



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 315 250**

51 Int. Cl.:
C07C 45/58 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **01113859 .1**

96 Fecha de presentación : **07.06.2001**

97 Número de publicación de la solicitud: **1167334**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.01.2002**

54 Título: **Proceso para fabricación continua de un compuesto de ciclododecanona.**

30 Prioridad: **14.06.2000 JP 2000-177851**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.04.2009

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.04.2009

73 Titular/es: **Ube Industries, Ltd.**
1978-96, O-Aza Kogushi
Ube-shi, Yamaguchi-ken 755-8633, JP

72 Inventor/es: **Sugise, Ryoji;**
Tanaka, Shuji;
Doi, Takashi;
Nishio, Masayuki;
Niida, Sadao y
Matsuura, Tsunao

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 315 250 T3

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

DESCRIPCIÓN

Proceso para fabricación continua de un compuesto de ciclododecanona.

5 Antecedentes de la invención

1. Campo de la invención

La presente invención se relaciona con un proceso para la fabricación de un compuesto de ciclododecanona. Más particularmente, la presente invención se relaciona con un proceso para la fabricación de un compuesto de ciclododecanona por medio de isomerización catalítica del correspondiente compuesto de epoxiciclododecano.

Un compuesto de ciclododecanona es útil como material para la producción de laurólactama, ácido dodecanodiólico y dodecano diol.

15 2. Descripción del estado del arte relacionado

Los métodos para la producción de una ciclododecanona por medio de isomerización del correspondiente compuesto de epoxiciclododecano en presencia de un catalizador que consiste de haluro de litio se conocen a partir de una pluralidad de reportes.

Por ejemplo, la Patente Alemana No 3.744.094 describe una isomerización de un epoxiciclododecano en presencia de un catalizador que consiste de cloruro de litio en un medio de reacción que consiste de N-metilpirrolidona o N,N'-dimetiletilenurea para producir ciclododecanona con rendimiento del 94%.

También, la Patente Alemana No 3.601.380 describe que, por medio de isomerización de 1,2-epoxi-5,9-ciclododecadieno en presencia de un catalizador que consiste de yoduro de sodio en un medio de reacción que consiste de polietilén glicol (NaI: 3% en peso, 195°C, 9 horas), se produce ciclododeca-3,7-dien-1-ona con un rendimiento del 98,7%.

En cada uno de los métodos anteriormente mencionados, sin embargo, ya que se emplea un solvente polar como medio de reacción, se deben añadir medios al sistema de producción del compuesto objetivo para recuperar el solvente o para descomponer el solvente y esto provoca un incremento en los costos de producción del compuesto deseado.

Además, disminuye la velocidad de reacción de la reacción de isomerización por un efecto de dilución o un efecto de solvatación del solvente, y por lo tanto el tiempo necesario para efectuar la reacción de isomerización en una conversión cercana al 100% se hace muy largo. También, ya que la reacción se lleva a cabo en un sistema de reacción por tandas, los métodos anteriormente mencionados son inadecuados para la producción industrial del compuesto objetivo en una gran cantidad y con una alta eficiencia.

Además, la Patente SU No 407.874 describe una reacción de isomerización de un epoxiciclododecano, en presencia de un catalizador que consiste de LiBr anhidro, sin solvente. En los ejemplos de la patente SU, se reporta que cuando la reacción fue llevada a cabo en una cantidad de LiBr del 4% en peso a una temperatura de reacción entre 120 y 130°C para un período de reacción de 18 horas o en una cantidad de LiBr del 3,3% en peso a una temperatura de reacción de 200°C durante un período de reacción de 3 horas, se obtuvo la ciclododecanona objetivo con un rendimiento del 100% o del 83,3%.

En el ejemplo anterior, el período de reacción es muy largo, y por lo tanto la reacción no es práctica, y en el último ejemplo, la selección para el compuesto objetivo es baja y se produjo un subproducto que tiene una temperatura de ebullición alta.

El subproducto con alta temperatura de ebullición es desventajoso ya que cuando se recupera el catalizador de la mezcla de reacción después de haberse completado ésta y se lo recicla en el procedimiento de reacción, se acumula el subproducto de alta temperatura de ebullición en el sistema de reacción afectándolo, y por lo tanto se hace necesario un procedimiento adicional para remover al subproducto de alta temperatura de ebullición de la mezcla de reacción.

Por esta razón, se puede considerar que con el propósito de incrementar la velocidad de reacción, se debe incrementar la concentración del catalizador en el sistema de reacción. Sin embargo, en el método del ejemplo anterior, ya que la solubilidad del LiBr en el sistema de reacción se satura, no se puede incrementar la concentración del catalizador. En el método del último ejemplo, se establece una temperatura de reacción en un nivel alta para incrementar la velocidad de la reacción. Esta alta temperatura provoca que se presente una reacción secundaria, disminuye el rendimiento del compuesto objetivo, y que se produzca un subproducto de alta temperatura de ebullición.

Además, Zh. Org. Khim (1990), 26 (7), 1497-1500, divulga que cuando se lleva a cabo una reacción de isomerización de un epoxiciclododecano en presencia de 2,3% molar de un catalizador que consiste de LiBr (bromuro de litio) a una temperatura de reacción de 150°C durante un período de reacción de 10 horas, se obtuvo la ciclododecanona objetivo con un rendimiento del 96,6%, y cuando se efectuó la reacción del epoxiciclododecano en presencia de 1,5% molar de LiI (yoduro de litio) a 150°C durante 5 horas, se obtuvo la ciclododecanona objetivo con un rendimiento

del 91,2%. En el caso de este reporte, sin embargo, se asume que para que la conversión del epoxi-ciclododecano sea cercana al 100%, se requiere un tiempo de reacción muy largo. También, se llevo a cabo la reacción del reporte en un sistema de reacción por tandas, y por lo tanto no se divulga en el reporte un método continuo para la reacción.

5 En el caso en el cual se produce un compuesto de ciclododecanona por medio de isomerización de un compuesto de epoxi-ciclododecano, ya que la temperatura de ebullición del compuesto de epoxi-ciclododecano es aproximadamente igual a aquella del compuesto de ciclododecanona, existen muchos casos en los cuales la separación de los dos com-
10 puestos por medio de destilación es muy difícil desde un punto de vista industrial. También, ya que los dos compuestos son similares entre sí en sus propiedades físicas y químicas, la separación por refinación de los dos compuestos por medio de cristalización o de extracción, es difícil. Por lo tanto, para producir el compuesto de ciclododecanona con un alto grado de pureza, es necesario que la conversión del compuesto de epoxi-ciclododecano se controle aproxi-
madamente hasta el 100%. Para este propósito, es posible incrementar la temperatura de reacción o el contenido del catalizador.

15 Sin embargo, como se mencionó anteriormente, un incremento en la temperatura de reacción provoca la aparición frecuente de reacciones secundarias y por lo tanto se promueve la producción de compuestos con alta temperatura de ebullición y se reduce el rendimiento del compuesto objetivo de ciclododecanona.

20 Por otro lado, como una medida para mejorar la conversión del compuesto de epoxi-ciclododecano, es posible incrementar el contenido del catalizador en el sistema de reacción. Sin embargo, el incremento en el contenido de catalizador puede provocar una dificultad en la disolución del catalizador en el sistema de reacción y puede provocar un incremento de costos de la reacción. Por lo tanto, esta medida no es práctica.

25 Todos los procedimientos de reacción previamente mencionados del estado del arte se llevan a cabo en sistemas de reactores por tandas y por lo tanto son inconvenientes ya que se complican las operaciones del proceso, la seguridad de las operaciones es insatisfactoria y los costos de operación son altos. En realidad, la reacción de isomerización es una reacción exotérmica. Por lo tanto, cuando se produce industrialmente el compuesto de ciclododecanona en gran cantidad por medio del sistema reactor por tandas, se genera una gran cantidad de calor. En la práctica, es importante remover el calor con una alta eficiencia. Por ejemplo, cuando se isomeriza catalíticamente una gran cantidad de un
30 compuesto de epoxi-ciclododecano a una temperatura de 200°C en un reactor por tandas, ya que la remoción del calor de reacción generado es difícil, se puede incrementar rápidamente la temperatura de reacción hasta un grado en el que ocurre una sacudida del líquido de la mezcla de reacción.

