



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 297 637**

51 Int. Cl.:

C07C 231/06 (2006.01)

C07C 233/09 (2006.01)

C07C 51/06 (2006.01)

C07C 67/20 (2006.01)

C07C 57/04 (2006.01)

C07C 69/54 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **05257081 .9**

86 Fecha de presentación : **17.11.2005**

87 Número de publicación de la solicitud: **1666451**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **07.06.2006**

54

Título: **Procedimiento mejorado de reacciones químicas que incluyen cianhidricas.**

30

Prioridad: **24.11.2004 US 630872 P**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.05.2008

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.05.2008

73

Titular/es: **Rohm and Haas Company**
100 Independence Mall West
Philadelphia, Pennsylvania 19106-2399, US

72

Inventor/es: **Chang-Mateu, I-Hwa Midey;**
DeCourcy, Michael Stanley;
Schladenhauffen, Paul Benjamin;
Wilczynski, Robert y
Zolotorofe, Donald

74

Agente: **Carpintero López, Francisco**

ES 2 297 637 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento mejorado de reacciones químicas que incluyen cianhidrinas.

5 La presente invención se refiere a la minimización de la descomposición térmica de cianhidrinas en reacciones químicas que incluyen cianhidrinas, tales como reacciones de hidrólisis de cianhidrina de acetona, por la que aumenta el rendimiento general de productos.

10 Existen muchos procedimientos químicos que incluyen cianhidrinas, ya sea como reactivos o como productos. Por ejemplo, procedimientos comerciales bien conocidos para la producción de ácido metacrílico ("MAA") y ésteres del mismo, tales como metacrilato de metilo ("MMA") y metacrilato de butilo ("BMA"), a partir de cianhidrina de acetona típicamente incluyen a una serie de reacciones, incluida la reacción de hidrólisis inicial de cianhidrina de acetona con ácido sulfúrico. El procedimiento para la producción de MMA y ésteres de MAA también incluye el craqueo de los productos de hidrólisis y otra reacción, tal como una reacción de acidificación para formar MAA, o una reacción de esterificación para formar ésteres de MAA. Además, la cianhidrina de acetona misma es el producto de reacción de 15 acetona con cianuro de hidrógeno. El mercado comercial para MAA y ésteres del mismo es extremadamente sensible al coste y, por consiguiente, cualquier mejora en el rendimiento del producto, aunque sea leve, puede dar lugar a ahorros significativos.

20 Se sabe que las cianhidrinas son susceptibles de descomposición en presencia de ácidos fuertes (por ejemplo, ácido sulfúrico o fosfórico) o bases fuertes (por ejemplo, sosa cáustica o dietilamina) formando cianuro de hidrógeno y otros productos de descomposición (dependiendo de la naturaleza de la cianhidrina) a temperaturas elevadas, tales como, por ejemplo, superiores a aproximadamente 70°C. La descomposición de cianhidrina en reacciones en las que las cianhidrinas son ellas mismas los productos deseados da lugar directamente a la disminución del rendimiento de 25 productos. La descomposición de cianhidrina en reacciones en las que las cianhidrinas son intermedios o reactivos en otras reacciones, tales como en la producción de MAA y sus ésteres, da lugar indirectamente a la disminución del rendimiento de productos, ya que una porción de la cianhidrina se destruye en vez de consumirse por medio de otras reacciones para producir los productos de reacción deseados, previstos. Por consiguiente, la minimización de descomposición de cianhidrina es un objetivo actual de los fabricantes de productos químicos cuyas reacciones incluyen cianhidrinas. 30

35 Se sabe también que aunque las altas temperaturas generalmente incrementan la velocidad de reacción de las reacciones químicas que incluyen cianhidrinas, tales reacciones también son típicamente exotérmicas. Por consiguiente, en vista de la potencial descomposición de cianhidrinas a altas temperaturas, es importante controlar estrictamente la temperatura de reacción en los procedimientos que incluyen cianhidrinas para mantener las velocidades de reacción mientras se minimiza la descomposición de las cianhidrinas.

40 Un procedimiento conocido en la técnica para controlar estrictamente la temperatura de reacción de las reacciones que incluyen cianhidrinas, incluida la reacción de hidrólisis de cianhidrina de acetona con ácido sulfúrico, es contener la zona de reacción (donde se produce la reacción) en uno o más tanques de reacción con agitación continua ("CSTR"). Los CSTR son típicamente hervidores o tanques bien agitados y, por diversas razones, un procedimiento de reacción puede incluir dos o más CSTR conectados en serie. Frecuentemente se seleccionan CSTR que contienen zonas de reacción de reacciones químicas particulares que necesitan homogeneidad porque los expertos en la técnica saben que 45 proporcionan un ambiente de reacción homogéneo, es decir, en el que la composición de la mezcla de reacción y la temperatura de reacción son homogéneas en toda la zona de reacción. Esto significa que en la técnica se entiende y asume que la composición y temperatura a las que se lleva a cabo la reacción dentro de un CSTR son las mismas que la composición y temperatura en todos los lugares dentro del CSTR, como así también en la corriente de salida del CSTR. Tal uniformidad de temperatura y composición es útil para optimizar el rendimiento de las reacciones químicas, incluidas aquellas que incluyen cianhidrinas, tales como las reacciones de hidrólisis de cianhidrina de acetona, según 50 los procedimientos de la técnica anterior.

55 Por ejemplo, la Encyclopedia of Chemical Technology, de Kirk-Othmer, 4ª Edición, Vol. 16, John Wiley & Sons, 1995, páginas 16-18 y Figura 4, enseña la preparación de MAA y sus ésteres usando el procedimiento bien conocido que comienza con la hidrólisis de cianhidrina de acetona con ácido sulfúrico en un CSTR. De manera similar, la Publicación de Patente de EEUU N° 2003/0208093 (US '093) enseña un procedimiento para la producción de MAA y sus ésteres en el que se usa una serie de dos o tres CSTR para la reacción de hidrólisis de cianhidrina de acetona con ácido sulfúrico. La Patente de EEUU N° 2003/0208093 enseña que la temperatura de reacción de la hidrólisis es típicamente desde 70°C hasta 135°C (lo que significa que la temperatura de la mezcla de reacción en masa en el CSTR es desde 70°C hasta 135°C). Según las enseñanzas de ambos documentos, la reacción de hidrólisis produce una mezcla 60 de hidrólisis que comprende α -sulfatoinsobutiramida ("SIBAM"), α -hidroxiisobitiramida ("HIBAM"), y una cantidad menor de metacrilamida ("MAM"). La mezcla de hidrólisis se somete a una reacción de craqueo en la que SIBAM e HIBAM se convierten en más MAM. El producto MAM resultante puede a continuación hacerse reaccionar con agua para producir MAA y con alcoholes (por ejemplo, metanol, butanol) para producir ésteres de MAA, (por ejemplo, MMA, BMA).

65 Sin embargo, sorprendentemente y a diferencia del conocimiento general en la técnica, se descubrió que cuando se usan CSTR en reacciones que incluyen cianhidrinas, tales como la reacción de hidrólisis de cianhidrina de acetona con ácido sulfúrico, se presentan regiones persistentes de alta temperatura en y alrededor del sitio donde se introduce

la carga del reactivo en el CSTR (denominado en lo sucesivo “punto de adición”). Estas regiones localizadas de alta temperatura (denominadas en lo sucesivo “puntos calientes”) pueden estar hasta 10°C, o incluso hasta 20°C, por encima de la temperatura de otro modo uniforme de la mezcla de reacción en masa dentro del CSTR. Estos puntos calientes promueven la descomposición térmica de la cianhidrina, conduciendo de esta manera a una fuente significativa de disminución del rendimiento del producto.

