
 de 0,001 a 3 % em peso de acroleína,
 de 0,001 a 3 % em peso de metacroleína,
 de 0,01 a 3 % em peso de ácido acético,
 15 de 0,001 a 3 % em peso de ácido propiônico,
 de 0,001 a 3 % em peso de outros aldeídos, e
 de 0,001 a 3 % em peso de ácido malêico.

- É vantajoso levar a efeito a cristalização em suspensão em pelo menos dois, ou em pelo menos três, cristalizadores em suspensão,
 20 operados em paralelo. Desses três cristalizadores, as suspensões de cristais são conduzidas para um vaso tampão combinado no qual a suspensão de cristais total resultante é continuamente homogeneizada, por mistura. Do vaso tampão, vantajosamente pelo menos duas, vantajosamente em particular pelo menos três, colunas de lavagem hidráulicas, operadas em paralelo, são
 25 alimentadas. Ambas, a partida dos cristalizadores em suspensão operados em paralelo, e a partida das colunas de lavagem hidráulicas operadas em paralelo, podem ser levadas a efeito separadas no tempo umas em relação às outras, ou em paralelo. Neste caso as incrustações são, da mesma forma, formadas separadas no tempo e podem ser removidas, de forma correspondente, em

separado, no tempo.

A coluna de lavagem individual e o cristalizador em suspensão individual, são planejados, em termos de engenharia, de tal modo que, dois em operação podem absorver também os volumes de um terceiro que possa
5 ter falhado.

Os cristalizadores em suspensão a serem usados de preferência estão descritos, por exemplo, no WO 04/35514.

No entanto, o processo de acordo com a invenção é apropriado também no caso de outras suspensões de cristais, conforme se acha descrito,
10 por exemplo, na EP-A 97405, com suspensões de cristais de xileno. Ele é favorável também no caso de suspensões de cristais de N-vinilpirrolidona.

Uma vantagem significativa do procedimento da invenção é que ele pode ser empregado no caso de colunas de lavagem hidráulicas que possuem um casco metálico. Este poderá ser tanto de metais puros como de
15 ligas, como por exemplo, aços carbono, ligas à base de ferro (aço inoxidável, por exemplo, com a adição de Cr/Ni) ou ligas à base de níquel (como por exemplo, qualidades de Hastelloy). Quando a substância a ser removida da maneira com purificação é o ácido acrílico, o material da parede é de preferência o aço inoxidável, em especial o aço inoxidável 1.4571, ou 1.4541,
20 ou 1.4306, ou 1.4404. A espessura da parede de metal que delimita a câmara de processo é apropriadamente de 3 a 30 mm, com frequência de 4 a 20 mm e usualmente de 5 a 15 mm. Esta última é especialmente verdadeira no caso do aço inoxidável.

O processo de acordo com a invenção pode ser empregado
25 também quando o casco da coluna de lavagem hidráulica é fabricado de vidro ou de plástico sintético.

Os valores típicos de ΔP_{SK} ou ΔP_{SKB} no processo de acordo com a invenção são com frequência de 5 a 800 kPa, em muitos casos de 10 a 400 kPa, com frequência de 20 a 100 kPa, ou até 75 kPa.

Os valores típicos de V no processo de acordo com a invenção são de 0,1 a 0,8, e com frequência de 0,2 a 0,4.

No processo de acordo com a invenção, é possível regular nos valores acima mencionados.

5 Deve ser observado que o processo de regulagem, de acordo com a invenção, pode ser empregado combinado com o processo de regulagem divulgado na DE-A 10036881 e no WO 02/09839.

Um processo alternativo útil deste tipo é também um método radiométrico para determinação das vazões do líquido de controle e/ou da
10 suspensão (4). Neste processo, é usado um irradiador- γ o qual irradia para dentro do leito de cristais. A absorvância da radiação na medida que ela passa através do leito de cristais é dependente do comprimento do leito de cristais e portanto da posição da frente de acumulação. Isto permite que as vazões do líquido de controle e/ou da suspensão (4) sejam também reguladas
15 (determinadas) de uma maneira muito simples, de acordo com o enfraquecimento do sinal da radiação.