35 Como se mencionó anteriormente, en la tecnología convencional, no ha sido posible aún la isomerización del compuesto de epoxi-ciclododecano en un tiempo de reacción corto con una conversión del compuesto aproximadamente cercano al 100% con una selectividad por el compuesto objetivo aproximadamente del 100%. Además, ya que el método conocido de isomerización se lleva a cabo en un reactor por tandas, no se puede proveer el compuesto objetivo de ciclododecanona en forma continua y segura. Particularmente, no se ha establecido aún un proceso continuo para la producción del compuesto de ciclododecanona a escala industrial.

40 **Resumen de la invención**

Un objetivo de la presente invención es el de proveer un proceso para la producción continua de un proceso de ciclododecanona a escala industrial por medio de una reacción de isomerización de un compuesto de epoxi-ciclodode-
45 cano en presencia de un catalizador que comprende bromuro de litio y/o yoduro de litio, en un período de reacción relativamente corto, con una alta conversión del compuesto de epoxi-ciclododecano con una alta selectividad por el compuesto objetivo de ciclododecanona con gran seguridad.

50 El objetivo anteriormente mencionado se puede lograr por medio del proceso de la presente invención para la producción continua de un compuesto de ciclododecanona.

El proceso de la presente invención comprende:

55 alimentar una mezcla líquida de reacción que incluye un compuesto de epoxi-ciclododecano y un catalizador que contiene al menos un miembro seleccionado entre bromuro de litio y yoduro de litio dentro de una región de reacción situada en el extremo de la parte frontal de una pluralidad de regiones de reacción conectadas entre sí en serie;

60 pasar sucesivamente la mezcla líquida de reacción a través de la serie de regiones de reacción para isomerizar catalíticamente al compuesto de epoxi-ciclododecano para producir al correspondiente compuesto de ciclododecanona; y

recolectar la mezcla de reacción resultante que contiene al compuesto de ciclododecanona del extremo de la parte trasera de la región de reacción de la serie de regiones de reacción.

65 En el proceso de la presente invención para la producción continua de un compuesto de ciclododecanona, se selecciona preferiblemente al compuesto de epoxi-ciclododecano entre compuestos cicloalifáticos saturados e insaturados que tienen 12 átomos de carbono y que cuentan con un grupo epoxi.

ES 2 315 250 T3

En el proceso de la presente invención para la producción continua de un compuesto de ciclododecanona, se selecciona preferiblemente al compuesto de epoxíciclododecano entre monoepoxíciclododecano, monoepoxíciclododecenos, monoepoxíciclododecadienos o monoepoxíciclododecatrienos.

5 En el proceso de la presente invención para la producción continua de un compuesto de ciclododecanona, la temperatura de una porción de la mezcla líquida de reacción localizada en una parte posterior de la serie de las regiones de reacción es controlada preferiblemente para que sea igual a, o superior que aquella en la parte delantera de la serie de las regiones de reacción.

10 En el proceso de la presente invención para la producción continua de un compuesto de ciclododecanona, la serie de las regiones de reacción está preferiblemente constituida por una pluralidad de recipientes de reacción independientes entre sí y conectados entre sí en serie en una forma tal con respecto a un par de recipientes de reacción delantero y posterior dispuestos en forma adyacente entre sí, tal que el recipiente delantero está conectado al recipiente posterior a través de un conducto.

15 En el proceso de la presente invención para la producción continua de un compuesto de ciclododecanona, una porción inferior del recipiente delantero está conectada a la porción superior del recipiente posterior a través del conducto.

20 En el proceso de la presente invención para la producción continua de un compuesto de ciclododecanona, la serie de regiones de reacción está preferiblemente constituida por una pluralidad de cámaras de reacción separadas entre sí y conectadas entre sí de tal forma que, con respecto a un par de cámaras de reacción delantera y posterior dispuestas en forma adyacente entre sí, una porción superior del recipiente delantero está conectada a una porción superior del recipiente posterior a través de un paso de líquido a través del cual una porción de la mezcla líquida de reacción
25 contenida en el recipiente delantero se le permite rebosarse dentro del recipiente posterior.

En el proceso de la presente invención, para la producción continua de un compuesto de ciclododecanona, la serie de regiones de reacción contiene preferiblemente una pluralidad de cámaras de reacción separadas entre sí con compartimientos dispuestos entre las cámaras de reacción y conectados entre sí en serie a través de al menos un agujero
30 formado en cada uno de los compartimientos.

En el proceso de la presente invención para la producción continua de un compuesto de ciclododecanona, al menos una de las regiones de reacción está preferiblemente sellada con un gas inerte.

35 En el proceso de la presente invención para la producción continua de un compuesto de ciclododecanona, el catalizador está preferiblemente presente en una cantidad de 0,01 hasta 20% molar con base en la cantidad molar del compuesto de epoxíciclododecano.

En el proceso de la presente invención para la producción continua de un compuesto de ciclododecanona, la mezcla
40 líquida de reacción en la serie de las regiones de reacción se calienta a una temperatura entre 100 y 350°C.

En el proceso de la presente invención para la producción continua de un compuesto de ciclododecanona, la temperatura de una porción de la mezcla líquida de reacción localizada en la porción de salida de la región de reacción situada en el extremo de la parte posterior está preferiblemente controlada entre 0 y 100°C por encima de aquella en
45 la región de entrada de la región de reacción situada en el extremo de la parte frontal.

En el proceso de la presente invención para la producción continua de un compuesto de ciclododecanona, la mezcla líquida de reacción pasa preferiblemente a través de la serie de las regiones de reacción en un tiempo de 0,1 hasta 24
50 horas.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es una vista aclaratoria en sección transversal de un reactor convencional de isomerización para la
55 producción de un compuesto de ciclododecanona a partir de un compuesto de epoxíciclododecano;

La Fig. 2 es una vista aclaratoria en sección transversal de una modalidad del reactor de isomerización que puede ser usado para los procesos de la presente invención;

La Fig. 3 es una vista aclaratoria en sección transversal de otra modalidad del reactor de isomerización que puede
60 ser utilizado para el proceso de la presente invención; y

La Fig. 4 es una vista aclaratoria en sección transversal de aún otra modalidad del reactor de isomerización que puede ser usado para el proceso de la presente invención.

65 Descripción de las modalidades preferidas

En el proceso de la presente invención, se produce continuamente un compuesto de ciclododecanona por medio de la isomerización de un compuesto de epoxíciclododecano correspondiente al compuesto objetivo de ciclododecanona

en presencia de un catalizador. En este proceso, se alimenta continuamente una mezcla líquida de reacción que comprende a un compuesto de epoxi-ciclododecano y a un catalizador que incluye al menos a un miembro seleccionado entre bromuro de litio y yoduro de litio dentro de una región de reacción situada en el extremo de la parte frontal de una pluralidad de las regiones de reacción separadas entre sí y conectadas entre sí en serie a través al menos de un paso de líquido; se pasa sucesivamente la mezcla líquida de reacción alimentada a través de la serie de las regiones de reacción y al menos un paso de líquido para isomerizar catalíticamente al compuesto de epoxi-ciclododecano para producir un compuesto correspondiente de ciclododecanona; y se recolecta la mezcla de reacción resultante que contiene al compuesto de ciclododecanona a partir de la región de reacción situada en el extremo de la parte posterior de la serie de las regiones de reacción. La mezcla de reacción recolectada contiene al compuesto objetivo de ciclododecanona con un rendimiento alto.