Por consiguiente, por ejemplo, en un procedimiento de producción de MAA y sus ésteres, que incluye la reacción de hidrólisis de cianhidrina de acetona con ácido sulfúrico en un CSTR, donde se mantiene la temperatura de reacción dentro del intervalo presumiblemente seguro desde 80°C hasta 90°C, el punto caliente en el punto de adición de la cianhidrina de acetona es superior a 90°C, lo que promueve la descomposición de la cianhidrina de acetona sobre la producción de los productos de hidrólisis de preferencia (es decir, SIBAM, HIBAM y MAM) que se necesitan para otras reacciones posteriores y para la producción final de MAA y sus ésteres. Tales pérdidas de rendimiento irreversibles puede ser tan elevadas como del 3% y son, por consiguiente, muy significativas para los procedimientos de producción general de MAA y de éster de MAA.

Aparte de todas las variables del procedimiento en la reacción de hidrólisis discutida anteriormente, los estudios revelaron que la temperatura de reacción es la más significativa con respecto a la descomposición de cianhidrina de acetona. En promedio, la experimentación de laboratorio realizada por los solicitantes reveló que la descomposición de cianhidrina de acetona disminuye el rendimiento de la hidrólisis en aproximadamente un 1% por cada 10°C de aumento de la temperatura de reacción de la hidrólisis. Por ejemplo, en las reacciones de hidrólisis de cianhidrina de acetona con ácido sulfúrico, llevadas a cabo en un CSTR a escala de laboratorio, se determinó que un incremento de 10°C en la temperatura de hidrólisis, desde 85°C hasta 95°C, dio como resultado un aumento del 1% de pérdida de rendimiento del producto.

Además, es importante mezclar rápida y exhaustivamente los reactivos con el medio de reacción en la zona de reacción por varias razones, que incluyen facilitar el control de temperatura en reacciones que incluyen cianhidrinas. La Patente de EEUU N° 5.763.687 describe que la mezcla exhaustiva en una reacción química para producir compuestos mononitro aromáticos puede llevarse a cabo mediante el uso de un reactor tubular con una configuración interna particular. Más particularmente, se montan y se posicionan una pluralidad de piezas tabulares trenzadas dentro del reactor tubular tal que cuando se cargan los reactivos en el reactor se mezclen eficazmente a medida que pasan a través del reactor.

En vista de las anteriores dificultades y defectos para realizar las reacciones que incluyen las cianhidrinas usando CSTR, que dan como resultado la formación recientemente descubierta de un punto caliente perjudicial en el punto de adición al CSTR, existe una necesidad de un procedimiento para llevar a cabo tales reacciones que minimice el potencial de descomposición de las cianhidrinas. El procedimiento de la presente invención logra este objetivo usando un aparato reactor que asegura la mezcla rápida y exhaustiva de los reactivos con el medio de reacción en la zona de reacción y manipulando la temperatura de reacción.

En una forma de realización general de la presente invención, se proporciona un procedimiento para minimizar la descomposición de cianhidrinas en un proceso de reacción exotérmica que incluye cianhidrinas. El procedimiento comprende las etapas de: (a) proporcionar un medio de reacción a un reactor tubular que contiene al menos una zona de reacción en el mismo y que tiene medios de mezcla internos posicionados en al menos una zona de reacción; (b) proporcionar uno o más reactivos al reactor tubular; y (c) mezclar el medio de reacción con uno o más reactivos en al menos una zona de reacción, formando de esta manera una mezcla de reacción en masa con una composición sustancialmente homogénea y una temperatura de reacción sustancialmente homogénea. La reacción exotérmica produce una cantidad de calor y, por consiguiente, el procedimiento de la presente invención además comprende (d) eliminar una cantidad de calor del proceso de reacción exotérmico; y (e) hacer reaccionar el o los reactivos en al menos una zona de reacción para producir un producto mezclado con una temperatura de la masa.

El reactor tubular puede comprender dos o más reactores tubulares montados en paralelo o en serie uno con otro. Los medios de mezcla internos del reactor tubular pueden ser al menos un dispositivo seleccionado del grupo constituido por: mezcladoras estáticas, placas con orificios, venturis, mezcladoras de corriente, ductores, placas perforadas, rociadores, agitadores, mezcladoras rotativas, bucles de circulación de alta velocidad, y boquillas de pulverización. Además, el medio de reacción y el o los reactivos pueden proporcionarse al reactor tubular en una proporción medio:reactivos de entre 2:1 y 200:1.

En una forma de realización particular de la presente invención, la etapa de eliminación de una cantidad de calor puede llevarse a cabo enfriando el medio de reacción hasta una temperatura entre 1°C y 10°C inferior a la temperatura de la masa previo a proporcionar el medio de reacción al reactor tubular.

En otra forma de realización particular de la presente invención, puede proporcionarse el primero de uno o más reactivos al reactor tubular en al menos uno de una pluralidad de puntos de adición por medio de una pluralidad de dispositivos inyectoros posicionados en forma de circunferencia alrededor del aparato reactor tubular. La etapa de mezcla del medio de reacción con el o los reactivos para formar una mezcla de reacción en masa homogénea puede realizarse, al menos en parte, seleccionando y usando uno o más de la pluralidad de dispositivos inyectoros para proporcionar al menos el primero de uno o más reactivos al reactor tubular.

ES 2 297 637 T3

En otra forma de realización más de la presente invención, el proceso de reacción exotérmica que incluye cianhidrinas es una reacción de hidrólisis, en la que un primer reactivo comprende cianhidrina de acetona, y un segundo reactivo comprende un ácido seleccionado del grupo constituido por: ácido sulfúrico, oleum y mezclas de los mismos. En esta forma de realización, la relación molar de ácido:cianhidrina de acetona presente en la mezcla de reacción en masa puede estar en el intervalo desde 1,3:1 hasta 1,9:1. Además, en esta forma de realización, el producto mezclado de la reacción de hidrólisis puede comprender uno o más productos seleccionados del grupo constituido por: α -sulfatoisobutiramida, α -hidroxiisobutiramida, y metacrilamida; y el procedimiento puede además comprender: (f) la conversión térmica del producto mezclado de la reacción de hidrólisis en un reactor de craqueo para producir una mezcla de reactor de craqueo que comprende metacrilamida y ácido metacrílico; y (g) hacer reaccionar la mezcla de reactor de craqueo en al menos un reactor con un material seleccionado de alcohol y agua para producir un monómero seleccionado de ácido metacrílico y ésteres del mismo.

A partir de siguiente descripción detallada de diversas formas de realización de la presente invención resultarán evidentes otras características y ventajas, consideradas conjuntamente con los dibujos, en los que los mismos números de referencia indican las mismas características, y en los que:

La Figura 1 es una representación esquemática de una forma de realización de la presente invención en la que el procedimiento de reacción es una reacción de hidrólisis de cianhidrina de acetona con ácido; y

La Figura 2 es una representación esquemática de un procedimiento conocido de la técnica anterior para la hidrólisis de cianhidrina de acetona con ácido, proporcionada para su comparación.

Como se discutió anteriormente en este documento, las cianhidrinas están sometidas a descomposición cuando están en presencia de ácidos fuertes y de temperaturas elevadas, por ejemplo a temperaturas superiores a aproximadamente 70°C, dando lugar de esta manera a rendimientos reducidos de los procedimientos. Además, en el contexto de una reacción de hidrólisis de cianhidrina de acetona ("ACH") con ácido sulfúrico, la descomposición de cianhidrina de acetona a acetona y cianuro de hidrógeno no solo da por resultado la reducción de rendimiento de productos de la hidrólisis y, a su vez, de los productos de reacción posteriores, MAA y ésteres de MAA, sino que además pueden conducir a otras complicaciones en el sistema de hidrólisis.

Por ejemplo, el cianuro de hidrógeno formado por la descomposición de cianhidrina de acetona se hidroliza rápidamente y se convierte en formamida en la reacción de hidrólisis. Posteriormente y a una velocidad menor, la formamida se craquea térmicamente formando gas monóxido de carbono (CO) y sal de sulfato de amonio. A menos que la mezcla de productos esté desgaseada adecuadamente, la presencia de CO puede manifestarse por sí sola como cavitación de bomba y puede contribuir a la inoperabilidad de todo el proceso y de la unidad. Los incrementos en la temperatura total del procedimiento pueden ayudar en el procedimiento de desgaseo, sin embargo, las temperaturas de reacción de hidrólisis aumentadas conducen al aumento de los niveles de descomposición de la cianhidrina de acetona.

