

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 567 081**

51 Int. Cl.:

C07C 213/08 (2006.01)

C07C 219/08 (2006.01)

B01J 19/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.01.2011** **E 11735210 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.03.2016** **EP 2526083**

54 Título: **Producción continua de sales cuaternarias**

30 Prioridad:

21.01.2010 US 691159

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

19.04.2016

73 Titular/es:

**NALCO COMPANY (100.0%)
1601 West Diehl Road
Naperville, IL 60563-1198, US**

72 Inventor/es:

**FAIR, BARBARA E.;
REED, PETER E.;
VER VERS, LEONARD M.;
BRAMMER, JR., LARRY E.;
HOLADA, CHARLES J.;
HUANG, CHENG-SUNG y
SAWANT, KAILAS B.**

74 Agente/Representante:

LAZCANO GAINZA, Jesús

ES 2 567 081 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

Producción continua de sales cuaternarias

5 Antecedentes de la invención

Esta invención se relaciona con un método y aparato para la producción continua de (met)acrilatos de N,N-dialquilaminoetilo cuaternizados (DMAEA.MCQ). El DMAEA.MCQ es un monómero intermedio importante que se usa en la producción de polímeros floculantes catiónicos. Se conoce que el DMAEA.MCQ puede producirse mediante la
 10 reacción de acrilato de N,N-dimetilaminoetilo (DMAEA) en variadas condiciones. Un buen método de sintetizar DMAEA se describe en la patente de Estados Unidos 2010/298549 A1. Un método eficaz para producir DMAEA.MCQ a partir de DMAEA podría implicar una síntesis continua, lo que evita la mecánica de comienzo y terminación pesada y costosa inherente a los métodos de producción de tipo discontinuo.

15 Una serie de métodos insatisfactorios se han desarrollado previamente para producir DMAEA.MCQ a partir de DMAEA. Las solicitudes de patentes japonesas 2003/342244, 2004/010508, y 2004/155669 usan reactores de tanques agitados continuamente (CSTR) conectados en serie para producir continuamente DMAEA.MC. La preferencia de ellos por múltiples reactores, sin embargo, es engorrosa y cara. La solicitud de patente japonesa número 1995/206790 describe el proceder de la síntesis en un reactor evaporador de capa fina. Este método desafortunadamente usa equipamiento
 20 que típicamente se asocia con mayores costos de operación en comparación con la presente invención. La patente de Estados Unidos 6.683.203 usa un diseño de columna agitada de disco rotatorio pero adolece de un tiempo de permanencia excesivamente largo. Las solicitudes de patentes chinas CN 1296942 y CN 1276367 usan reactores de torre para producir DMAEA.MCQ pero son además inferiores que lo ideal.

25 La patente de Estados Unidos US-A-4520210 se refiere a soluciones acuosas concentradas de productos de cuaternización de aminoalquil ésteres terciarios o aminoalquilamidas terciarias de ácido acrílico o metacrílico que se preparan mediante reacción de los ésteres o amidas correspondientes con un agente alquilante en una cetona soluble en agua como disolvente, mediante un proceso en donde, para aislar el producto de cuaternización, se añade una cantidad
 30 de agua a la mezcla de reacción tal que se forman dos fases, y la fase acuosa inferior, que contiene el producto de cuaternización en solución, se separa de la fase superior, que contiene la cetona y el agente alquilante residual. Estos procesos son, sin embargo, esencialmente de forma discontinua.

La patente de Estados Unidos US-A-5260480 enseña un proceso para la preparación de soluciones acuosas de sales cuaternarias de amonio insaturadas en la presencia de inhibidores de polimerización, en donde el proceso se lleva a
 35 cabo a una temperatura de entre 10 y 80 °C, y en donde, inicialmente, todo o parte del agente de cuaternización se introduce en el reactor, después se añade monómero (met)acrílico y, cuando se ha añadido hasta 30 % del monómero, el remanente de agente de cuaternización y el monómero (met)acrílico, junto con agua, se añaden continua y simultáneamente hasta que se haya obtenido la concentración deseada de sales cuaternarias de amonio insaturadas (I). Sin embargo, el documento no proporciona procesos continuos que permitan la eliminación continua del producto del reactor.
 40

Así existe una clara necesidad y utilidad de un método mejorado de producir continua y eficientemente DMAEA-MCQ. La técnica descrita en esta sección no pretende constituir una admisión de que cualquier patente, publicación u otra
 45 información referida en la presente como "técnica anterior" con respecto a esta invención, al menos que se designe como tal. Adicionalmente, esta sección no debe interpretarse en el sentido de que se haya hecho una búsqueda o que no exista otra información pertinente.