El compuesto de epoxi-ciclododecano que puede ser utilizado para el proceso de la presente invención incluye compuestos cíclicos de hidrocarburo saturados e insaturados que tienen 12 átomos de carbono y que cuentan con un grupo epoxi, y es preferiblemente seleccionado entre monoepoxi-ciclododecano, monoepoxi-ciclododecanos, monoepoxi-ciclododecadienos, monoepoxi-ciclododecatrienos, más preferiblemente entre monoepoxi-ciclododecano y monoepoxi-ciclododecadienos. Los compuestos de epoxi-ciclododecano mencionados anteriormente incluyen diferentes isómeros. Para estos isómeros, no existen limitaciones sobre las posiciones del grupo epoxi y el doble enlace contenido allí dentro.

También, en los isómeros, no existe limitación sobre el estereoisomerismo o el isomerismo geométrico.

En la práctica de los procesos de la presente invención, se pueden emplear compuestos de epoxi-ciclododecano como los mencionados anteriormente solos o en una mezcla de dos o más de los mismos.

El compuesto de ciclododecanona obtenido por medio del proceso de la presente invención corresponde al compuesto de partida de epoxi-ciclododecano, y preferiblemente incluye ciclododecanona, ciclododecanonas, ciclododecadienonas y ciclododecatrienonas.

El catalizador que puede ser utilizado para los procesos de la presente invención incluye al menos a un miembro seleccionado entre bromuro de litio y yoduro de litio. Un tratamiento específico para el catalizador antes de someterlo al proceso de la presente invención es innecesario. Se pueden emplear bromuro de litio y yoduro de litio usualmente comercialmente disponibles sin tratamiento previo. Preferiblemente, el catalizador incluye al menos a un miembro seleccionado entre bromuro de litio anhidro, bromuro de litio monohidratado, bromuro de litio dihidratado, bromuro de litio trihidratado, yoduro de litio anhidro, yoduro de litio monohidratado, yoduro de litio dihidratado y yoduro de litio trihidratado. Estos compuestos se pueden suministrar en forma continua en estado sólido o en estado de una solución en un compuesto de epoxi-ciclododecano y/o un compuesto de ciclododecanona o en un solvente no polar que contiene un compuesto de epoxi-ciclododecano, a la serie de las regiones de reacción. Preferiblemente, se suministra el catalizador en el estado de solución, en un compuesto de epoxi-ciclododecano y/o en un compuesto de ciclododecanona, dentro de la serie de las regiones de reacción.

No existe limitación para la cantidad de catalizador contenida en la mezcla líquida de reacción antes del inicio de la reacción. El contenido del catalizador en la mezcla de reacción es variable, en respuesta a la solubilidad del catalizador en un medio de reacción contenido en la mezcla de reacción y las condiciones de reacción. Preferiblemente, se emplea el catalizador en una cantidad entre 0,01 y 20% molar, más preferiblemente entre 0,1 y 5% molar, por mol del compuesto de epoxi-ciclododecano de partida. Si la cantidad de catalizador es muy baja, el tiempo de reacción necesario para completar la reacción de isomerización puede hacerse muy largo y por lo tanto puede no ser práctico para la industria. También, si se emplea el catalizador en una cantidad muy grande, puede provocar que el costo del proceso sea muy alto y por lo tanto se puede presentar una desventaja económica.

En el proceso de la presente invención, no existe limitación para el tipo de gas atmosférico en las regiones de reacción. Preferiblemente, al menos una región de la serie de las regiones de reacción se sella con un gas inerte. Más preferiblemente, toda la serie de las regiones de reacción se sellan con el gas inerte. El gas inerte incluye preferiblemente al menos un miembro seleccionado entre gas helio, gas neón, gas argón, gas hidrógeno, gas nitrógeno, gas monóxido de carbono, gas dióxido de carbono, gas metano y gas etileno, más preferiblemente de gas nitrógeno y de gas argón. Estos gases para el gas inerte se pueden emplear solos o en mezcla de dos o más de los mismos.

En el proceso de la presente invención, no existe limitación para la temperatura de reacción. Usualmente, la reacción de isomerización del compuesto de epoxi-ciclododecano se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de 100 a 350°C, más preferiblemente de 120 a 300°C, aún más preferiblemente de 150 a 250°C, más preferiblemente de 160 a 240°C. Si la temperatura de reacción es muy baja, puede provocar que la velocidad de la reacción sea baja y por lo tanto se vuelva impráctico el proceso en sí mismo. También, si la temperatura de reacción es muy alta, se puede promover la producción de subproductos que incluyen compuestos con altas temperaturas de ebullición, y por lo tanto puede ser insatisfactoria la eficiencia de la reacción.

Las temperaturas de las porciones de la mezcla líquida de reacción localizada en la serie de las regiones de reacción pueden ser diferentes entre sí.

Preferiblemente, la temperatura de la porción de la mezcla líquida de reacción localizada en la región de reacción situada en el extremo de la parte frontal se establece en un nivel relativamente bajo, y la temperatura de la porción de

la mezcla líquida de reacción localizada en la región situada en el extremo de la parte posterior de reacción, en la cual la porción de la mezcla de reacción tiene un menor contenido de compuesto no reaccionado de epoxi-ciclododecano, es igual o superior a aquella de la región de reacción situada en el extremo de la parte frontal. Particularmente, es preferible que la temperatura de una porción de la mezcla líquida de reacción localizada en la parte frontal de la serie de las regiones de reacción sea igual a, o menor que aquella en la parte posterior de la serie de las regiones de reacción. El control de temperatura anteriormente mencionado de la serie de las regiones de reacción permite lograr una alta conversión del compuesto de partida y una alta selectividad por el compuesto objetivo. Particularmente, la temperatura de reacción de la mezcla líquida de reacción en una porción de salida de la región posterior de reacción está preferiblemente controlada entre 0 y 100°C, más preferiblemente entre 1 y 50°C, por encima de la temperatura de una porción de la mezcla líquida de reacción en una porción de salida de la región de reacción situada en el extremo de la parte frontal de la serie de las regiones de reacción.

Las razones por medio de las cuales se mejora la selectividad por el compuesto objetivo, no son completamente claras. Se asume que, ya que el compuesto resultante de ciclododecanona exhibe una mayor estabilidad térmica a una alta temperatura que aquella del compuesto de partida de epoxi-ciclododecano, el deterioro térmico del compuesto de epoxi-ciclododecano se puede restringir con una alta eficiencia manteniendo la temperatura de la mezcla líquida de reacción en un nivel relativamente bajo en la parte frontal de la serie de las regiones de reacción e incrementando la temperatura de la mezcla líquida de reacción en la parte situada en el extremo de la parte posterior de la serie de las regiones de reacción.

En el proceso de la presente invención, no existe límite para la presión de la reacción. La reacción de isomerización se puede llevar a cabo bajo una presión más alta que la presión atmosférica, a presión atmosférica o a presión reducida.

El tiempo de reacción del proceso de la presente invención es variable en respuesta al contenido del catalizador en la mezcla líquida de reacción, a la temperatura de reacción y al miembro de las regiones de reacción en la serie de las regiones de reacción. Usualmente, el tiempo de reacción está preferiblemente entre 0,1 y 24 horas, más preferiblemente entre 0,5 y 20 horas.

En el proceso de la presente invención, la reacción de isomerización del compuesto de epoxi-ciclododecano se lleva a cabo usualmente sin el uso de un medio de reacción, particularmente, un solvente, debido a que el compuesto de partida de epoxi-ciclododecano y el compuesto resultante de ciclododecanona sirven como medio de reacción. Sin embargo, la reacción de isomerización del proceso de la presente invención se puede efectuar en un medio de reacción no polar.

El medio de reacción no polar incluye, por ejemplo, al menos un hidrocarburo cíclico que tiene 6 a 12 átomos de carbono, se lo emplea en un contenido que no exceda al contenido del compuesto de epoxi-ciclododecano en la mezcla líquida de reacción.