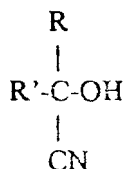
Además, bajo las típicas condiciones de operación descritas por Kirk-Othmer, en Encyclopedia of Chemical Technology, la acetona se sulfona por medio de ácido sulfúrico a una mezcla de ácidos mono- y disulfónicos. En la sección de la hidrólisis, el ácido monosulfónico de acetona ("AMSA") predomina y a medida que progresa la reacción, el ácido disulfónico de acetona ("ADSA") aumenta y se vuelve predominante. Esta serie de reacciones es importante porque cada reacción de sulfonación de acetona está acompañada por la generación estequiométrica de agua. Como es bien conocido en la técnica y está señalado en la Patente de EEUU N° 2003/0208093, si el agua está presente en la mezcla de reacción de hidrólisis, reaccionará para convertir SIBAM en HIBAM, lo que es más difícil y requiere temperaturas más altas para convertir en MAM en la reacción de craqueo posterior.

En una forma de realización general, el procedimiento de la presente invención para minimizar la descomposición de cianhidrinas en un proceso de reacción exotérmico que incluye cianhidrinas, comprende las etapas de proporcionar un medio de reacción a un reactor tubular y proporcionar uno o más reactivos al reactor tubular. El reactor tubular contiene al menos una zona de reacción en el mismo y tiene medios de mezcla internos colocados en al menos una zona de reacción. El procedimiento de la presente invención además comprende la mezcla del medio de reacción con uno o más reactivos en al menos una zona de reacción. Esta mezcla forma una mezcla de reacción en masa que tiene una composición sustancialmente homogénea y una temperatura de reacción sustancialmente homogénea. El procedimiento también comprende la eliminación de una cantidad de calor del proceso de reacción exotérmico, donde la cantidad de calor eliminada es equivalente a la cantidad de calor producida por el proceso de reacción exotérmico. Las cantidades de calor eliminadas y producidas son equivalentes, para los objetos de la presente invención, donde las cantidades son aproximadamente iguales entre sí, dentro de + o - 10%, o incluso por ejemplo, 1%. Por último, el procedimiento de la presente invención comprende la etapa de hacer reaccionar uno o más reactivos en al menos una zona de reacción para producir un producto mezclado que tiene una temperatura de la masa. La temperatura de la masa del producto mezclado se mide de manera óptima una vez terminada la reacción (tal como, por ejemplo, cuando han reaccionado sustancialmente todos de al menos uno de uno o más reactivos) y el producto mezcla haya salido del reactor tubular.

Se entiende por un proceso de reacción exotérmico que "incluye cianhidrinas" que uno o más de los reactivos y productos de los procesos de reacción comprenden una o más cianhidrinas. Además, como reconocerá los expertos, una reacción exotérmica es una reacción que produce una cantidad de calor, donde la cantidad depende de una serie

de factores, que incluyen pero no se limitan a, los tipos y cantidades de reactivos y la temperatura y duración de la reacción.

El término "cianhidrinas" como se usa en este documento significa compuestos que tienen la fórmula general:



en la que R y R' pueden ser iguales o diferentes y se seleccionan del grupo constituido por hidrógeno e hidrocarburos. La estructura de los hidrocarburos no está particularmente limitada y puede comprender cadenas lineales, cadenas ramificadas, anillos aromáticos, etc. y los hidrocarburos pueden ser saturados, sustituidos, o insaturados. Además, R y R' juntos pueden formar parte de un resto alicíclico o heterocíclico.

Con respecto al reactor tubular, el procedimiento de la presente invención incluye formas de realización en las que hay más de un reactor tubular, o incluso una pluralidad de reactores tubulares (tal como, por ejemplo, en un reactor de tipo carcasa y tubos), que se usan para llevar a cabo el proceso de reacción exotérmico que incluye cianhidrinas. Donde se usa más de un reactor tubular, al menos uno, y de preferencia todos los reactores tubulares contienen al menos una zona de reacción en los mismos y tienen medios de mezcla internos posicionados en al menos una zona de reacción.

Además, el medio de mezcla interno del reactor tubular es al menos un dispositivo seleccionado del grupo constituido por: mezcladoras estáticas que comprenden elementos de mezcla estáticos, placas con orificios, venturis, mezcladoras de corriente, eductores, placas perforadas, rociadores, agitadores, mezcladoras rotativas, bucles de circulación de alta velocidad, y boquillas de pulverización. Los elementos de mezcla estáticos pueden ser uno o más elementos seleccionados del grupo constituido por palas, pernos, deflectores, insertos tabulares, y otros dispositivos inductores de cizallamiento. Tales dispositivos y elementos de mezcla estáticos son bien conocidos y están disponibles comercialmente en compañías tales como Koch-Glitsch, Inc. de Wichita, KS, Chemineer, Inc. de Dayton, OH, y Sulzer Chemtech Ltd. De Tulsa, OK.

Como podrán reconocer los expertos en la técnica, donde el procedimiento de reacción incluye el uso de sustancias corrosivas (tal como por ejemplo, ácido sulfúrico o sosa cáustica), el reactor tubular y sus medios de mezcla internos deberán construirse de materiales resistentes a la corrosión, incluido pero no limitado a acero inoxidable (por ejemplo, serie 300, 904L, 6-Moly), tantalito, circonio, y HASTELLOY® (por ejemplo, B, B-2, B-3, C-22, y C-276).

El medio de reacción puede ser cualquier material adecuado para mezclar con, contener, y transportar los reactivos de la reacción química deseada, sin que se consuma por la reacción, y dependerá de la naturaleza de la reacción química deseada y de los reactivos necesarios. Por ejemplo, sin limitación, un medio de reacción adecuado puede comprender los mismos tipos de compuestos que se espera producir por medio del procedimiento de reacción que incluye cianhidrinas. De hecho, el medio de reacción puede comprender adecuadamente productos capturados y reciclados del proceso de reacción. Por consiguiente, en el caso de una reacción de hidrólisis de cianhidrina de acetona y ácido sulfúrico en la que se espera que se produzcan SIBAM, HIBAM y MAM, el medio de reacción podría comprender adecuadamente uno o más de SIBAM, IBAM y MAM. En algunas formas de realización, el medio de reacción puede comprender además materiales diluyentes, tales como por ejemplo, hexano, dióxido de azufre, o hidrocarburos de cadena lineal.

Se entiende que puede proporcionarse indirectamente uno más de los reactivos (tal como, por ejemplo, el ácido en una reacción de hidrólisis) al reactor tubular adicionando en primer lugar uno o más de los reactivos al medio de reacción previo a proporcionar el medio de reacción al reactor tubular.

El o los reactivos usados para el procedimiento de reacción dependerán de la reacción deseada y de los productos de reacción y la selección de los reactivos adecuados depende de la capacidad de los expertos. Por ejemplo, donde se desea producir SIBAM, HIBAM y MAM para otra conversión a MAA y ésteres del mismo, los reactivos adecuados pueden ser cianhidrina de acetona y un ácido seleccionado de un grupo constituido por ácido sulfúrico, oleum y mezclas de los mismos (como se describe en la Patente de EEUU N° 2003/0208093 discutida anteriormente en este documento). Donde la cianhidrina de acetona es en sí misma el producto deseado, los reactivos pueden ser acetona y cianuro de hidrógeno (como está descrito en Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology), y puede estar presente una base fuerte, tal como hidróxido de sodio. En esta reacción, puede también estar presente agua como un diluyente, y la reacción puede llevarse a cabo típicamente entre 0°C y 20°C, promoviendo las temperaturas elevadas (mayores que aproximadamente 20°C) la descomposición de cianhidrinas en este sistema de reacción. Donde se desea producir una cianhidrina particular conocida como cianhidrina de metiletilcetona, los reactivos pueden ser ácido hidrocianico y metiletilcetona (como se describe en la Patente de EEUU N° 6.743.938), y la reacción puede llevarse a cabo en presencia de una base fuerte, tal como dietilamina. Por consiguiente, la cianhidrina puede ser el reactivo o el producto

ES 2 297 637 T3

en el procedimiento de reacción y el procedimiento de la presente invención puede aplicarse de manera ventajosa a cualquier proceso de reacción exotérmico que incluya cianhidrinas.