De acordo com a presente invenção, é preferível selecionar uma corrente de suspensão (4) em um estado substancialmente estável e regular a posição da frente de acumulação de forma substancialmente
20 exclusiva por meio da quantidade da vazão do líquido de controle. Em outras palavras, o processo da presente invenção compreende, em particular, processos para controlar uma coluna de lavagem hidráulica que possui um casco cilíndrico (1) que delimita a coluna e dentro do qual um ou mais tubos de filtro (2) se estendem através da coluna, em paralelo ao eixo do cilindro e
25 possuem, na vizinhança da segunda extremidade da coluna, pelo menos um filtro (3) na parede do tubo de filtro, o qual forma a única conexão direta entre o interior do tubo de filtro, sob a pressão P1, e o interior da coluna, na qual

- pelo menos uma corrente de uma suspensão (4) que compreende cristais de uma substância a ser purificada em suspensão em um

líquido mãe, é alimentada continuamente para dentro da primeira extremidade da coluna (5), com uma pressão P2 (por exemplo, por meio de uma bomba (6)), a qual é maior que P1,

5 - o líquido mãe (7), é conduzido através dos filtros para dentro do interior do tubo de filtro e para fora da coluna por meio dos tubos de filtro,

 - um líquido de controle (9) é alimentado à coluna de lavagem na primeira extremidade da coluna e/ou entre esta extremidade e o início do filtro,

10 - o líquido mãe e o fluxo do líquido de controle na coluna, formam um leito de cristais (10) da substância a ser purificada, o dito leito de cristais possuindo uma frente de acumulação (11) que fica voltada para a primeira extremidade da coluna e na qual os cristais da suspensão introduzida se adicionam continuamente ao leito de cristais,

15 - o leito de cristais, em virtude da força que resulta da queda de pressão hidráulica do fluxo do líquido mãe e do fluxo do líquido de controle na coluna, é transportado (13) para além dos filtros, para uma zona de lavagem disposta entre os filtros e a segunda extremidade da coluna de lavagem (12),

20 - os cristais são removidos (14) continuamente na extremidade oposta à frente de acumulação do leito de cristais,

 - os cristais removidos são fundidos (15) e uma parte da massa fundida é conduzida (16) através do leito de cristais, na forma de uma corrente líquida de lavagem vinda da segunda extremidade da coluna e contra a direção de transporte dos cristais, e

25 - a posição da frente de acumulação é controlada com o auxílio da vazão do líquido de controle conduzido para dentro da coluna de lavagem, onde

 as vazões do líquido de controle conduzido para dentro da coluna de lavagem, são determinadas (reguladas) utilizando pelo menos uma

diferença de pressão ΔP_{SK} que existe na coluna entre pelo menos um ponto na zona de suspensão (17), disposto na frente da frente de acumulação e pelo menos um ponto na zona que se projeta da frente de acumulação até a extremidade do leito de cristais (de preferência na zona de concentração (18),
 5 que se projeta até o início da zona de lavagem (19), do leito de cristais).

Exemplo

Pela condensação fracionada de uma mistura gasosa produto de oxidação parcial em fase gasosa catalisada heterogeneamente, em dois estágios, de propeno, na retirada lateral de uma coluna de condensação
 10 fracionada, 1,5 t por hora de ácido acrílico bruto com a seguinte composição do conteúdo, foi retirada:

	Ácido acrílico	96,1 % em peso
	Acroleína	446 ppm em peso
	Alil acrilato	20 ppm em peso
15	Ácido diacrílico	3764 ppm em peso
	Ácido acético	7460 ppm em peso
	Furfural	6719 ppm em peso
	Benzaldeído	7131 ppm em peso
	Ácido propiônico	751 ppm em peso
20	Fenotiazina	91 ppm em peso
	MEHQ 247	ppm em peso
	Água	0,83 % em peso

Pela adição contínua de 22,5 kg/h de água ao ácido acrílico bruto, seu conteúdo de água foi aumentado para 2,3 % em peso, sendo ele
 25 subsequentelemente alimentado a um cristalizador em suspensão a uma temperatura de 20° C. O cristalizador usado era um cristalizador de disco resfriador (fabricante: GMF, Holanda) com 7 discos de resfriamento possuindo um diâmetro de 1,25 m e uma capacidade de cerca de 2500 l. Como líquido de resfriamento, uma mistura de água/glicol (70/30 % em

volume) foi conduzida através dos discos de resfriamento (temperatura de entrada = 1,5 a 2° C). A massa fundida e o líquido de resfriamento foram conduzidos em contra-corrente. Na medida em que ela era passada através do cristalizador, a massa fundida era resfriada para 8° C, o que formou, com base na massa total da suspensão, cerca de 24 % em peso de cristais.