En el proceso de la presente invención, la reacción de isomerización del compuesto de epoxi-ciclododecano se lleva a cabo en un reactor que comprende una pluralidad de reacciones de reacción separadas entre sí y conectadas entre sí en serie a través de al menos un paso de líquido.

En un reactor convencional como el mostrado en la Fig. 1, se alimenta una mezcla líquida de reacción de partida que comprende un compuesto de epoxi-ciclododecano, un catalizador y opcionalmente un solvente desde una fuente alimentadora (no mostrada) en la parte frontal 1a de un solo recipiente de reacción 1 a través de una línea de alimentación 2, la mezcla de reacción alimentada se mueve desde la parte frontal 1a hacia una parte posterior 1b del recipiente de reacción 1, es enviada desde la parte posterior 1b a través de una línea de suministro 3.

En el proceso convencional como se muestra en la Fig. 1, la conversión del compuesto de partida y la selectividad por el compuesto objetivo son insatisfactorias.

En el proceso de la presente invención, la reacción de isomerización de un compuesto de epoxi-ciclododecano en presencia del catalizador específico mencionado anteriormente se lleva a cabo por medio de la alimentación de una mezcla líquida de reacción comprende un compuesto de epoxi-ciclododecano y un catalizador que incluye al menos un miembro seleccionado entre bromuro de litio y yoduro de litio dentro de una región de reacción situada en el extremo de la parte frontal de una pluralidad de las regiones de reacción conectadas entre sí en serie; el paso sucesivo de la mezcla líquida de reacción a través de la serie de las regiones de reacción para isomerizar catalíticamente al compuesto de epoxi-ciclododecano para producir un compuesto correspondiente de ciclododecanona; y recolectar la mezcla resultante de reacción que contiene al compuesto de ciclododecanona de una región de reacción situada en el extremo de la parte posterior de la serie de las regiones de reacción.

En una modalidad del proceso de la presente invención, la serie de las regiones de reacción incluye una pluralidad de recipientes de reacción independientes entre sí y conectados entre sí en serie en una forma tal que, con respecto a un par de recipientes de reacción frontal y posterior dispuestos en forma adyacente, el recipiente frontal está conectado al recipiente posterior a través de un conducto. En esta modalidad, una porción inferior del recipiente frontal está conectada a la porción superior del recipiente posterior a través de un conducto.

Un reactor que puede ser utilizado por la modalidad es mostrado en la Fig. 2.

ES 2 315 250 T3

En la Fig. 2, un reactor 10 incluye una pluralidad de recipientes de reacción, por ejemplo tres recipientes de reacción que incluyen un recipiente situado en el extremo de la parte frontal 11, un recipiente en la parte media 12 y un recipiente situado en el extremo de la parte posterior 13, que proveen respectivamente regiones de reacción separadas entre sí. Los recipientes de reacción 11, 12 y 13 están conectados entre sí en serie a través de los conductos de conexión 14 y 15. El recipiente de reacción situado en el extremo de la parte frontal 11 está conectado a una porción superior 11a del mismo hasta una línea de alimentación 16 para alimentar una mezcla líquida de reacción que contiene un compuesto de partida de epoxiciclododecano y un catalizador desde una fuente de suministro (no mostrada) hasta el interior del recipiente situado en el extremo de la parte frontal 11.

El conducto de conexión 14 está conectado en un extremo frontal del mismo a una porción inferior 11b del recipiente situado en el extremo de la parte frontal 11 y en un extremo de la parte posterior del mismo a una porción superior 12a del recipiente de la parte media 12. También, el conducto de conexión 15 está conectado en un extremo frontal del mismo a una porción inferior del recipiente de la parte media 12b y en un extremo de la parte posterior del mismo a una porción superior 13a del recipiente situado en el extremo de la parte posterior 13. Una porción inferior 13b del recipiente del extremo de la parte posterior 13 está conectada a una línea de suministro 17 a través de la cual la mezcla líquida de reacción resultante que contiene al compuesto objetivo es enviada fuera del reactor. Los recipientes 11, 12 y 13 pueden estar completamente cerrados como se muestra en la Fig. 2 y pueden ser completamente llenados con la mezcla líquida de reacción. También, las porciones superiores 11a, 12a y 13a de los recipientes pueden no ser llenadas con la mezcla líquida de reacción como se muestra en la Fig. 2, y al menos una de las porciones superiores 11a, 12a, 13a, puede ser sellada con un gas inerte. Uno o más de los conductos y de las líneas de alimentación y de suministro cuentan opcionalmente con un medio líquido de transporte, por ejemplo, una bomba para líquidos (no mostrada en la Fig. 2).

En otra modalidad de los procesos de la presente invención, la serie de las regiones de reacción incluye una pluralidad de cámaras de reacción separadas entre sí y conectadas entre sí de tal manera que, con respecto a un par de cámaras de reacción frontal y posterior dispuestas en forma adyacente entre sí, una porción superior del recipiente frontal está conectada a una porción superior del recipiente posterior a través de un paso de líquido a través del cual se permite que una porción de la mezcla líquida de reacción contenida en el recipiente frontal se desborde dentro del recipiente posterior.

Para esta modalidad, se puede utilizar un reactor mostrado en la Fig. 3.

En la Fig. 3, un recipiente de reacción cerrado 20 está dividido en compartimientos 25, 26 y 27 en una pluralidad de cámaras de reacción, por ejemplo, 4 cámaras de reacción 21, 22, 23 y 24, formando regiones de reacción. La cámara situada en el extremo de la parte frontal 21 está conectada a una línea de alimentación 28 para alimentar una mezcla líquida de reacción inicial a partir de una fuente de suministro (no mostrada), y la cámara situada en el extremo de la parte posterior 24 está conectada a una línea de suministro 29 para el suministro de la mezcla líquida de reacción resultante que contiene al compuesto objetivo. La parte superior del compartimiento 25 está situada más arriba que la parte superior del compartimiento 26 que está situada más arriba que la parte superior del compartimiento 27. Por lo tanto, la mezcla líquida de reacción alimentada dentro de la cámara situada en el extremo de la parte frontal 21 a través de la línea de alimentación 28 pasa sucesivamente a través de las cámaras de reacción 21, 22, 23 y 24, mientras se desborda sobre las partes superiores de los compartimientos 25, 26 y 27, y es finalmente suministrada desde la cámara situada en el extremo de la parte posterior 24 a través de la línea de suministro 29. El espacio del reactor 20 por encima de los niveles de líquido de las cámaras de reacción 21 a 24 se puede llenar con un gas inerte para sellar el reactor.

Particularmente, entre un par de cámaras de reacción adyacente entre sí y separadas entre sí con un compartimiento, se forma un paso de líquido sobre la parte superior de los compartimientos. El paso de líquido se puede formar por medio de una artesa, un canal o un conducto que se extiende sobre la parte superior del compartimiento.

En el reactor mostrado en la Fig. 3, cada uno de los compartimientos 25 a 27 puede tener al menos un agujero que puede permitir que la mezcla líquida de reacción a través suyo con una velocidad de flujo total menor que la velocidad de alimentación de la mezcla de reacción.

En aún otra modalidad de la presente invención, la serie de las regiones de reacción incluye una pluralidad de cámaras de reacción separadas entre sí con compartimientos dispuestos entre las cámaras de reacción y conectadas entre sí en serie a través de al menos un agujero formado en cada uno de los compartimientos. En esta modalidad, se puede utilizar un reactor como el mostrado en la Fig. 4. En la Fig. 4, el interior del reactor 30 está dividido en una pluralidad de cámaras de reacción, por ejemplo, 4 cámaras 31, 32, 33 y 34, con compartimientos 35, 36 y 37 cada uno teniendo al menos uno de los agujeros 35a, 36a y 37a a través de los cuales están conectadas entre sí las cámaras de reacción. Los agujeros de los compartimientos forman pasos de líquido. Los compartimientos pueden estar formados por medio de placas perforadas. La cámara situada en el extremo de la parte frontal 31 está conectada a una línea de alimentación 38 a través de la cual la mezcla líquida de reacción inicial es alimentada desde una fuente de alimentación (no mostrada) hasta el interior de la cámara situada en el extremo de la parte frontal 31. También, la cámara situada en el extremo de la parte posterior 34 está conectada a una línea de suministro 39 a través de la cual una mezcla líquida de reacción resultante que contiene un compuesto objetivo es suministrada desde la cámara situada en el extremo de la parte posterior 34 hasta fuera del reactor 30.