De acuerdo con la presente invención, se realiza la etapa de mezcla del medio de reacción con uno o más reactivos para formar una mezcla de reacción en masa con una composición sustancialmente homogénea y una temperatura de reacción sustancialmente homogénea, al menos en parte, mediante el uso del reactor tubular con medios de mezcla internos descrito anteriormente en este documento.

Otro modo de mezclar rápida y exhaustivamente el medio de reacción y uno o más reactivos para formar una mezcla de reacción en masa homogénea, según la presente invención, sería proporcionar al menos uno de los reactivos al reactor tubular a una pluralidad de puntos de adición, usando una pluralidad de dispositivos inyectoras, tales como, pero sin limitación, boquillas inyectoras, posicionadas alrededor del aparato reactor tubular. Los dispositivos inyectoras pueden posicionarse formando una circunferencia alrededor del reactor, de forma longitudinal o de ambas maneras. Además, no todos los dispositivos inyectoras necesitan usarse en un tiempo dado, sino que, al menos uno, y de preferencia más de un dispositivo inyector deberían estar en uso para proporcionar al menos uno de los reactivos al reactor tubular en diversos puntos diferentes de adición. Este montaje sirve para distribuir el reactivo de modo más uniforme en el medio de reacción. En una forma de realización particular de la presente invención, la velocidad de inyección del reactivo o reactivos que se proporcionan a través de los dispositivos inyectoras puede ser la misma en cada dispositivo inyector que se está usando. Además, la velocidad de inyección del reactivo(s) puede mantenerse, por ejemplo, sin limitación, entre 10 pies/seg y 80 pies/seg (3 m/seg y 24 m/seg), o entre 20 pies/seg y 65 pies/seg (6 m/seg y 20 m/seg), o incluso entre 28 pies/seg y 42 pies/seg (8,5 m/seg y 13 m/seg), para lograr la mezcla eficaz.

También es posible, según la presente invención, mantener la eficacia de mezcla óptima usando los dispositivos inyectoras haciendo funcionar menos inyectoras a bajas velocidades de producción general y, de manera similar, haciendo funcionar más dispositivos inyectoras para velocidades de producción más altas, en vez de usar todo el tiempo la misma cantidad de dispositivos inyectoras y ajustando el caudal a través de cada boquilla. Se cree que el anterior procedimiento es mejor que el último procedimiento porque este último podría dar como resultado velocidades de inyección variables y, por consiguiente, eficacias de mezclas variables, en distintas localizaciones dentro de las zonas de reacción. Por ejemplo, haciendo funcionar 10 dispositivos inyectoras a diferentes velocidades de inyección para alcanzar una velocidad general de alimentación del reactivo de 100 libras por hora (45,36 kilogramos por hora) se crearán condiciones de mezcla variables en el reactor tubular y una mezcla de reacción en masa no homogénea. Haciendo funcionar 10 dispositivos inyectoras cada uno a 10 libras por hora (4,54 kilogramos por hora) se logrará una mezcla más uniforme y una mezcla de reacción en masa más homogénea. Si se toma la decisión de disminuir la velocidad de producción tal que se necesite una velocidad de alimentación del reactivo de sólo 50 libras por hora (22,68 kilogramos por hora), entonces podrán hacerse funcionar sólo 5 de los dispositivos inyectoras, cada uno a 10 libras por hora (4,54 kilogramos por hora), mientras los otros 5 dispositivos inyectoras están fuera de servicio o apagados, manteniendo de este modo la uniformidad de mezcla dentro del reactor tubular. Se cree que otras optimizaciones de los anteriores procedimientos, así como los cálculos y conversiones necesarios para determinar el procedimiento óptimo de funcionamiento del inyector, dependen de la capacidad de los expertos en la técnica.

En una forma de realización particular de la presente invención, que es una reacción de hidrólisis de cianhidrina de acetona con ácido sulfúrico, la velocidad de adición de un reactivo, tal como cianhidrina de acetona, se controla de manera tal que la temperatura en el punto de adición nunca sea superior a la temperatura de la masa del producto mezclado que sale del reactor tubular. Esto sirve para minimizar, o incluso eliminar, los puntos calientes que pueden de otra manera desarrollarse en el punto de adición de los reactivos a través de los dispositivos inyectoras.

Como con la mayoría de las reacciones exotérmicas, debe eliminarse el calor producido por el proceso de reacción exotérmico que incluye cianhidrinas para mantener el proceso de reacción a través del tiempo en un estado estacionario continuo. El calor puede eliminarse enfriando el reactor tubular, que por supuesto enfriará también las zonas de reacción y la mezcla de reacción en masa en el mismo, usando cualquier medio de enfriamiento convencional tal como por ejemplo, cualquiera de uno o más de los siguientes dispositivos: intercambiadores de calor de carcasa y tubos, refrigeradores de espiral, intercambiadores de calor de tipo placa y marco, secciones de tuberías con cubiertas aislantes, y recipientes con espirales internos enrollados o aislados térmicamente. Es posible usar generadores de turbulencia en los tubos de los intercambiadores de calor de tipo carcasa y tubos para mejorar la eficacia de enfriamiento y/o evitar incrustaciones.

Según la presente invención, el calor puede eliminarse también de un proceso de reacción exotérmico enfriando el medio de reacción hasta una temperatura entre 1°C y 10°C inferior a la temperatura de la masa del producto mezclado previo a proporcionar el medio de reacción al reactor tubular. Este aspecto de la presente invención da por resultado la formación de una mezcla de reacción en masa enfriada tras mezclar los reactivos con el medio de reacción en al menos una zona de reacción del reactor tubular, que proporciona un ambiente más frío para la cianhidrina, sin tener en cuenta si la cianhidrina es un reactivo que se añade, o un producto que se forma, en la zona de reacción.

Además, resulta ventajoso eliminar calor de las cianhidrinas mientras están al menos en una zona de reacción con el medio de reacción para minimizar su descomposición. Según el procedimiento de la presente invención, esto puede conseguirse, al menos en parte, proporcionando un exceso de medio de reacción al menos a una zona de reacción en comparación con la cantidad de reactivos proporcionados, con lo que el medio de reacción se vuelve un disipador de calor y absorbe algo del calor proveniente de las cianhidrinas. Por ejemplo, el medio de reacción y el o los reactivos

ES 2 297 637 T3

pueden proporcionarse en una relación de medio de reacción:reactivos de entre 2:1 y 200:1, o entre 3:1 y 100:1, o incluso entre 4:1 hasta 40:1. Se advierte que son mejores las relaciones mayores medio de reacción:reactivos porque se cree que proporcionan una mayor disipación de calor capaz de disipar grandes cantidades de calor.

5 En otra forma de realización de la presente invención, puede enfriarse uno o más de los reactivos previo a proporcionarlos al reactor tubular, por ejemplo, usando intercambiadores de calor separados (no mostrado).