Resumen de la invención

50 Al menos una modalidad de la invención se dirige a un método para producir continuamente un producto de amina cuaternaria (QAP). El método comprende las etapas de:
 alimentar continuamente reactivos en un CSTR, los reactivos que comprenden un sustrato de amina terciaria (TAS), agua, y un agente alquilante;
 55 mantener condiciones en el CSTR de tal manera que se forman dos fases líquidas sustancialmente distintas, una primera fase y una segunda fase, la segunda fase que es más densa que la primera fase, la segunda fase que comprende más de 80 % de QAP y menos de 20 % de agua, la primera fase presente en más de 5 % en peso de la mezcla de reacción, y que comprende TAS, y agente alquilante;
 no permitir que el contenido de agua del CSTR exceda el 16 % de los reactivos adicionados continuamente al CSTR; y
 60 eliminar continuamente solamente la segunda fase líquida del CSTR.

El método de la reivindicación 1 en donde el TAS se selecciona del grupo que consiste en: DMAEA, cualquiera de los (met)acrilatos de n,n-dialquilaminoalquilo, (met)acrilamidas, y cualquier combinación de los mismos.

Una o más modalidades adicionales se dirigen a este método en el que: El QAP producido puede ser DMAEA-MCQ. El
 65 grupo alquilante puede seleccionarse del grupo que consiste en: cloruro de metilo, cloruro de bencilo, cloruro de cetilo, sulfato de dimetilo, y cualquier otro agente alquilante comúnmente conocido, y cualquier combinación de los mismos. El

TAS puede añadirse al CSTR desde la parte superior del CSTR. La segunda fase puede eliminarse del CSTR desde la parte inferior del CSTR. La reacción adicional del TAS residual en la segunda fase eliminada puede facilitarse mediante la reacción en un reactor de flujo de pistón y/o mediante la adición de agente alquilante adicional. El agente alquilante puede eliminarse mediante depuración de la segunda fase líquida con un flujo de gas. El agente alquilante puede eliminarse al pasarlo a través de una columna de estabilización. El agente alquilante puede eliminarse al pasarlo hacia la parte superior de una columna de estabilización y pasar un gas hacia la parte inferior de la columna de estabilización, el gas seleccionado de la lista que consiste en: aire, nitrógeno, argón y cualquier combinación de los mismos. La temperatura en el CSTR puede mantenerse entre 40 y 60 °C. El tiempo de permanencia en el CSTR puede variar entre 30 a 120 minutos. La presión en el CSTR puede mantenerse en 206,8-689,5 kPa (30-100 psi). La relación de la primera fase con la segunda fase puede mantenerse entre 1:1 y 1:20. La segunda fase líquida puede eliminarse del CSTR en un lugar en el que la mezcla inducida por cizallamiento de TAS y QAP sea baja en relación a otros lugares dentro del CSTR. El método puede comprender además la etapa de añadir al QAP producido, hidroxitolueno butilado (BHT), cobre, monometiléter de hidroquinona (MEHQ), y cualquier combinación de los mismos. El QAP producido puede tener menos de 300 ppm de TAS dentro de este. El método puede comprender además las etapas de:

facilitar la reacción de cualquier TAS residual en la segunda fase líquida;

estabilizar el agente alquilante de la segunda fase líquida; y

añadir agua a la segunda fase líquida para obtener las propiedades físicas deseadas.

Breve descripción de las figuras

Una descripción detallada de la invención se describe a continuación con referencia específica hecha a los dibujos en que:

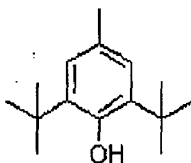
La Fig. 1 ilustra la reacción de alquilación inventiva.

La Fig. 2 es un dibujo tipo esquemático que ilustra un aparato que se usa en la reacción de síntesis inventiva.

Descripción detallada de la invención

Definiciones

Para los propósitos de esta solicitud, la definición de estos términos es la siguiente: "BHT" significa una molécula de acuerdo con la fórmula:



"Proceso continuo" significa un proceso químico en curso, que es capaz de ponerse en funcionamiento continuamente durante un periodo ilimitado de tiempo en el que los reactivos pueden alimentarse constantemente en una operación de reacción para producir continuamente el producto. Proceso continuo y proceso discontinuo son mutuamente excluyentes.