La mezcla líquida de reacción es alimentada dentro de la cámara situada en el extremo de la parte frontal 31 a través de la línea de alimentación 38, pasa sucesivamente a través de las cámaras de reacción separadas 31 a 34 mientras pasa a través de los agujeros 35a a 37a de los compartimientos 35 a 37 y la mezcla líquida de reacción resultante es enviada desde la cámara de reacción situada en el extremo de la parte posterior 34 a través de la línea de suministro 39.

En el reactor 30 de la Fig. 4, los compartimientos pueden ser iguales, o diferentes, en altura siempre y cuando cada cámara de reacción tenga una capacidad satisfactoria para la mezcla líquida de reacción.

En el proceso de la presente invención, no existe limitación para el número de las regiones de reacción siempre y cuando el número de las regiones de reacción sea de 2 o más. Usualmente, el número de las regiones de reacción es preferiblemente de 2 a 30, más preferiblemente de 3 a 10.

También, en el proceso de la presente invención, opcionalmente, la mezcla líquida de reacción es agitada en forma forzada en al menos una de las regiones de reacción por medio del uso de un agitador, de una bomba para circulación de líquido o un medio para burbujear gas, o es agitada suavemente por medio del flujo de la mezcla de reacción a través de las regiones de reacción o por medio de una corriente de convección en la mezcla de reacción, en cada región.

El reactor puede ser calentado por medio de un medio convencional de calentamiento, por ejemplo, una chaqueta de calentamiento a través de la cual circula un medio de calentamiento.

En el proceso de la presente invención, el uso de los tipos de reactores anteriormente mencionados permiten que la mezcla de reacción inicial que contiene un compuesto de epoxi-ciclododecano y un catalizador (bromuro de litio o yoduro de litio) y alimentada a través de una línea de alimentación dentro de una de las regiones de reacción situada en el extremo de la parte frontal del reactor, pase continuamente a través de una pluralidad de regiones de reacción conectadas entre sí a través de los pasos de líquido para isomerizar al compuesto de epoxi-ciclododecano con una alta conversión del mismo y con una alta selectividad por el compuesto objetivo de ciclododecanona en un período de tiempo relativamente corto, y que una mezcla resultante de la reacción que contiene un alto contenido del compuesto objetivo de ciclododecanona sea recolectada a partir de la región de reacción situada en el extremo de la parte posterior del reactor.

Ya que los compuestos de ciclododecanona y los correspondientes compuestos de epoxi-ciclododecano son muy cercanos entre sí, en sus propiedades físicas y químicas, es usualmente difícil separarlos y refinarlos por medio de destilación, cristalización o extracción. Por lo tanto, el compuesto no reaccionado de epoxi-ciclododecano y el compuesto objetivo de ciclododecanona contenidos en la mezcla líquida de reacción recolectada de la región de reacción situada en el extremo de la parte posterior son muy difíciles de separar entre sí. Por lo tanto, el contenido del compuesto no reaccionado de epoxi-ciclododecano en la mezcla líquida de reacción recolectada está preferiblemente controlada para un 5% en peso o menos, más preferiblemente un 2% en peso o menos, aún más preferiblemente un 1% en peso o menos.

La mezcla de reacción resultante recolectada de la región de reacción situada en el extremo de la parte posterior puede ser usada prácticamente como un producto del compuesto objetivo de ciclododecanona. Si es necesario, en vista del uso, el producto recolectado del compuesto de ciclododecanona se refina, por ejemplo, por medio de destilación para remover las impurezas con alta temperatura de ebullición (subproductos).

No existe límite para el tipo de materiales que se pueden utilizar para formar el reactor del proceso de la presente invención. Por ejemplo, el reactor se puede elaborar de vidrio o de acero inoxidable.

Ejemplos

Se ilustrará adicionalmente la presente invención por medio de los siguientes ejemplos.

- (1) En los ejemplos y en los ejemplos comparativos, se analizaron el material de partida y el producto resultante de la siguiente manera.

Se analizaron cuantitativamente el material de partida y el producto resultante por medio de cromatografía de gases utilizando una columna capilar de acuerdo con el método de estándar interno.

- (2) Ya que el peso molecular del compuesto de partida de epoxi-ciclododecano es igual a aquel del compuesto resultante de ciclododecanona correspondiente al compuesto de partida, la conversión del compuesto de epoxi-ciclododecano (porcentaje de la cantidad molar del compuesto de epoxi-ciclododecano consumido con base en la cantidad molar del compuesto de epoxi-ciclododecano suministrado), la selectividad por el compuesto de ciclododecanona (porcentaje de la cantidad molar del compuesto producido de ciclododecanona con base en la cantidad molar del compuesto consumido de epoxi-ciclododecano), el rendimiento del compuesto de ciclododecanona (un porcentaje de la cantidad molar del compuesto producido de ciclododecanona con base en la cantidad molar del compuesto suministrado de epoxi-ciclododecano), se calculan con base en el peso de los compuestos.

ES 2 315 250 T3

Ejemplo 1

Se empleó un reactor de vidrio que tiene una constitución como la mostrada en la Fig. 3. En el reactor, se prove-
yeron cuatro cámaras de reacción 21, 22, 23 y 24. Las capacidades para contener líquido de la cámara situada en el
extremo de la parte frontal 21, la cámara frontal siguiente 22, la cámara posterior siguiente 23 y la cámara situada en
el extremo de la parte posterior 24, eran de 27 ml, 24 ml, 22 ml y 46 ml y la capacidad total para contener líquido del
reactor era de 119 ml. Las cámaras 21 a 24 se separaron una de la otra por medio de placas de separación de vidrio 25,
26, 27 y 28 sin perforaciones.

Se alimentaron continuamente una mezcla líquida inicial de reacción que contenía 98,3% en peso de epoxi-
ciclododecano, 0,2% en peso de ciclododecanona y 0,35% en peso de yoduro de litio (que contenía hasta 0,4% molar con
base en la cantidad molar del epoxi-
ciclododecano) y el resto hasta completar el balance consistente en impurezas,
dentro de la cámara situada en el extremo de la parte frontal 21 del reactor, a través de la línea de alimentación 28 con
una velocidad de alimentación de 35 ml/h por medio del uso de una bomba para transporte de líquido (no mostrada en
la Fig. 3). Se colocó el reactor en un baño de aceite calentado a una temperatura de 230°C.

La mezcla líquida de reacción alimentada sucesivamente pasó a través de las cámaras 21 a 24 mientras desbordaba
la parte superior de las placas de separación 25 a 27, y mientras se pasaba gas nitrógeno a través del espacio superior
20a del reactor, para isomerizar catalíticamente al epoxi-
ciclododecano en ciclododecanona.

En cada cámara de reacción, se agitó la mezcla líquida de reacción por medio de un agitador (no mostrado en la
Fig. 3).

Finalmente, la mezcla líquida de reacción resultante fue enviada desde la cámara situada en el extremo de la
parte posterior 24 a través de la línea de suministro 29. El tiempo promedio de permanencia de la mezcla líquida de
reacción en el reactor fue de 3,4 horas, y la temperatura promedio de la mezcla de reacción en cada una de las cámaras
de reacción 21 a 24 fue de 230°C.

Después de que el procedimiento de reacción anteriormente mencionado alcanzó una condición estable, se enfrió
la mezcla de reacción suministrada a temperatura ambiente. Se disolvió una cantidad de 0,1 g de una muestra de la
mezcla de reacción enfriada en 10 ml de tolueno y se sometió la solución a análisis por medio de cromatografía de
gases.