10 Donde el proceso de reacción exotérmico que incluye cianhidrinas es una reacción de hidrólisis de cianhidrina de acetona y ácido sulfúrico que produce un producto mezclado que comprende SIBAM, HIBAM y MAM, como se discutió previamente, para que otra reacción produzca MAA y ésteres del mismo, el procedimiento puede comprender además la conversión térmica del producto mezclado de la reacción de hidrólisis en un reactor de craqueo para producir una mezcla de reactor de craqueo que comprende metacrilamida y ácido metacrílico. La mezcla del reactor de craqueo puede hacerse reaccionar a continuación en al menos un reactor con un material seleccionado de alcoholes y agua para producir un monómero seleccionado de ácido metacrílico y ésteres del mismo. Los ejemplos de alcoholes adecuados, 15 pero sin limitación, son metanol, etanol y butanol.

Además de las características anteriores, es posible para los expertos en la técnica reconocer y desarrollar muchas adiciones y modificaciones al procedimiento de la presente invención, todas las cuales tienen la intención de estar dentro del alcance de la invención. Por ejemplo, donde el proceso de reacción exotérmico es una reacción de hidrólisis 20 de cianhidrina de acetona con ácido sulfúrico, el proceso de reacción puede ser un sistema de dos etapas, es decir, con dos reactores tubulares y donde la carga del reactivo de cianhidrina de acetona se divide entre los dos reactores, con entre 50% y 95% de la reacción de cianhidrina de acetona proporcionado al primer reactor, y el restante al segundo reactor.

25 Como podrán reconocer los expertos en la técnica, el proceso de reacción que incluye cianhidrinas puede también incluir la necesidad de transportar y bombear corrientes que son altamente viscosas. Uno o más de los medios de reacción y el producto mezclado pueden transportarse y circular a través y entre el aparato del proceso usando bombas de servicio de alta viscosidad, tales como, pero no limitadas a, bombas de discos (disponibles comercialmente en Discflo Corporation de Santee, California), bombas de desplazamiento positivo, o bombas de engranajes. Uno o más 30 de los reactivos, tales como el ácido en una reacción de hidrólisis, pueden inyectarse en el medio de reacción previo a proporcionar el medio de reacción al reactor tubular para proporcionar altas proporciones molares localizadas y para reducir los efectos de la viscosidad.

35 Las condiciones en el proceso de reacción, tales como donde el proceso de reacción es una reacción de hidrólisis de cianhidrina de acetona con ácido sulfúrico, pueden hacer ventajoso el desgaseo del producto mezclado. En tales circunstancias, resulta adecuado cualquier medio de desgaseo convencional, incluidos pero no limitado a, uno o más dispositivos seleccionados del grupo constituido por: placas de choque, coalescedores, deflectores, separadores centrífugos (tales como desgaseadores "Porta-Test Revolution", de NATCO Group, Inc. de Houston, TX), cámaras de vacío, distribuidores, boquillas, válvulas de estrangulamiento, tanques de mezcla rápida, cámaras de decantación, Bombas 40 de Desgaseo tipo ASP (comercialmente disponibles en Yokota Manufacturing Co., Ltd. de Hiroshima, Japón), y el Dispositivo de Desgaseo en línea Kurabo (disponible en Kurabo Industries Ltd. de Osaka, Japón).

Como podrán fácilmente determinar los expertos en la técnica, también puede resultar ventajoso añadir uno o más inhibidores de polimerización en el procedimiento de reacción, tales como, por ejemplo, a uno o más de los 45 reactivos previo a proporcionarlos al reactor tubular. Los inhibidores de polimerización adecuados dependerán, al menos en parte, de los tipos de reactivos y productos incluidos en el procedimiento de reacción. Por ejemplo, donde el procedimiento de reacción es una reacción de hidrólisis de cianhidrina de acetona con ácido sulfúrico, un inhibidor adecuado que puede incluirse es, aunque sin limitación, fenotiazina.

50 Además, donde el proceso de reacción exotérmico es una reacción de hidrólisis de cianhidrina de acetona con ácido sulfúrico, la relación molar de ácido: cianhidrina de acetona presente en la mezcla de reacción en masa está en el intervalo desde 1,3:1 hasta 1,9:1.

55 Esta y otras modificaciones similares se sugerirán fácilmente a ellos expertos en la técnica, e intentan estar comprendidas dentro del espíritu de la presente invención descrito en este documento y el alcance de las reivindicaciones.

Ejemplos

60 Los siguientes Ejemplos proporcionan rendimientos comparativos para dos procedimientos de reacción de hidrólisis a escala comercial funcionando en idénticas condiciones. Los resultados de estos Ejemplos demuestran la ventaja de rendimiento obtenida por medio del procedimiento de la presente invención sobre la técnica anterior del procedimiento de reacción basado en CSTR que incluye cianhidrinas, particularmente cuando se aplica a una reacción de hidrólisis de cianhidrina de acetona con ácido sulfúrico. Las composiciones del reactivo cianhidrina de acetona y del reactivo ácido sulfúrico fueron las mismas para el Ejemplo 1 y para el Ejemplo 2.

65

ES 2 297 637 T3

Ejemplo 1

(Comparativo - Procedimiento de la Técnica Anterior)

5 En la Figura 2 se ilustra un primer procedimiento de hidrólisis (“Técnica Anterior”) del tipo descrito en Kirk-Othmer y en la Patente de EEUU N° 2003/0208093, y comprende dos reactores CSTR en serie. Este sistema se hizo funcionar con una proporción molar de H_2SO_4 :ACH de 1,48, y una separación de adición de ACH de 2,3:1, en la que el 70% en peso de la carga total de ACH se adicionó a la primera etapa de reacción, y el 30% en peso de la carga total de ACH se adicionó a la segunda etapa de reacción. En este sistema se utilizaron como reactivos ácido sulfúrico a una
10 concentración de 99,5% y ACH a una concentración de 98,5%.

Específicamente, la 1ª etapa de reacción del sistema de hidrólisis empleado en este ejemplo comprendió un CSTR 230 de 1ª etapa, una bomba centrífuga 210, un intercambiador de calor 220, y una tubería de circulación (203, 204, 205) de 1ª etapa asociada. El CSTR 230 comprendió un recipiente de 5000 galones (19 metros cúbicos) y un propulsor dual, agitador de hojas inclinadas para mezclas de alta eficacia de los contenidos del reactor. Se proporcionó la adición de ACH subsuperficial al CSTR 230 de la 1ª etapa vía 201 usando una primera tubería en pendiente. De manera similar, la adición del Ácido Sulfúrico Subsoperficial al CSTR 230 de la 1ª etapa se proporcionó vía 202 usando una segunda tubería en pendiente. Estas tuberías en pendiente sirvieron para dirigir el flujo de los reactivos en la zona turbulenta cercana a la tubería de las cuchillas del agitador para maximizar la eficacia de la mezcla. También se añadió el inhibidor PTZ en solución de acetona (no mostrado) en CSTR 230 para retardar la formación de polímero. La temperatura del líquido en masa en la base del CSTR 230 pudo controlarse usando la termocupla T230.

La corriente 203 proporciona la mezcla de hidrólisis a la Bomba 210, que a continuación hace circular la mezcla de hidrólisis a través de la tubería de circulación de la 1ª etapa a una velocidad continua de aproximadamente 2,8 millones de libras/hora (es decir 4000 gpm, 15.140 l/min). El flujo 204 conduce la mezcla de hidrólisis de la descarga de la bomba 210 al intercambiador de calor 220, donde se enfría. El intercambiador de calor 220 es un intercambiador del tipo carcasa y tubos, con el flujo del procedimiento (mezcla de hidrólisis) pasando a través del lado de la carcasa y un flujo nominal de agua templada a 60°C pasando a través del lado del tubo. La mezcla de hidrólisis enfriada sale del intercambiador de calor a través de la corriente 205 y vuelve al CSTR 230. Los gases eliminados de la mezcla de hidrólisis se ventearon para su eliminación en un procedimiento con cabezal de quemador (no mostrado). La mezcla de hidrólisis desgaseada desbordó del lado del CSTR 230 y se condujo hacia la 2ª etapa de reacción a través de la corriente 209.