"CSTR" significa reactor de tanque agitado continuamente.

"DMAEA" significa acrilato de N,N-dimetilaminoetilo.

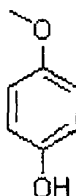
"DMAEA-MCQ" significa acrilatos de N,N-dialquilaminoetilo cuaternizados.

"DMAEM" significa (met)acrilato de N,N-dialquilaminoetilo

"DMAEA-MCQ" significa (met)acrilatos de N,N-dialquilaminoetilo cuaternizados.

"Porcentaje" o "%", a menos que se indique otra cosa, significa por ciento en peso

"MEQ H" significa una molécula de acuerdo con la fórmula:



"TAS" significa sustrato de amina terciaria.

"QAP" significa producto de amina cuaternaria.

En el caso en que las definiciones anteriores o una definición planteada en otro lugar sea inconsistente con un significado (explícito o implícito) que se use comúnmente, en un diccionario, o se plantee en una fuente incorporada como referencia dentro de esta aplicación, la aplicación y los términos de la reivindicación en particular se entienden ser

interpretadas para estar en concordancia con la definición de esta aplicación, y no en concordancia con la definición común, la definición de diccionario, o la definición que se incorporó por la referencia.

Descripción

En al menos una modalidad, una reacción de alquilación se usa para producir una sal de amina cuaternaria alquilada a partir de un sustrato de amina terciaria. Esta reacción de alquilación se facilita por un agente alquilante. En al menos una modalidad, el TAS es uno seleccionado de aquellos enumerados en Patente de Estados Unidos 2010/298549 A1. Como se ilustra en la Fig. 1, en al menos una modalidad, el sustrato de amina terciaria es DMAEA, y se alquila mediante el agente alquilante cloruro de metilo para formar el QAP de sal de amina cuaternaria DMAEA-MCQ. En al menos una modalidad, el TAS es DMAEM y el QAP que este forma es la sal de amina cuaternaria DMAEM.MCQ.

Una mayor utilidad inherente a la reacción inventiva es que esta permite que el agua esté presente en el producto final, mientras que al mismo tiempo inhibe la presencia de impurezas. Debido a la naturaleza reactiva del sustrato aminoacrilato, reacciones secundarias tales como hidrólisis, polimerización, y otras reacciones pueden ocurrir a una velocidad tal que las impurezas se acumulan en grandes cantidades lo suficiente para afectar negativamente la calidad del producto. Debido a que estas reacciones secundarias se promueven por el agua, un enfoque para prevenir tales reacciones secundarias sería conducir la reacción en un ambiente libre de agua. Una estrategia tal, sin embargo, se frustra por las propiedades físicas de QAP tal como de DMAEA-MCQ y DMAEM-MCQ. Específicamente, estos QAP tienen una solubilidad inferior a la deseada. Ellos pueden comprender no más de aproximadamente 80 % de una solución o de otra manera precipitan fuera de solución cuando se exponen a un clima frío durante el transporte. Cuando precipitan fuera de solución, los QAPs se vuelven mucho más difíciles para almacenar, transportar, y bombear. Estas dificultades se evitan en el método inventivo, lo que permite la presencia de agua sin impurezas indebidas en el producto de reacción.

En al menos una modalidad, el reactivo de alquilación se selecciona del grupo que consiste en: cloruro de metilo, cloruro de bencilo, cloruro de cetilo, sulfato de dimetilo, y cualquier otro agente alquilante comúnmente conocido, y cualquier combinación de los mismos.

En al menos una modalidad, el sustrato de amina terciaria (TAS) se selecciona del grupo que consiste en: DMAEA, cualquier (met)acrilato de N,N-dialquilaminoalquilo, (met)acrilamidas, y cualquier combinación de los mismos.

Con referencia ahora a la Fig. 2. se muestra un aparato (10) en el que el producto de sal de amina cuaternaria alquilada (QAP) (1) se produce continuamente. El aparato (10) en su conjunto comprende tres secciones: una sección de reacción y separación de fases (11), una sección térmica posterior (21), y una sección de estabilización (31). Las materias primas (TAS, un agente alquilante, y agua) se añaden a través de fuentes.