En los resultados del análisis, se confirmó que la mezcla líquida de reacción suministrada contenía 96,5% en
peso de ciclododecanona y 0,3% en peso de epoxi-
ciclododecano no reaccionado. De este modo, en la reacción de
isomerización, la conversión del epoxi-
ciclododecano fue del 99,7% y la selectividad por la ciclododecanona fue del
98,3%.

Ejemplo 2

Se preparó ciclododecanona por medio de los mismos procedimientos y reactor empleados en el Ejemplo 1, excepto
porque la mezcla líquida de reacción alimentada contenía 98,0% en peso de epoxi-
ciclododecano, 0,2% en peso de
ciclododecanona y 0,64% en peso de yoduro de litio (correspondiente a 0,88% molar con base en la cantidad molar
de epoxi-
ciclododecano), la velocidad de la alimentación fue de 33 ml/h, la temperatura promedio de reacción en cada
una de las cámaras de reacción fue de 200°C, y la capacidad total de las cámaras de reacción fue de 90 ml.

De acuerdo con los análisis por medio de cromatografía de gases, la mezcla de reacción resultante suministrada
desde la cámara situada en el extremo de la parte posterior 24 contenía 96,2% en peso de ciclododecanona y 0,8% en
peso de epoxi-
ciclododecano no reaccionado. De este modo, la conversión de epoxi-
ciclododecano fue del 99,2% y la
selectividad de la ciclododecanona fue del 98,8%.

El tiempo de permanencia promedio de la mezcla de reacción en el reactor fue de 2,7 horas y la temperatura de
reacción en cada una de las cámaras de reacción 21 a 24 fue de 200°C.

Ejemplo 3

Se preparó ciclododecanona por medio de los mismos procedimientos y reactor empleados en el Ejemplo 1, excepto
porque la mezcla líquida de reacción alimentada contenía 98,1% en peso de epoxi-
ciclododecano, 0,2% en peso de
ciclododecanona y 0,47% en peso de bromuro de litio (correspondiente a 1,0% molar con base en la cantidad molar
de epoxi-
ciclododecano), la velocidad de la alimentación fue de 36 ml/h, la temperatura promedio de reacción en cada
una de las cámaras de reacción fue de 230°C, y la capacidad total de las cámaras de reacción fue de 85 ml.

De acuerdo con los análisis por medio de cromatografía de gases, la mezcla de reacción resultante suministrada
desde la cámara situada en el extremo de la parte posterior 24 contenía 90,5% en peso de ciclododecanona y 2,8% en
peso de epoxi-
ciclododecano no reaccionado. De este modo, la conversión de epoxi-
ciclododecano fue del 97,1% y la
selectividad de la ciclododecanona fue del 94,8%.

ES 2 315 250 T3

El tiempo de permanencia promedio de la mezcla de reacción en el reactor fue de 2,4 horas y la temperatura de reacción en cada una de las cámaras de reacción 21 a 24 fue de 230°C.

5 Ejemplo 4

Se empleó un reactor que tiene recipientes de reacción de vidrio 11 a 13 mostrado en la Fig. 2. Cada recipiente tenía una capacidad de 50 ml.

10 Se alimentó continuamente una mezcla líquida de reacción que contenía 97,9% en peso de epoxi-ciclododecano, 0,2% en peso de ciclododecanona, 0,68% en peso de yoduro de litio (correspondiente a 0,94% molar con base en la cantidad molar de epoxi-ciclododecano) y el resto hasta completar el balance correspondiente a impurezas con una velocidad de alimentación de 42 mL/h dentro de un recipiente situado en el extremo de la parte frontal 11 del reactor a través de una bomba fija de suministro. La mezcla líquida de reacción alimentada paso sucesivamente a través
15 del recipiente situado en el extremo de la parte frontal 11, del conducto 14, del recipiente en la parte media 12, del conducto 15 y del recipiente situado en el extremo de la parte posterior 13, para isomerizar al epoxi-ciclododecano. El tiempo promedio de permanencia de la mezcla de reacción en el reactor fue de 3,6 horas. Finalmente, la mezcla de reacción resultante fue enviada desde el recipiente situado en el extremo de la parte posterior 13 a través de la línea de suministro 17.

20 En cada uno de los recipientes de reacción 11 a 13, se agitó la mezcla de reacción por medio de un agitador (no mostrado en la Fig. 2) y se controló la temperatura de la mezcla de reacción a 200°C.

Después de que se estabilizaron los procedimientos de reacción de la mezcla líquida de reacción en el reactor,
25 se recolectó una muestra de la mezcla de reacción suministrada a temperatura ambiente y se la disolvió en una concentración de 10 g/litro en tolueno y se sometió la solución a análisis por medio de cromatografía de gases. Por medio de análisis, se confirmó que la mezcla de reacción suministrada contenía 96,1% en peso de ciclododecanona, y 0,6% en peso de epoxi-ciclododecano, y la conversión de epoxi-ciclododecano fue del 99,4% y la selectividad por la ciclododecanona fue del 98,6%.

30

Ejemplo 5

35 Se preparó ciclododecanona por medio de los mismos procedimientos de reacción y reactor que en el Ejemplo 4, excepto porque la mezcla líquida de reacción alimentada contenía 98,8% en peso de 1,2-epoxi-5,9-ciclododecadieno, 0,70% en peso de yoduro de litio (correspondiente a 0,95% molar con base en la cantidad molar de 1,2-epoxi-5,9-ciclododecadieno) y el resto hasta completar el balance correspondiente a impurezas.

40 De acuerdo con los análisis, se confirmó que la mezcla de reacción suministrada contenía 96,6% en peso de 1-oxo-5,9-ciclododecadieno y 0,3% en peso de 1,2-epoxi-5,9-ciclododecadieno, y la conversión de 1,2-epoxi-5,9-ciclododecadieno fue del 99,7% y la selectividad por el 1-oxo-5,9-ciclododecadieno fue del 98,1%. El tiempo promedio de permanencia de la mezcla de reacción en el reactor fue de 3,6 horas.

45 Ejemplo 6

Se preparó ciclododecanona por medio de los mismos procedimientos de reacción y reactor empleados en el Ejemplo 4, excepto porque la temperatura de reacción del recipiente situado en el extremo de la parte frontal era de 180°C, la temperatura de reacción del recipiente del medio era de 200°C y la temperatura de reacción del recipiente
50 situado en el extremo de la parte posterior era de 220°C.

De acuerdo con los análisis, se confirmó que la mezcla de reacción suministrada contenía 97,4% en peso de ciclododecanona y 0,1% en peso de epoxi-ciclododecano, y la conversión de epoxi-ciclododecano fue de 99,9% y la selectividad por la ciclododecanona fue del 99,4%.

55

Los tiempos de permanencia promedio de la mezcla de reacción en los recipientes situados en el extremo de la parte frontal, en el medio y en extremo de la parte posterior fueron cada uno de 1,2 horas y el tiempo promedio de permanencia total fue de 3,6 horas.

60

Ejemplo Comparativo 1

Se empleó un reactor de vidrio como el mostrado en la Fig. 1. El reactor de vidrio 1 tenía una única región de reacción. La mezcla líquida de reacción que contenía 98,2% en peso de epoxi-ciclododecano, 0,2% en peso de ciclododecanona y 0,42% en peso de yoduro de litio (correspondiente a 0,58% molar con base en la cantidad total de epoxi-ciclododecano) y el resto hasta completar el balance correspondiente a impurezas, fue alimentada dentro del reactor a través de una línea de alimentación 2 con una velocidad de alimentación de 31 mL/h con una temperatura de reacción de 230°C de tal manera que la mezcla líquida de reacción esté contenida en una cantidad de 105 mL en
65

ES 2 315 250 T3

el reactor 1, mientras pasa gas nitrógeno a través de un espacio por encima del nivel de la mezcla líquida de reacción contenida en el reactor 1, para isomerizar epoxi-ciclododecano, bajo condiciones de reacción similares a aquellas en el Ejemplo 1. La mezcla líquida de reacción suministrada desde el reactor a través de una línea de suministro 3 fue sometida a análisis por medio de cromatografía gaseosa. De acuerdo con el análisis, se confirmó que la mezcla líquida de reacción resultante contenía 89,0% en peso de ciclododecanona, 3,1% en peso de epoxi-ciclododecano, la conversión de epoxi-ciclododecano fue de 96,8% y la selectividad por la ciclododecanona fue del 93,4%.