La 2ª etapa de reacción del sistema de hidrólisis empleado en este ejemplo comprendió un CSTR 260 de 2ª etapa, una bomba centrífuga 240, un intercambiador de calor 250, y tubería de circulación asociada (213, 214, 215) de 2ª etapa. El CSTR 260 comprendió un recipiente de 5000 galones (19 metros cúbicos) y un propulsor dual, agitador de hojas inclinadas para mezclas de alta eficacia de los contenidos del reactor. Se proporcionó la adición de ACH subsuperficial al CSTR 230 de la 2ª etapa vía 211 usando una primera tubería en pendiente. En este ejemplo no se usó la opción de adicionar Ácido Sulfúrico (212) Subsoperficial al CSTR 230 de la 2ª etapa. Como con las tuberías en pendiente del CSTR de 1ª etapa, estas tuberías en pendiente de 2ª etapa sirvieron para dirigir el flujo de los reactivos dentro de la zona de turbulencia cercana a las puntas de las cuchillas del agitador para maximizar la eficacia de la mezcla. La temperatura del líquido en masa en la base del CSTR 260 pudo controlarse usando la termocupla T260.

La corriente 213 proporcionó mezcla de hidrólisis a la Bomba 240, que a continuación hizo circular la mezcla de hidrólisis a través de la tubería de circulación de la 2ª etapa a una velocidad continua de aproximadamente 4,2 millones de libras/hora (es decir 6000 gpm, 22.700 l/min). El flujo 214 condujo la mezcla de hidrólisis de la descarga de la bomba 240 al intercambiador de calor 250, donde se enfrió. El intercambiador de calor 250 era un intercambiador del tipo carcasa y tubos, con el flujo del proceso (mezcla de hidrólisis) pasando a través del lado de la carcasa y un flujo nominal de agua templada a 65°C pasando a través del lado del tubo. La mezcla de hidrólisis enfriada salió del intercambiador de calor a través de la corriente 215 y volvió al CSTR 260. Los gases eliminados de la mezcla de hidrólisis se ventearon para su eliminación en un procedimiento con cabezal de quemador (no mostrado). La mezcla de hidrólisis desgaseada desbordó del lado de CSTR 260 y se condujo hacia el reactor de craqueo (100) a través del Flujo 219.

En este ejemplo, la temperatura de la masa de la mezcla de reacción que sale del CSTR (230) de la 1ª etapa de reacción, medida por medio de la termocupla T230, se mantuvo constante a 85°C; la temperatura de la masa de la mezcla de reacción que sale del CSTR (260) de la 2ª etapa de reacción, medida por medio de la termocupla T260, se mantuvo constante a 101°C.

Bajo condiciones de estado estacionario, se recogieron muestras de la mezcla de hidrólisis final de la corriente 219 usando contenedores de muestra bien aislados (botellas de vacío marca Thermos™).

60 Se retiró una alícuota (~ 10 g) de la mezcla de Hidrólisis representativa y se colocó en una jarra tarada que contenía una varilla de agitación y se registró su peso. Se añadió ácido metanosulfónico (99,5% de pureza, ~ 3 g, de Aldrich Chemical Company) como patrón interno por medio de una jeringa y se registraron todos los pesos. Se agitó la mezcla en un baño de agua de temperatura constante a 60°C durante 40 minutos. Se retiró una alícuota (~ 0,2 g) de la mezcla resultante y se colocó en un tubo de RMN y se diluyó con nitrometano deuterado (CD_3NO_2 , de Aldrich Chemical Company). Se analizó la mezcla transparente y homogénea mediante RMN en un Instrumento Varian Inova 500.

En la Tabla 1 se informa el rendimiento molar total de SIBAM, HIBAM y MAM producidos por medio del procedimiento anterior.

ES 2 297 637 T3

Ejemplo 2

En la Figura 1 se ilustra un sistema de hidrólisis mejorado (“Inventivo”), según el procedimiento de la presente invención y comprendió dos etapas de reacción de flujo continuo. Este sistema se hizo funcionar bajo las mismas condiciones usadas para el sistema de hidrólisis basado en CSTR del Ejemplo 1 anterior.

Específicamente, este sistema de hidrólisis mejorado se hizo funcionar con una proporción molar de H_2SO_4 :ACH de 1,48, y una separación de adición de ACH de 2,3:1, en la que el 70% en peso de la carga total de ACH se adicionó a la primera etapa de reacción y el 30% en peso de la carga total de ACH se adicionó a la segunda etapa de reacción. Como en el ejemplo anterior, se utilizaron como reactivos ácido sulfúrico a una concentración de 99,5% y ACH a una concentración de 98,5%.

La 1ª etapa de reacción del sistema de hidrólisis empleado en este ejemplo comprendió un aparato de mezcla de ACH 10, un aparato desgaseador 20, una bomba centrífuga 30, un intercambiador de calor 40, y una tubería de circulación (3, 4, 5, 7, 8) de 1ª etapa. Se añadió Ácido Sulfúrico (6) en la mezcla de hidrólisis en el flujo 5 a través de una Te de mezcla. La corriente 5 proporcionó mezcla de hidrólisis a la Bomba 30, que a continuación hizo circular la mezcla de hidrólisis a través de la tubería de circulación de la 1ª etapa a una velocidad continua de aproximadamente 2,5 millones de libras/hora (es decir 3.500 gpm, 13.250 l/min). El flujo 7 condujo la mezcla de hidrólisis desde la descarga de la bomba 30 al intercambiador de calor 40, donde se enfrió. El intercambiador de calor 40 era un intercambiador del tipo carcasa y tubos, con el flujo del procedimiento (mezcla de hidrólisis) pasando a través del lado de la carcasa y un flujo nominal de agua templada a 60°C pasando a través del lado del tubo. La mezcla de hidrólisis enfriada salió del intercambiador de calor a través de la corriente 8. La temperatura de la mezcla de hidrólisis enfriada pudo controlarse usando la termocupla T8. A continuación la mezcla de hidrólisis entró en el aparato de mezcla de ACH 10, en el que se añadió ACH en el flujo de mezcla de hidrólisis. El aparato de mezcla de ACH 10 comprendió una unidad única de mezcla estática constituida por cuatro elementos de mezcla Koch SMXL (disponible en Koch-Glitsch, Inc. de Wichita, Kansas) instaladas en serie dentro de una sección de tubería de 12” (30,48 cm) de diámetro. La unidad de mezcla estática tenía aproximadamente 190 pulgadas (482,60 cm) de longitud. El aparato de mezcla de ACH 10 además comprendió dos juegos de inyectores de ACH; una primera serie de cuatro inyectores (1) localizados a una distancia de aproximadamente 30” (76,20 cm) desde el final de la entrada del aparato de mezcla y una segunda serie de cuatro inyectores (2) localizados a una distancia de aproximadamente 45” (114,30 cm) desde el final de la entrada del elemento de mezcla. Cada uno de los cuatro inyectores de una serie estaban espaciados de manera uniforme a lo largo de la circunferencia de la sección de la tubería - por ejemplo, cada inyector posicionado a 0°, 90°, 180° y 270° con relación al centro de la sección de la tubería. Cada inyector comprendió un orificio de 0,290” (0,74 cm) de diámetro interno, montado de manera alineada a la pared de la sección de la tubería, a través del cual fluía la ACH líquida a una velocidad de aproximadamente 36 pies por segundo (11 metros por segundo) hacia la unidad de mezcla estática. A esta velocidad, se produjo una corriente de ACH con energía cinética suficiente para atravesar la pared de la sección de la tubería hacia el centro de la unidad de mezcla estática, asegurando de esta manera la mezcla rápida y eficaz. Para la velocidad de operación de este ejemplo específico, se utilizaron seis de los ocho inyectores: los cuatro de la primera serie de inyectores y dos de la segunda serie de inyectores. De los inyectores en funcionamiento, se hicieron funcionar todos al mismo caudal de ACH. Como resultado de la reacción exotérmica de hidrólisis de ACH, la mezcla de hidrólisis se calentó dentro el aparato de mezcla de ACH. La mezcla de hidrólisis caliente salió el aparato de mezcla de ACH a través de la corriente 3 y entró al aparato de desgaseo 20. Se añadió inhibidor PTZ en solución de acetona (9) en la corriente 3 de mezcla de hidrólisis para retardar la formación de polímero.