En la sección de reacción (11), el TAS se añade continuamente a través de una fuente de TAS (6). Un agente alquilante se añade a la sección de las reacciones (11) a través de una fuente de agente alquilante (7) y se añade agua a través de una fuente de agua (8). Estas materias primas se alimentan continuamente a un CSTR (12) según sea necesario.

En el interior del CSTR (12) ya que las materias primas reaccionan, se forma un entorno que comprende dos fases líquidas. La fase ligera (13) está compuesta predominantemente de los reactivos, TAS y el agente alquilante. La fase densa (14) comprende predominantemente QAP, producto dentro de una solución acuosa concentrada.

En al menos una modalidad, este entorno de dos fases líquidas se logra mediante imposición de condiciones de reacción específicas dentro del CSTR (12). La presión en el CSTR (12) se mantiene en 206,8 a 689,5 kPa (30-100 psi). La temperatura en el CSTR (12) se mantiene en 40 a 60 °C. Las materias primas proporcionan un tiempo de permanencia de entre 30 a 120 minutos. El agua comprende aproximadamente 10 a menos de 20 % en peso de las materias primas añadidas al CSTR (12) (que es mucho menos que 20 % del QAP que al final se disolverá en su interior). En algunas modalidades, el agua comprende entre 10 y 16 % en peso. La relación de la fase ligera (13) con la fase densa (14) se mantiene a una proporción estable y deseable, tal como 1:4, como se mide mediante muestreo de la porción inferior del CSTR bajo agitación.

Estas condiciones causan que el producto QAP se forme fácilmente y contenga pocas impurezas. La baja cantidad de agua añadida al reactor permite que la reacción deseada ocurra a una velocidad rápida y promueve que las dos fases de la solución se formen en el CSTR y se separen fácilmente. El bajo nivel de agua además desacelera la velocidad de formación de impurezas indeseables a través de reacciones hidrolíticas secundarias no deseadas. Debido a que este entorno permite una rápida velocidad de formación de QAP y una velocidad relativamente baja de formación de impurezas, esto resulta en la formación de QAP de una pureza relativamente alta con pocas impurezas.

Como una reacción continua, las materias primas se añaden continuamente al CSTR (12), mientras que una corriente que contiene el producto se desprende constantemente del CSTR (12). Un aspecto novedoso de esta invención es que la sección de reacción funciona como un dispositivo de separación, así como también un dispositivo de reacción, de manera que solamente la fase densa (14) se retira continuamente. En este sentido, la concentración del reactivo puede mantenerse alta en el CSTR para maximizar la velocidad de reacción, mientras que la corriente que sale se enriquece

en producto y contiene solamente pequeñas cantidades de reactivos. En al menos una modalidad, la salida de producto (15) se ubica sustancialmente en el fondo del CSTR (12) para tomar ventaja del hecho de que el CSTR puede hacerse funcionar de manera que solamente la fase densa está presente en este lugar. Esto se debe a que hay menos mezcla inducida por cizallamiento en el fondo del reactor, por lo que algo de la fase densa tiende a separarse de la fase ligera y asentarse en ese lugar.

En al menos una modalidad, mecanismos adicionales u otros se usan para separar y eliminar la fase densa del CSTR (12), opcionalmente mediante el uso de dispositivos ubicados fuera de y/o unidos al CSTR. Estos incluyen y no se limitan a, un tubo de depósito de agua vertical en el fondo del CSTR (12), un deflector, vertedero, u otro mecanismo que proporcione tiempo para que las fases se sometan a separación inducida por la densidad, y cualquier combinación de los mismos. En al menos una modalidad, el equipo de muestreo (16, 17) se ubica en la parte superior y/o fondo del CSTR y se usa para verificar el contenido de las dos fases líquidas.

En al menos una modalidad, la entrada de materias primas continuamente al CSTR comprende 10-16 % en peso de agua. Esta cantidad crítica de agua promueve la formación y separación de las dos fases líquidas deseadas en el CSTR, mientras que se minimiza la cantidad de subproductos hidrolíticos no deseados en el producto.