El tiempo promedio de permanencia de la mezcla líquida de reacción en el reactor fue de 3,4 horas.

Ejemplo Comparativo 2

Se empleó un reactor de vidrio como el mostrado en la Fig. 1. El reactor de vidrio 1 tenía una única región de reacción. La mezcla líquida de reacción que contenía 97,9% en peso de epoxi-ciclododecano, 0,2% en peso de ciclododecanona y 0,70% en peso de yoduro de litio (correspondiente a 0,97% molar con base en la cantidad molar de epoxi-ciclododecano) y el resto hasta completar el balance correspondiente a impurezas, fue alimentada dentro del reactor a través de una línea de alimentación 2 con una velocidad de alimentación de 35 mL/h con una temperatura de reacción de 200°C de tal manera que la mezcla líquida de reacción esté contenida en una cantidad de 105 mL en el reactor, mientras pasa gas nitrógeno a través de un espacio por encima del nivel de la mezcla líquida de reacción contenida en el reactor 1, para isomerizar epoxi-ciclododecano, bajo condiciones de reacción similares a aquellas en el Ejemplo 2. La mezcla líquida de reacción suministrada desde el reactor a través de una línea de suministro 3 fue sometida a análisis por medio de cromatografía gaseosa. De acuerdo con el análisis, se confirmó que la mezcla líquida de reacción resultante contenía 86,9% en peso de ciclododecanona, 6,8% en peso de epoxi-ciclododecano, la conversión de epoxi-ciclododecano fue de 93,1% y la selectividad por la ciclododecanona fue del 95,2%.

El tiempo promedio de permanencia de la mezcla líquida de reacción en el reactor fue de 3,0 horas.

Ejemplo Comparativo 3

Se empleó un reactor de vidrio como el mostrado en la Fig. 1. El reactor de vidrio 1 tenía una única región de reacción. La mezcla líquida de reacción que contenía 98,1% en peso de epoxi-ciclododecano, 0,2% en peso de ciclododecanona y 0,47% en peso de bromuro de litio (correspondiente a 1,0% molar con base en la cantidad molar de epoxi-ciclododecano) y el resto hasta completar el balance correspondiente a impurezas, fue alimentada dentro del reactor a través de una línea de alimentación 2 con una velocidad de alimentación de 36 mL/h con una temperatura de reacción de 230°C de tal manera que la mezcla líquida de reacción esté contenida en una cantidad de 105 mL en el reactor 1, mientras pasa gas nitrógeno a través de un espacio por encima del nivel de la mezcla líquida de reacción alimentada localizada en el reactor 1, para isomerizar epoxi-ciclododecano, bajo condiciones de reacción similares a aquellas en el Ejemplo 3. La mezcla líquida de reacción suministrada desde el reactor a través de una línea de suministro 3 fue sometida a análisis por medio de cromatografía gaseosa. De acuerdo con el análisis, se confirmó que la mezcla líquida de reacción resultante contenía 77,8% en peso de ciclododecanona, 12,7% en peso de epoxi-ciclododecano, la conversión de epoxi-ciclododecano fue de 87,1% y la selectividad de la ciclododecanona fue del 90,9%.

El tiempo promedio de permanencia de la mezcla líquida de reacción en el reactor fue de 2,9 horas.

Las condiciones de reacción y los resultados del análisis de los Ejemplo 1 a 6 y de los Ejemplos Comparativos 1 a 3 se muestran en la Tabla 1.

(Tabla pasa a página siguiente)

Ítem Ejemplo No.	Condiciones de reacción					Resultados del análisis	
	El número de regiones de reacción	Velocidad de alimentación (ml/h)	Catalizador (% molar)	Temperatura de reacción (°C)	Tiempo de residencia (h)	Compuesto de partida (Conversión, %)	Compuesto resultante (Selectividad, %)
Ejemplo 1	4	35	LiI (0,49)	230	3,4	ECD (99,7)	CDON (98,3)
Ejemplo Comparativo 1	1	31	LiI (0,58)	230	3,4	ECD (96,8)	CDON (93,4)
Ejemplo 2	4	33	LiI (0,88)	200	2,7	ECD (99,2)	CDON (98,8)
Ejemplo Comparativo 2	1	35	LiI (0,97)	200	3,0	ECD (93,1)	CDON (95,2)
Ejemplo 3	4	36	LiBr (1,0)	230	2,4	ECD (97,1)	CDON (94,8)
Ejemplo Comparativo 3	1	36	LiBr (1,0)	230	2,9	ECD (87,1)	CDON (90,9)
Ejemplo	4	42	LiI (0,94)	200	3,6	ECD (99,4)	CDON (98,6)
	5	42	LiI (0,95)	200	3,6	ECD'' (99,7)	CDDE (98,1)
	6	42	LiI (0,949)	180 - 220	3,6	ECD (99,9)	CDON (99,4)

Nota: ECD ...Epoxiciclododecano

CDON ...Ciclododecanona

ECD'' ...1,2-Epoxi-5,9-ciclododecadieno

CDDE ...1-Oxo-5,9-ciclododecadieno

Todos los procedimientos de reacción en los ejemplos y en los ejemplos comparativos fueron llevados a cabo en una atmósfera de gas inerte.

Referencias citadas en la descripción

Este listado de referencias citado por el solicitante es únicamente para conveniencia del lector. No forma parte del documento europeo de la patente. Aunque se ha tenido gran cuidado en la recopilación, no se pueden excluir los errores o las omisiones y la OEP rechaza toda responsabilidad en este sentido.

Documentos de patente citados en la descripción

- DE 3744094 [0004]
- SU 407874 [0008]
- DE 3601380 [0005]

Literatura citada en la descripción que no es de patente

- *Zh. Org. Khim*, 1990, vol. 26 (7), 1497-1500 [0012]

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para fabricación continua de un compuesto de ciclododecanona, que comprende

alimentar una mezcla líquida de reacción que incluye un compuesto de epoxi-ciclododecano y un catalizador que contiene al menos un miembro seleccionado entre bromuro de litio y yoduro de litio dentro de una región de reacción situada en el extremo de la parte frontal de una pluralidad de regiones de reacción conectadas entre sí en serie;

pasar sucesivamente la mezcla líquida de reacción a través de la serie de regiones de reacción para isomerizar catalíticamente al compuesto de epoxi-ciclododecano para producir al correspondiente compuesto de ciclododecanona; y

recolectar la mezcla de reacción resultante que contiene al compuesto de ciclododecanona del extremo de la parte trasera de la región de reacción de la serie de regiones de reacción.

2. El proceso para fabricación en forma continua de un compuesto de ciclododecanona como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde el compuesto de epoxi-ciclododecano se selecciona entre compuestos cicloalifáticos saturados e insaturados que tienen 12 átomos de carbono y que cuentan con un grupo epoxi.

3. El proceso para fabricación en forma continua de un compuesto de ciclododecanona como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde el compuesto de epoxi-ciclododecano se selecciona entre monoepoxi-ciclododecano, monoepoxi-ciclododecenos, monoepoxi-ciclo-dodecadienos o monoepoxi-ciclododecatrienos.

4. El proceso para fabricación en forma continua de un compuesto de ciclododecanona como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde la temperatura de una porción de la mezcla líquida de reacción localizada en una parte posterior de la serie de las regiones de reacción es controlada para ser igual a, o superior a, aquella en la parte frontal de la serie de las regiones de reacción.