El aparato de desgaseo 20 comprendió un recipiente de desgaseo sin agitación de 5.600 galones (21 metros cúbicos) en el que se instaló un separador centrífugo de gas/líquido modelo “Porta-Test Revolution” (diseñado y fabricado por NATCO Group, Inc. de Houston, Texas). Los gases eliminados de la mezcla de hidrólisis se ventearon para su eliminación con un procedimiento de cabezal de quemador (no mostrado); la mezcla desgaseada se recogió como un líquido en masa en el fondo del recipiente de desgaseo. La temperatura del líquido en masa en el fondo del recipiente de desgaseo pudo controlarse usando la termocupla T20. Se retiró la mezcla de hidrólisis desgaseada del fondo del recipiente de desgaseo y se dividió en dos corrientes: la corriente 49 condujo una primera porción de la mezcla de hidrólisis hacia la 2ª etapa de reacción, mientras que la corriente 5 hizo retornar una segunda porción de la mezcla de hidrólisis a la bomba centrífuga 30 para mantener la circulación de la 1ª etapa.

La 2ª etapa de reacción del sistema de hidrólisis de la invención usada en este ejemplo comprendió un aparato de mezcla de ACH 50, un aparato de desgaseo 60, una bomba centrífuga 70, un intercambiador de calor 80, y una tubería de circulación (13, 14, 15, 17, 18) de 2ª etapa. La mezcla de hidrólisis de la corriente 49 entró en la 2ª etapa y se combinó con la mezcla de hidrólisis en la corriente 15. En este ejemplo específico, no se añadió el ácido sulfúrico (16) opcional. La corriente 15 proporcionó mezcla de hidrólisis a la Bomba 70, la que posteriormente hizo circular la mezcla de hidrólisis a través de la tubería de circulación de la 2ª etapa a una velocidad constante de aproximadamente 2,2 millones de libras/hora (es decir 3000 gpm, 11.360 l/min). El flujo 17 condujo la mezcla de hidrólisis de la descarga de la bomba 70 al intercambiador de calor 80, donde se enfrió. El intercambiador de calor 80 era un intercambiador del tipo carcasa y tubos, con el flujo del procedimiento (mezcla de hidrólisis) pasando a través del lado del tubo y un flujo nominal de agua templada a 70°C pasando a través de la carcasa. La mezcla de hidrólisis enfriada salió del intercambiador de calor a través de la corriente 18. La temperatura de la mezcla de hidrólisis enfriada pudo medirse usando la termocupla T18. A continuación la mezcla de hidrólisis entró al aparato de mezcla de ACH 50, en el que se añadió ACH en el flujo de mezcla de hidrólisis. El aparato de mezcla de ACH 50 comprendió una unidad única de mezcla estática constituida por cuatro elementos de mezcla Koch SMXL instalados en serie dentro de una sección de

ES 2 297 637 T3

tubería de 12" (30,48 cm) de diámetro. La unidad de mezcla estática tenía aproximadamente 210 pulgadas (533,40 cm) de longitud. El aparato de mezcla de ACH 50 además comprendió dos series de inyectores de ACH: una primera serie de cuatro inyectores (1) localizados a una distancia de aproximadamente 30" (76,20 cm) desde el final de la entrada del aparato de mezcla y una segunda serie de cuatro inyectores (2) localizados a una distancia de aproximadamente 45" (114,30 cm) desde el final de la entrada del elemento de mezcla. Cada uno de los cuatro inyectores de una serie estaban espaciados de manera uniforme a lo largo de la circunferencia de la sección de la tubería - por ejemplo, cada inyector posicionado a 0°, 90°, 180° y 270° con relación al centro de la sección de la tubería. Cada inyector comprendió un orificio de 0,175" (0,44 cm) de diámetro interno, montado de manera alineada a la pared de sección de tubería, a través del que fluía la ACH líquida a una velocidad de aproximadamente 62 pies por segundo (19 metros por segundo) en la unidad de mezcla estática. A esta velocidad, se produjo una corriente de ACH con energía cinética suficiente para atravesar la pared de la sección de la tubería hacia el centro de la unidad de mezcla estática, asegurando de esta manera la mezcla rápida y eficaz. Para la velocidad de operación de este ejemplo específico, solo se utilizó la primera serie de cuatro inyectores: los cuatro de la primera serie de inyectores y dos de la segunda serie de inyectores. De los inyectores en funcionamiento, se hicieron funcionar todos al mismo caudal de ACH. Como resultado de la reacción exotérmica de hidrólisis de ACH, la mezcla de hidrólisis se calentó dentro del aparato de mezcla de ACH. La mezcla de hidrólisis caliente salió del aparato de mezcla de ACH a través de la corriente 13 y entró en el aparato de desgaseo 60. En este ejemplo específico, no se añadió el inhibidor opcional PTZ en solución de acetona (19).

El aparato de desgaseo 60 comprendió un recipiente de desgaseo sin agitación de 10.900 galones (41 metros cúbicos) en el que se instaló un separador centrífugo de gas/líquido modelo "Porta-Test Revolution" (diseñado y fabricado por NATCO Group, Inc. de Houston, Texas). Los gases eliminados de la mezcla de hidrólisis se ventearon para su eliminación a un procedimiento de cabezal de quemador (no mostrado); se recogió la mezcla desgaseada como un líquido en masa en el fondo del recipiente de desgaseo. La temperatura del líquido en masa en el fondo del recipiente de desgaseo pudo controlarse usando la termocupla T60. Se retiró la mezcla de hidrólisis desgaseada del fondo del recipiente de desgaseo (14) y se dividió en dos corrientes: la corriente 99 condujo una primera porción de la mezcla de hidrólisis hacia el reactor de craqueo (100), mientras que la corriente 15 hizo retornar una segunda porción de la mezcla de hidrólisis a la bomba centrífuga 70 para mantener la circulación de la 2ª etapa.

En este ejemplo, la temperatura de la masa de la mezcla de reacción que sale del aparato de desgaseo (20) de la 1ª etapa, medida por medio de la termocupla T20, se mantuvo constante a 85°C; la temperatura de la masa de la mezcla de reacción que salía del aparato de desgaseo (60) de la 2ª etapa, medida por medio de la termocupla T60, se mantuvo constante a 101°C.

Bajo condiciones de estado estacionario, se recogieron muestras de la mezcla de hidrólisis final desde la corriente 99 usando contenedores de muestra bien aislados (botellas de vacío marca Thermos™).

Como en el ejemplo anterior, se acidificó la muestra de mezcla de hidrólisis, se diluyó, y se analizó mediante RMN. En la Tabla 1 se informa el rendimiento molar total de SIBAM, HIBAM y MAM producidos por medio del procedimiento de invención precedente.

TABLA 1

Sistema de Hidrólisis	Temperatura de la Corriente en el Punto de Carga de ACH		Tiempo de Residencia	Rendimiento Molar de ACH (%)
	1ª etapa	2ª etapa		
Ejemplo 1 (CSTR de la Técnica Anterior) (Figura 2)	85 °C (T230)	101 °C (T260)	40 minutos	95,23 ± 0,60
Ejemplo 2 (Procedimiento de la Invención) (Figura 1)	79 °C (T8)	100 °C (T18)	110 minutos	96,01 ± 0,22

Este ejemplo comparativo ilustra que el sistema de reacción de flujo continuo de la invención proporciona un rendimiento de ACH mayor que el sistema basado en CSTR de la técnica anterior cuando se usa para llevar a cabo reacciones de Hidrólisis de ACH.