Después de que este se retira del CSTR (12), la fase densa se pasa a la sección térmica posterior (21). En la sección térmica posterior, los niveles residuales del TAS que no ha reaccionado se convierten en el QAP. En al menos una modalidad, la sección térmica posterior (21) comprende de un reactor de flujo de pistón (22). En al menos una modalidad, el reactor de flujo de pistón (22) se mantiene en un intervalo de temperatura de 50 a 70 °C y se proporciona la fase densa en un tiempo de permanencia de 0,5 a 1,5 horas. En al menos una modalidad, el agente alquilante adicional se alimenta a la sección térmica posterior (21), para asegurar aún más que suficiente agente alquilante esté presente para reaccionar con todo el TAS remanente.

Después del tratamiento, el producto de la sección térmica posterior (21) se pasa a una sección de estabilización (31). Allí cualquier agente alquilante sin reaccionar se estabiliza fuera y todo lo que queda en el producto es QAP como prácticamente todo el TAS ha reaccionado. La sección de estabilización (31) comprende uno o más tanques, tal como el tanque (32), que está en comunicación de fluido con una fuente de gas (33). En al menos una modalidad, la comunicación de fluido está en equilibrio cinético de líquido gas. La fuente de gas (33) permite que el gas fluya sobre el producto, lo que depura/elimina cualquier agente alquilante remanente del producto. En al menos una modalidad, el gas usado incluye, pero sin limitarse a aire, nitrógeno, argón o cualquier combinación de los mismos. En al menos una modalidad, el gas fluye de una manera contracorriente con el producto.

En al menos una modalidad, el tanque es un tanque de evaporación rápida o tambor de vaporización instantánea. En al menos una modalidad, el producto de la sección térmica posterior pasa a un tanque de evaporación rápida/tambor de vaporización instantánea (35) antes de que se pasa encima del tanque (32). En al menos una modalidad, la entrada de gas (37) se coloca en el fondo del tanque de evaporación rápida/tambor de vaporización instantánea. Colocarla en el fondo permite que se sumerja en el líquido y facilita mejor la purga del gas.

En al menos una modalidad, el tanque (32) es una columna de estabilización. La columna de estabilización comprende una pluralidad de interiores de columna tales como empaquetado, bandejas, deflectores, vertederos o una combinación de los mismos, que causan un aumento en la zona interfacial de contacto vapor-líquido.

En al menos una modalidad, la entrada de producto (34) se ubica en la parte superior del tanque (32). En al menos una modalidad, la sección de estabilización (31) reduce la cantidad de agente alquilante en menos de aproximadamente 100 ppm en el producto. Después que se produce QAP altamente puro (1), se añade agua adicional para obtener una solución de QAP que contiene aproximadamente 20 % en peso de agua (el agua adicional se añade después de la sección térmica posterior, y antes o durante la sección de estabilización). En al menos una modalidad, los tanques (32 ó 35) en la sección de estabilización (31) pueden además ventilarse mediante el uso de válvulas de liberación a presión (36).

Si bien este método no produce continuamente QAP de alta calidad, la pureza final del QAP depende además de la calidad de la entrada de TAS en el aparato (10). Desafortunadamente, algunos TAS y DMAEA particularmente, tienen una vida útil corta y el QAP producido (y particularmente, DMAEA-MCQ) a partir de TAS de pobre calidad (y particularmente DMAEA) se ha observado que resulta en la calidad de QAP degradada. En al menos una modalidad, después que el QAP se ha producido, se añade un aditivo estabilizante a la solución que contiene QAP. Previamente, al MEHQ y cobre se ha usado un estabilizador para el DMAEA. Desafortunadamente el MEHQ no es ideal, ya que tiene problemas de compatibilidad con productos químicos derivados usados en la polimerización de QAP, es caro, y provoca reacciones secundarias no deseadas con cobre.

En al menos una modalidad, el aditivo estabilizante añadido es BHT. En al menos una modalidad, el BHT se combina con cobre. El BHT es menos costoso que el MEHQ, es químicamente compatible con los productos químicos de polimerización derivados, y no reacciona con cobre. El uso de BHT permite que al QAP producido se asiente en una solución de alto contenido de agua (20 %) sin degradar con el tiempo. En al menos una modalidad, una combinación de BHT, MEHQ, y cobre se usan juntos para estabilizar el QAP.

EJEMPLOS

Lo anterior puede entenderse mejor como referencia al ejemplo siguiente, que se presenta para propósitos de ilustración y no se pretende limitar el alcance de la invención.