5. El proceso para fabricación en forma continua de un compuesto de ciclododecanona como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde la serie de las regiones de reacción están constituidas por una pluralidad de recipientes de reacción independientes entre sí y conectados entre sí en serie en una forma que, con respecto a un par de recipientes de reacción frontal y posterior dispuestos en forma adyacente entre sí, el recipiente frontal está conectado al recipiente posterior a través de un conducto.

6. El proceso para fabricación en forma continua de un compuesto de ciclododecanona como el reivindicado en la reivindicación 5, en donde la porción inferior del recipiente frontal está conectada a una porción superior del recipiente posterior a través del conducto.

7. El proceso para fabricación en forma continua de un compuesto de ciclododecanona como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde la serie de las regiones de reacción están constituidas por una pluralidad de cámaras de reacción separadas entre sí y conectadas entre sí en una forma que, con respecto a un par de cámaras de reacción frontal y posterior dispuestas en forma adyacente entre sí, una porción superior del recipiente frontal está conectada a una porción superior del recipiente posterior a través de un paso para líquido a través del cual una porción de la mezcla líquida de reacción contenida en el recipiente frontal se le permite rebosar dentro del recipiente posterior.

8. El proceso para fabricación en forma continua de un compuesto de ciclododecanona como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde la serie de las regiones de reacción comprende una pluralidad de cámaras de reacción separadas entre sí por medio de separaciones dispuestas entre las cámaras de reacción y conectadas entre sí en serie a través de al menos un agujero formado en cada una de las separaciones.

9. El proceso para fabricación en forma continua de un compuesto de ciclododecanona como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde al menos una de las regiones de reacción está sellada con un gas inerte.

10. El proceso para fabricación en forma continua de un compuesto de ciclododecanona como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde el catalizador está presente en una cantidad entre 0,01 y 20% molar con base en la cantidad molar del compuesto de epoxi-ciclododecano.

11. El proceso para fabricación en forma continua de un compuesto de ciclododecanona como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde la mezcla líquida de reacción en la serie de las regiones de reacción es calentada hasta una temperatura de 100 a 350°C.

12. El proceso para fabricación en forma continua de un compuesto de ciclododecanona como el reivindicado en la reivindicación 11, en donde la temperatura de la mezcla líquida de reacción localizada en la porción de salida de la región de reacción situada en el extremo de la parte posterior está controlada entre 0 y 100°C por encima de aquella en la porción de salida de la región de reacción situada en el extremo de la parte frontal.

ES 2 315 250 T3

13. El proceso para fabricación en forma continua de un compuesto de ciclododecanona como el reivindicado en la reivindicación 1, en donde la mezcla líquida de reacción pasa a través de la serie de las regiones de reacción en un tiempo de 0,1 a 24 horas.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Fig.1

(ESTADO DEL ARTE)

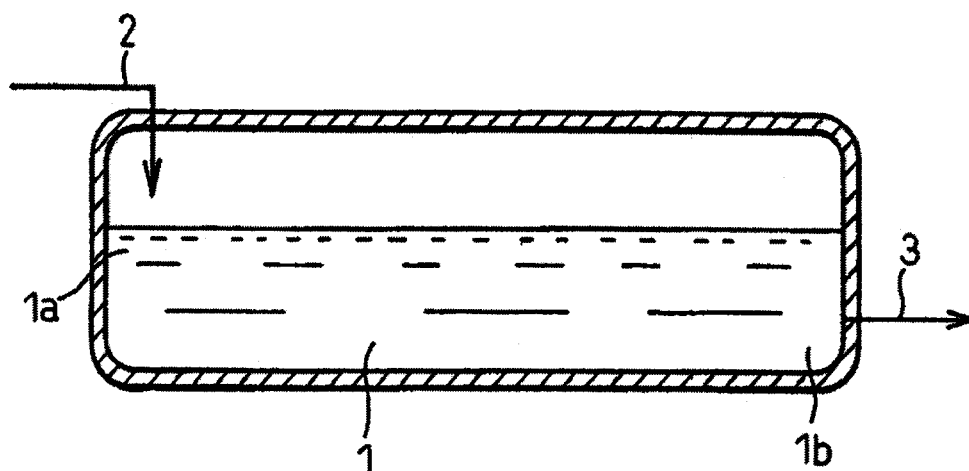


Fig.2

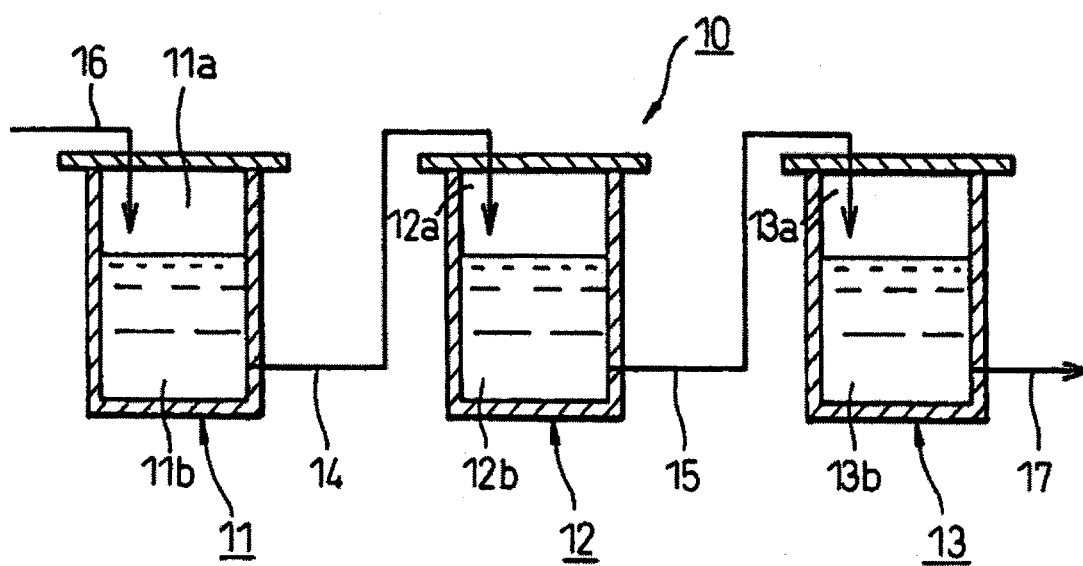


Fig.3

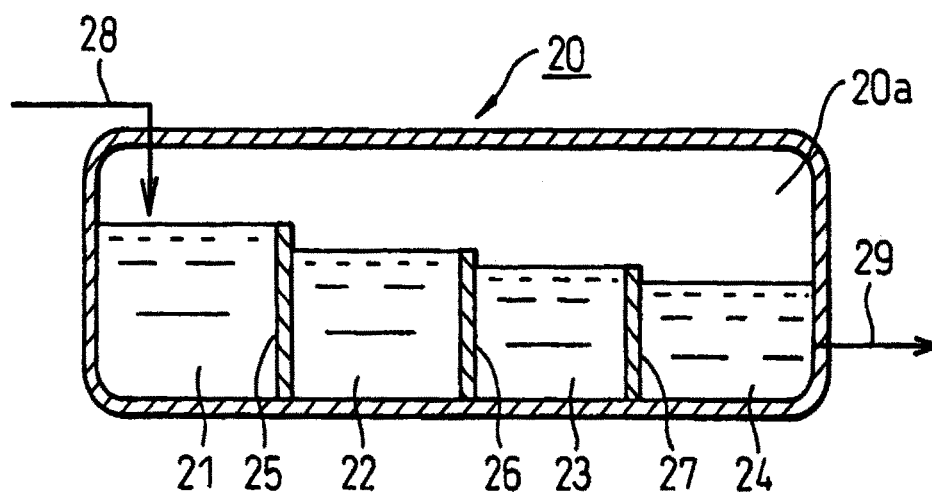


Fig.4