REIVINDICACIONES

5 1. Un procedimiento para minimizar la descomposición de cianhidrinas en un proceso de reacción exotérmico que incluye cianhidrinas y que produce una cantidad de calor, comprendiendo dicho procedimiento las etapas de:

(a) proporcionar un medio de reacción a un reactor tubular que contiene al menos una zona de reacción en el mismo y que tiene medios de mezcla internos posicionados en la zona de reacción mencionada;

10 (b) proporcionar uno o más reactivos a dicho reactor tubular; y

(c) mezclar dicho medio de reacción con uno o más de dichos reactivos en al menos una de dichas zonas de reacción mencionada, formando de esta manera una mezcla de reacción en masa con una composición sustancialmente homogénea y una temperatura de reacción sustancialmente homogénea;

15 (d) eliminar una cantidad de calor del proceso de reacción exotérmico, siendo dicha cantidad de calor equivalente a dicha cantidad de calor producida por el proceso de reacción exotérmico; y

20 (e) hacer reaccionar uno o más de dichos reactivos en al menos una de dichas zonas de reacción para producir un producto mezclado con una temperatura de la masa.

2. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que la etapa de eliminación de una cantidad de calor se lleva a cabo enfriando dicho medio de reacción hasta una temperatura entre 1°C y 10°C inferior a dicha temperatura de la masa previo a proporcionar dicho medio de reacción a dicho reactor tubular.

25 3. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que dicho medio de reacción y uno o más de dichos reactivos se proporcionan en una relación de medio de reacción:reactivos de entre 2:1 y 200:1.

30 4. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que al menos un primero de dicho o dichos reactivos se proporciona a dicho reactor tubular en al menos uno de una pluralidad de puntos de adición por medio de una pluralidad de dispositivos inyectoros posicionados en forma de circunferencia alrededor de dicho aparato reactor tubular.

35 5. El procedimiento de la Reivindicación 4, en el que la etapa de mezcla de dicho medio de reacción con uno o más de dichos reactivos se realiza, al menos en parte seleccionando y usando uno o más de dicha pluralidad de dispositivos inyectoros para proporcionar dicho al menos primer reactivo de dicho uno o más reactivos a dicho reactor tubular.

40 6. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que al menos un segundo de dicho uno o más reactivos se proporciona indirectamente a dicho reactor tubular añadiendo primero dicho al menos segundo de dicho uno o más reactivos a dicho medio de reacción previo a proporcionar dicho medio de reacción a dicho reactor tubular.

45 7. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que dicho medio de mezcla interno es al menos un dispositivo seleccionado del grupo constituido por: mezcladoras estáticas, placas con orificios, venturis, mezcladoras de corriente, eductores, placas perforadas, rociadores, agitadores, mezcladoras rotativas, bucles de circulación de alta velocidad, y boquillas de pulverización.

8. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que dicho reactor tubular comprende al menos dos reactores tubulares.

50 9. El procedimiento de la Reivindicación 1, en el que dicho proceso de reacción que incluye cianhidrinas es una reacción de hidrólisis, un primer reactivo comprende cianhidrina de acetona, y un segundo reactivo comprende un ácido seleccionado del grupo constituido por: ácido sulfúrico, oleum, y mezclas de los mismos.

55 10. El procedimiento de la Reivindicación 9, en el que la relación molar de ácido:cianhidrina de acetona presente en la mezcla de reacción en masa está en el intervalo desde 1,3:1 hasta 1,9:1.

11. El procedimiento de la Reivindicación 9, en el que dicho producto mezclado de dicha reacción de hidrólisis comprende uno o más productos seleccionados del grupo constituido por: α -sulfatoinsobutiramida, α -hidroxiisobitiramida, y metacrilamida; comprendiendo dicho procedimiento además las etapas de:

60 (f) conversión térmica del producto mezclado de la reacción de hidrólisis en un reactor de craqueo para producir una mezcla de reactor de craqueo que comprende metacrilamida y ácido metacrílico; y

(g) hacer reaccionar la mezcla del reactor de craqueo en al menos un reactor con un material seleccionado de alcohol y agua para producir un monómero seleccionado de ácido metacrílico y ésteres del mismo.

65

FIG. 1

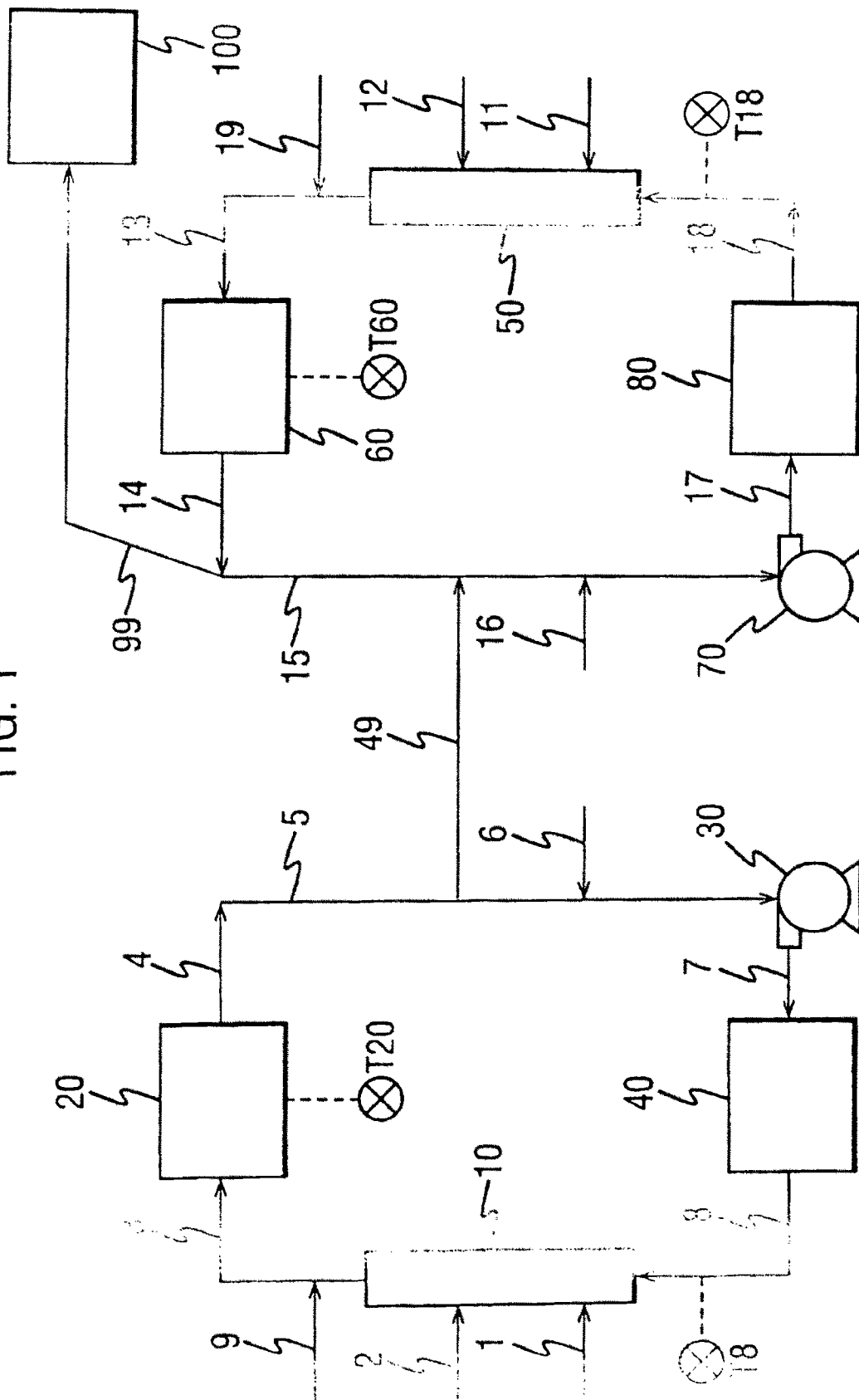


FIG. 2 (Técnica Anterior)