Uma parte dessa suspensão foi conduzida continuamente por meio de uma bomba de pistão rotativo (regulada pela velocidade de rotação) a uma coluna de lavagem hidráulica. Essa coluna de lavagem possuía uma câmara de processo cilíndrica com um diâmetro interno de 263 mm e possuía uma parede de metal que delimitava a câmara de processo feita de aço inoxidável 1.4571, com uma espessura de parede de 5 mm. Para remoção do líquido, um tubo de filtro instalado centralmente (feito do mesmo aço inoxidável) possuindo um diâmetro externo de 48 mm (espessura da parede = 2 mm) foi usado na coluna de lavagem. O comprimento da câmara de processo era de 1230 mm.

O comprimento do tubo de filtro era de 1225 mm. O comprimento do filtro era de 60 mm. O filtro foi instalado após um comprimento de tubo de 970 mm (medido a partir do topo). Os cristais eram removidos na extremidade inferior da coluna de lavagem por uma lâmina rotativa (60 rotações por minuto). A direção do transporte era do topo para baixo.

Os cristais removidos eram novamente colocados em suspensão em um circuito de massa fundida que era operado a 14° C (ponto de fusão dos cristais removidos de uma maneira purificadora). Ao mesmo tempo, MEHQ (monometil éter de hidroquinona) e ar (por espalhamento) eram introduzidos como inibidores de polimerização na suspensão circulada (278 ppm em peso de MEHQ). O calor era introduzido na suspensão circulada por um caminho indireto, por meio de um trocador de calor, com a finalidade de fundir substancialmente os cristais novamente em suspensão ali. A bomba

usada no circuito de massa fundida era uma bomba centrífuga (1500 rpm) com um selo de face axial de dupla-ação. O fluido de barreira usado era uma mistura água/glicol (85/15 % em volume) o qual era resfriado indiretamente com água de resfriamento. A posição da frente de lavagem na coluna era monitorada por uma pluralidade de termômetros instalados axialmente em diferentes alturas na coluna de lavagem, e regulada pelo ajuste da quantidade de produto puro retirado do circuito de massa fundida. A altura do leito de cristais (a frente de acumulação) era controlada pela regulagem do ajuste da diferença de pressão $\Delta P_{SKB} = 25$ kPa que existia entre uma primeira perfuração aberta dentro da zona de suspensão e uma segunda perfuração aberta 300 mm abaixo da primeira perfuração aberta, em estado constante (A Figura 3 mostra um perfil típico de ΔP_{SKB} (ordenada, kPa) como uma função da distância (abscissa, mm) entre a frente de acumulação e a segunda perfuração aberta com a mesma posição da primeira perfuração aberta). A coluna de lavagem hidráulica era carregada com uma vazão da suspensão de 1400 kg/h, do cristalizador de disco resfriador. A temperatura da suspensão era de 8° C. Uma pressão elevada em relação à atmosférica, de 200 a 220 kPa, foi estabelecida no topo da coluna de lavagem, a qual variava em uma faixa estreita com a média de 205 kPa. A pressão elevada na extremidade inferior da coluna era de 180 a 200 kPa. A corrente de controle (uma corrente separada da corrente que fluía através do filtro), que retornava para a coluna de lavagem (para a alimentação de suspensão a jusante da bomba de pistão rotativo) por meio de uma bomba de controle de corrente, no estado estável era de 1400 kg/h.