Una unidad de planta piloto se ensambló para demostrar el proceso y para obtener datos comparativos. Mediante el uso del equipo del proceso descrito anteriormente, el proceso se ejecutó repetidamente en experimentos sucesivos. Cada experimento usó un conjunto específico de condiciones y se corrió durante un período de tiempo suficientemente largo para alcanzar condiciones de estado estacionario. Adicionalmente del muestreo del producto final, una muestra en proceso también se tomó de la porción inferior del CSTR por medio de un tubo de inmersión instalado en el CSTR, para observar el estado físico de la mezcla de reacción en la porción inferior del reactor en cualquier momento dado.

El producto final se analizó para las impurezas de ácido acrílico (AA), acrilato de N, N- dimetilaminoetilo (DMAEA), y N, N-dimetilaminoetanol (DMAE). El nivel de impureza de ácido acrílico en el producto final se mide comúnmente para dar una indicación del nivel de hidrólisis de éster de acrilato en el transcurso de todo el proceso. Además se midieron las impurezas de amina totales (DMAEA + DMAE), que indican el nivel total de TAS presente en el producto final. Estas impurezas de amina se generan principalmente en el CSTR o sección de reacción del proceso, donde ellas surgen de reacciones secundarias de hidrólisis que finalmente forman sales DMAEA y DMAE que no son reactivas hacia la reacción de cuaternización deseada. Hemos descubierto que la cantidad de estas aminas totales (DMAEA y DMAE) es un indicador importante de la calidad del producto final, ya que estas impurezas de amina hacen que el producto final sea inestable hacia la polimerización durante el procesamiento y almacenamiento.

Como se muestra en la tabla 1, las corridas de control 1 y 4 dieron inaceptablemente altos niveles de ácido acrílico residual e impurezas de amina sin cuaternizar. Por el contrario, la corrida 11 proporcionó niveles extremadamente bajos de impurezas de amina sin cuaternizar en el producto final, mientras que además proporciona bajos niveles de impureza de ácido acrílico. Las corridas 9 y 10B, proporcionaron niveles razonablemente bajos de ácido acrílico e impurezas de amina sin cuaternizar en el producto final, pero los niveles de impurezas fueron mayores que las proporcionadas mediante la corrida 11.

Tabla 1 :					
Experimento	Condiciones de Operación del CSTR (a 50 °C / 413,7 kPa (60 psi))			Impurezas del Producto Final (ppm)	
Corrida #	Tiempo de Permanencia (min)	Adición de Agua (% en peso)	Estado Físico	Ácido Acrílico	DMAE+ DMAEA
1	60	20	En una fase	3.230	5.600
4	50	17	En una fase	1.848	3.240
11	75	13,3	En dos fases	770	< 300
9	60	15,5	En dos-fases	930	1669
10B	75	15,5	En dos fases	883	1447

Mientras que esta invención puede expresarse de muchas formas diferentes, se han mostrado en los dibujos y descrito en detalle en la presente las modalidades preferidas específicas de la invención. La presente descripción es una ejemplificación de los principios de la invención y no se intenta limitar la invención a las modalidades particulares ilustradas.

Se intenta que la descripción anterior sea ilustrativa y no exhaustiva. Esta descripción sugerirá muchas variantes y alternativas a un experto en la técnica.. El término "que comprende" significa "que incluye, pero no limitado a".

Todos los intervalos y parámetros descritos en la presente se entienden como abarcadores de cualquiera y todos los subintervalos sumados a la presente, y cada número entre los puntos finales. Por ejemplo, un intervalo dado de "1 a 10" debe ser considerado que incluye cualquiera y todos los subintervalos entre (e incluyendo) el valor mínimo de 1 y el valor máximo de 10; esto es, todos los subintervalos comenzando con el valor mínimo de 1 o más, (p.ej. 1 a 6,1), y

terminando con el valor máximo de 10 o menos, (p.ej. 2,3 a 9,4, 3 a 8, 4 a 7), y finalmente a cada número 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, y 10 contenido dentro del intervalo.