A corrente de produto puro, de ácido acrílico purificado, retirada do circuito de massa fundida, era de 325 kg/h. Isto corresponde a uma produção de 96,7 % em peso, com base na corrente da massa de cristais alimentada à coluna de lavagem com a suspensão. O produto puro possuía a seguinte composição do conteúdo:

	Ácido acrílico	99,75 % em peso
	Acroleína	não detectável
	Alil acrilato	não detectável
	Ácido acético	1457 ppm em peso
5	Furfural	3 ppm em peso
	Benzaldeído	2 ppm em peso
	Ácido propiônico	209 ppm em peso
	Fenotiazina	não detectável
	MEHQ	278 ppm em peso
10	Água	< 0,05 % em peso

A frente de lavagem e a frente de acumulação foram de estabilidade satisfatória ao longo de toda a experiência.

O Pedido de Patente Provisório U.S. No. 60/673339, depositado em 21 de abril de 2005, é incorporado no presente pedido como referência de literatura. Em relação aos acima mencionados ensinamentos, numerosas alterações e desvios da presente invenção são possíveis. É portanto possível assumir que a invenção, dentro do escopo das reivindicações anexas, pode ser levada a efeito de maneiras diferentes daquela descrita aqui especificamente.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para controlar uma coluna de lavagem hidráulica que possui um casco cilíndrico (1) que delimita a coluna e dentro do qual um ou mais tubos de filtro (2) se estendem através da coluna, em paralelo ao eixo do cilindro e possuem, na vizinhança da segunda extremidade da coluna, pelo menos um filtro (3) na parede do tubo de filtro, o qual forma a única conexão direta entre o interior do tubo de filtro, sob a pressão P1, e o interior da coluna, em que

- pelo menos uma corrente de uma suspensão (4) que compreende cristais de uma substância a ser purificada em suspensão em um líquido mãe, é alimentada continuamente para dentro da primeira extremidade da coluna (5), com uma pressão P2, a qual é maior que P1,

- o líquido mãe (7), é conduzido através dos filtros para dentro do interior do tubo de filtro e para fora da coluna por meio dos tubos de filtro,

- caso apropriado, um líquido de controle (9) é alimentado à coluna de lavagem na primeira extremidade da coluna e/ou entre esta extremidade e o início do filtro,

- o líquido mãe e, caso apropriado, o fluxo do líquido de controle na coluna, formam um leito de cristais (10) da substância a ser purificada, o dito leito de cristais possuindo uma frente de acumulação (11) que fica voltada para a primeira extremidade da coluna e na qual os cristais da suspensão introduzida se adicionam continuamente ao leito de cristais,

- o leito de cristais, em virtude da força que resulta da queda de pressão hidráulica do fluxo do líquido mãe e, caso apropriado, do fluxo do líquido de controle na coluna, é transportado (13) para além dos filtros, para uma zona de lavagem disposta entre os filtros e a segunda extremidade da coluna de lavagem (12),

- os cristais são removidos (14) continuamente na extremidade oposta à frente de acumulação do leito de cristais,

- os cristais removidos são fundidos (15) e uma parte da massa fundida é conduzida (16) através do leito de cristais, na forma de uma corrente líquida de lavagem vinda da segunda extremidade da coluna e contra a direção de transporte dos cristais, e

5 - a posição da frente de acumulação é controlada com o auxílio da vazão do líquido de controle conduzido para dentro da coluna de lavagem e/ou com o auxílio da vazão da suspensão (4) conduzida para dentro da coluna de lavagem,

caracterizado pelo fato de que

10 as vazões do líquido de controle e/ou da suspensão conduzidas para dentro da coluna de lavagem, são determinadas (reguladas) utilizando pelo menos uma diferença de pressão ΔP_{SK} que existe na coluna entre pelo menos um ponto na zona de suspensão (17), disposto na frente da frente de acumulação e pelo menos um ponto na zona que se projeta da frente de
15 acumulação até a extremidade do leito de cristais (de preferência na zona de concentração (18), que se projeta até o início da zona de lavagem (19), do leito de cristais).

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que as vazões do líquido de controle e/ou da suspensão (4)
20 alimentadas à coluna de lavagem são determinadas pelo uso da relação V de duas diferenças de pressão $(\Delta P_{SK})^1$ e $(\Delta P_{SK})^2$ cujos pontos de referência particulares ficam dispostos em alturas diferentes na zona que se projeta da frente de acumulação até a extremidade do leito de cristais.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado
25 pelo fato de que ΔP_{SK} é de 5 a 800 kPa.

4. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que V é de 0,1 a 0,8.

5. Processo de acordo com qualquer das reivindicações 2 e 4, caracterizado pelo fato de que a distância dos dois pontos de referência dentro

da zona que se projeta da frente de acumulação até a extremidade do leito de cristais é de 10 a 1000 mm.

6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que a diferença de pressão particular ΔP_{SK} usada é usada na forma ΔP_{SKB} ajustada pela diferença de pressão hidrostática particular que acompanha.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que os cristais em suspensão na corrente de suspensão são cristais de ácido acrílico.

FIG. 1

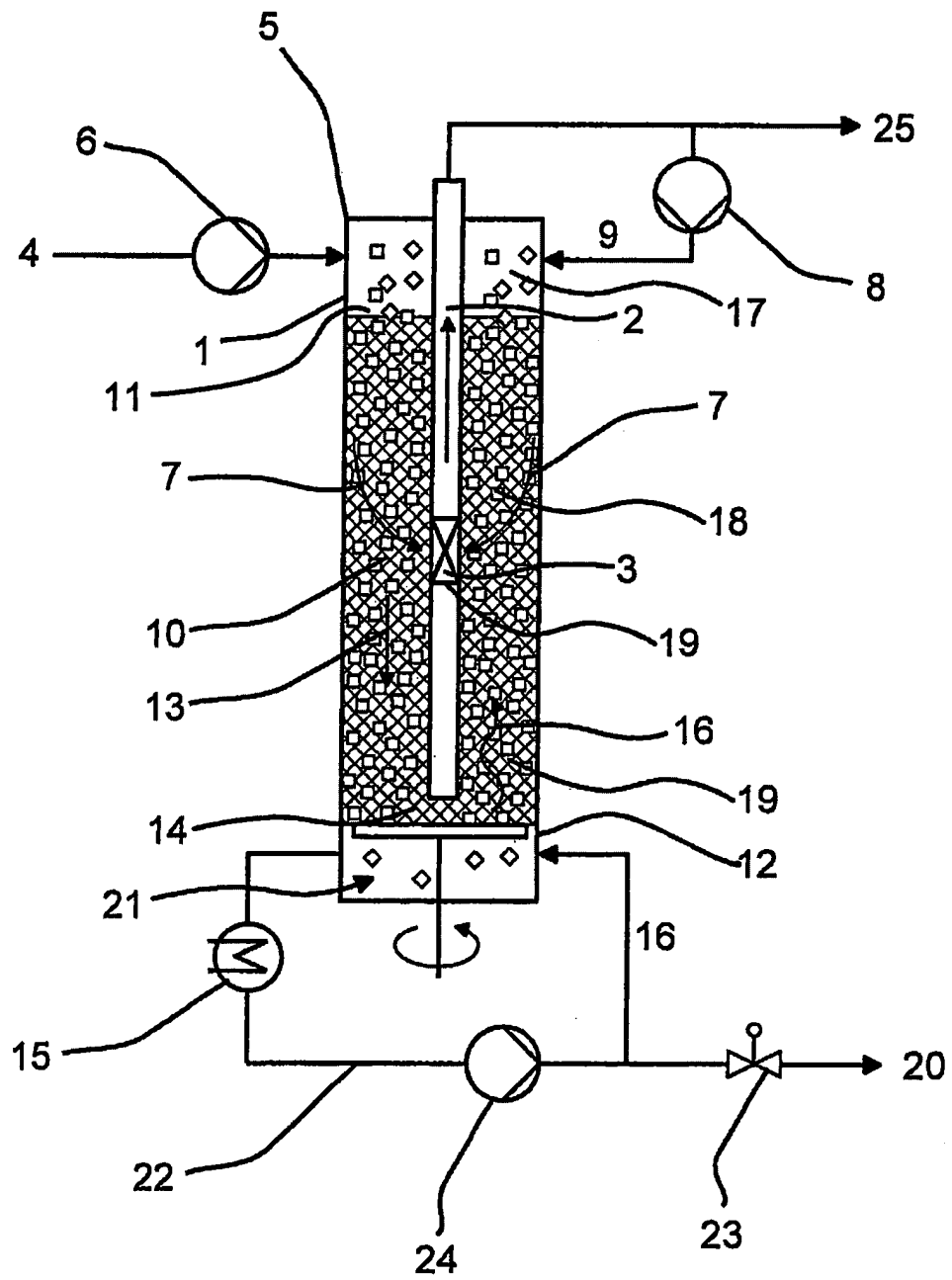


FIG.2

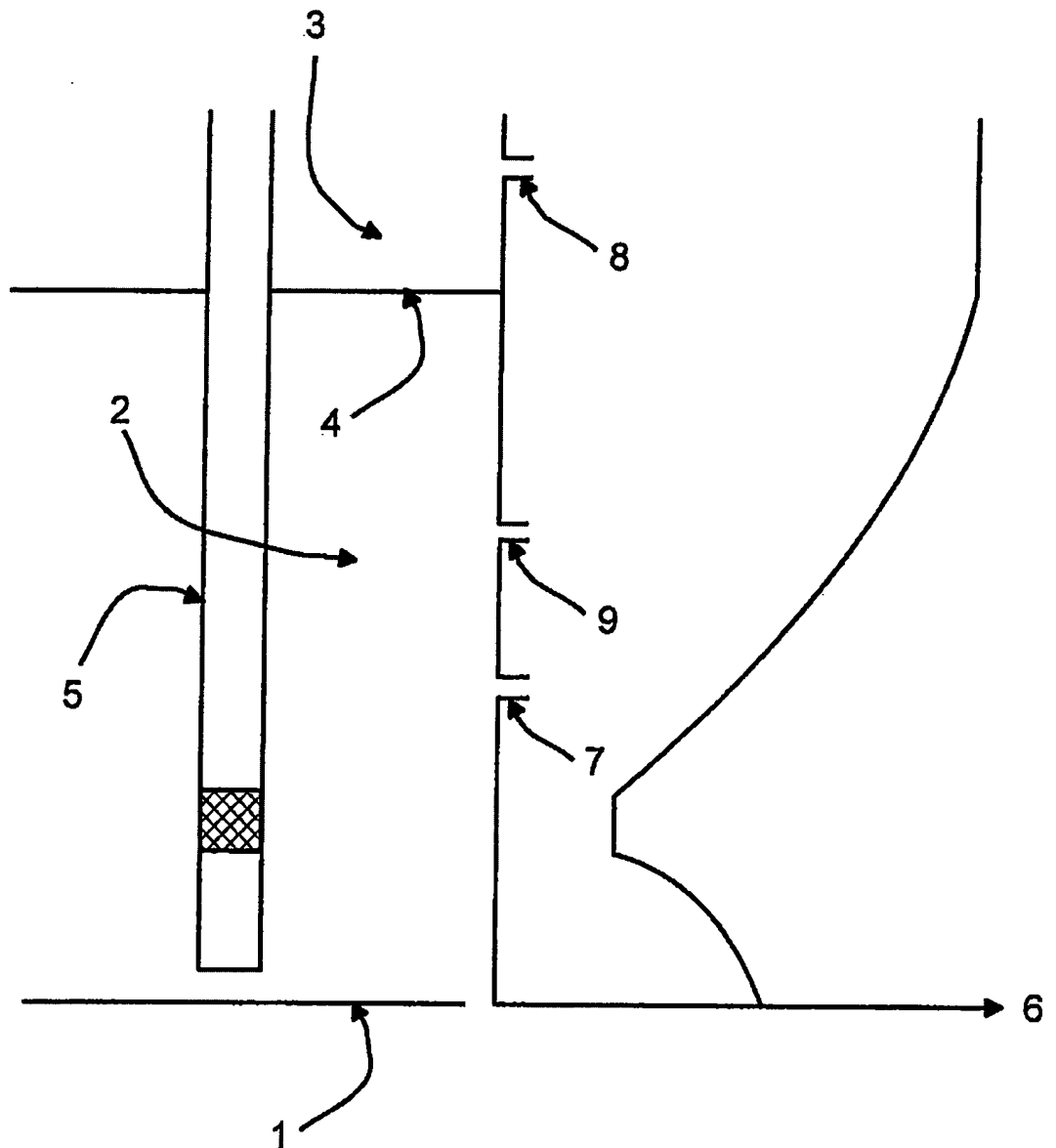
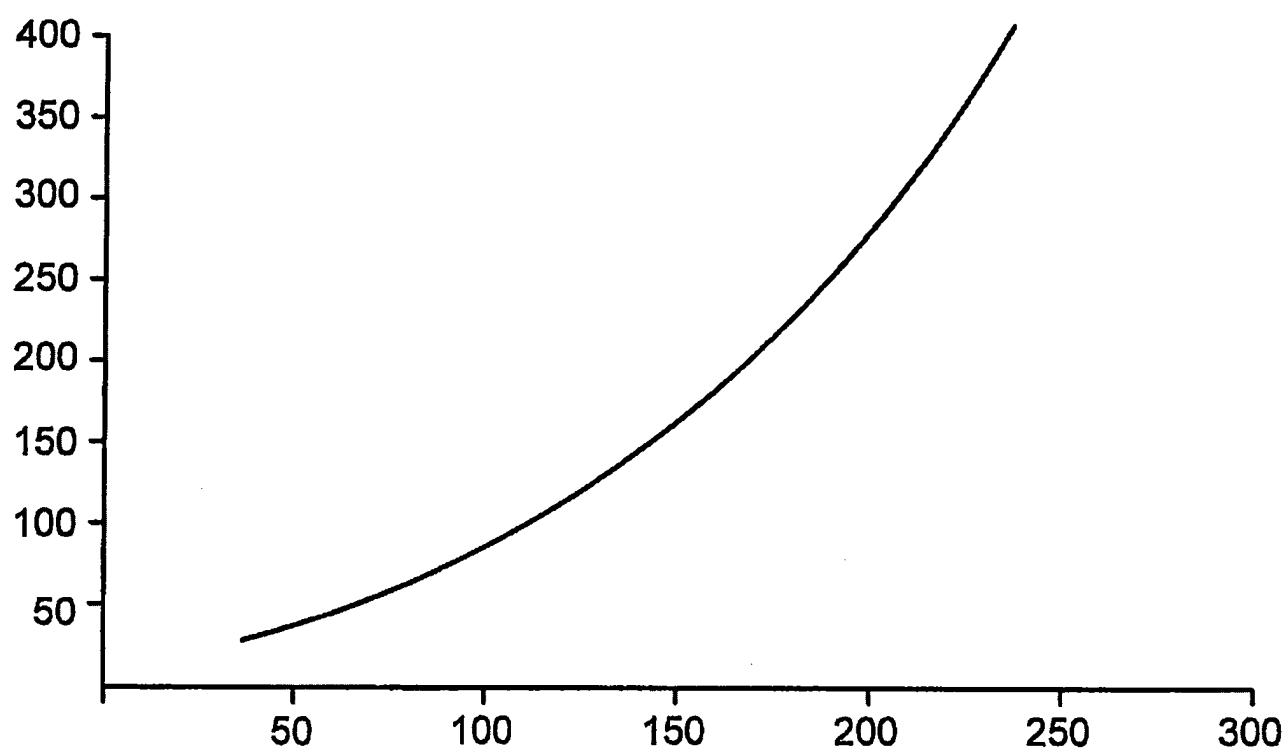


FIG.3



RESUMO

“PROCESSO PARA CONTROLAR UMA COLUNA DE LAVAGEM
HIDRÁULICA”

É divulgado um método para operar uma coluna de lavagem
5 hidráulica, no qual a posição da frente de lavagem na coluna de lavagem é
determinada por meio da vazão do líquido de controle conduzido para dentro
da coluna de lavagem e/ou por meio da vazão da suspensão conduzida para
dentro da coluna de lavagem, e a vazão é definida com o auxílio da diferença
10 de pressão entre pontos na zona de suspensão localizada a montante da frente
de lavagem e pontos na zona que se estende da frente de lavagem até a
extremidade do leito de cristais na coluna.