Esto completa la descripción de las modalidades preferidas y alternativas de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir continuamente un producto de amina cuaternaria (QAP) que comprende las etapas de:
 - 5 alimentar continuamente los reactivos en un reactor de tanque agitado continuamente (CSTR), los reactivos que comprenden un sustrato de amina terciaria (TAS), agua, y un agente alquilante;
 - 10 mantener las condiciones en el CSTR de tal manera que se forman dos fases líquidas sustancialmente distintas, una primera fase y una segunda fase, la segunda fase que es más densa que la primera fase, la segunda fase que comprende más de 80 % de QAP y menos de 20 % de agua, la primera fase presente en más de 5 % en peso de la mezcla de reacción, y comprende TAS, y agente alquilante;
 - 15 no permitir que el contenido de agua del CSTR exceda 16 % de los reactivos añadidos continuamente al CSTR; y
 - eliminar continuamente, solamente la segunda fase líquida del CSTR.
2. El método de la reivindicación 1 en donde el TAS se selecciona del grupo que consiste en: acrilato de N,N-dimetilaminoetilo (DMAEA), cualquiera de los (met)acrilatos de N,N-dialquilaminoalquilo, (met)acrilamidas, y cualquier combinación de estos.
3. El método de la reivindicación 1 en donde QAP producido son acrilatos de N,N-dimetilaminoetilo cuaternizados (DMAEA-MCQ).
- 25 4. El método de la reivindicación 1 en el que el grupo alquilante se selecciona del grupo que consiste en: cloruro de metilo, cloruro de bencilo, cloruro de cetilo, sulfato de dimetilo, y cualquier otro agente alquilante comúnmente conocido, y cualquier combinación de estos.
5. El método de la reivindicación 1 en el que se elimina la segunda fase del CSTR del fondo del CSTR.
- 30 6. El método de la reivindicación 1 en el que la reacción adicional del TAS residual en la segunda fase líquida eliminada se facilita por la adición de agente alquilante adicional.
7. El método de la reivindicación 1 en el que se elimina el agente alquilante mediante depuración del líquido de la segunda fase con un flujo de gas.
- 35 8. El método de la reivindicación 1 en el que se elimina el agente alquilante al pasarlo a través de una columna de estabilización.
9. El método de la reivindicación 1 en el que se elimina el agente alquilante al pasarlo hacia la parte superior de una columna de estabilización y pasar un gas hacia el fondo de la columna de estabilización, el gas se selecciona de la lista que consiste en: aire, nitrógeno, y cualquier combinación de estos.
- 40 10. El método de la reivindicación 1 en el que la temperatura en el CSTR se mantiene entre 40 - 60 ° C y/o la presión en el CSTR se mantiene en 206,8-689,5 kPa (30-100 psi).
- 45 11. El método de la reivindicación 1 en el que se elimina la segunda fase líquida del fondo del CSTR en un lugar en el que la mezcla inducida por cizallamiento del TAS y QAP es baja en relación a otros lugares dentro del CSTR.
- 50 12. El método de la reivindicación 1 que comprende además la etapa de adición de BHT y cobre al QAP producido, y opcionalmente que además comprende la etapa de añadir monometiléter de hidroquinona (MEHQ) al QAP producido.
13. El método de la reivindicación 1 en el que el QAP producido tiene menos de 300 ppm de TAS dentro de este.
- 55 14. El método de la reivindicación 1 que además comprende las etapas de:
 - facilitar la reacción de cualquier TAS residual en la segunda fase líquida;
 - 60 estabilizar el agente alquilante de la segunda fase líquida; y
 - añadir agua a la segunda fase líquida para obtener las propiedades físicas deseadas.

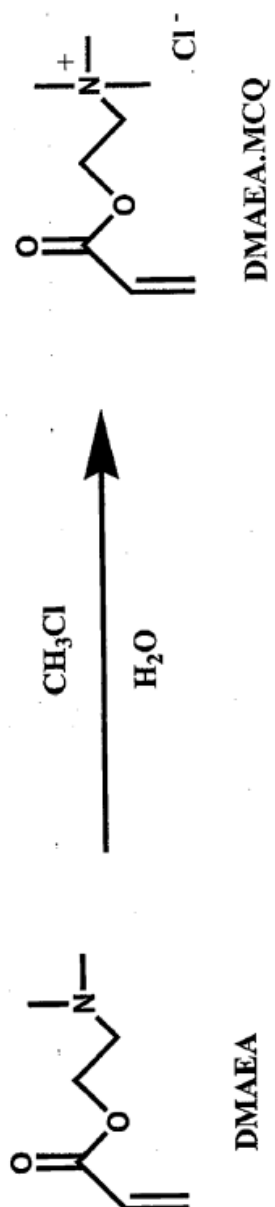


Figura 1

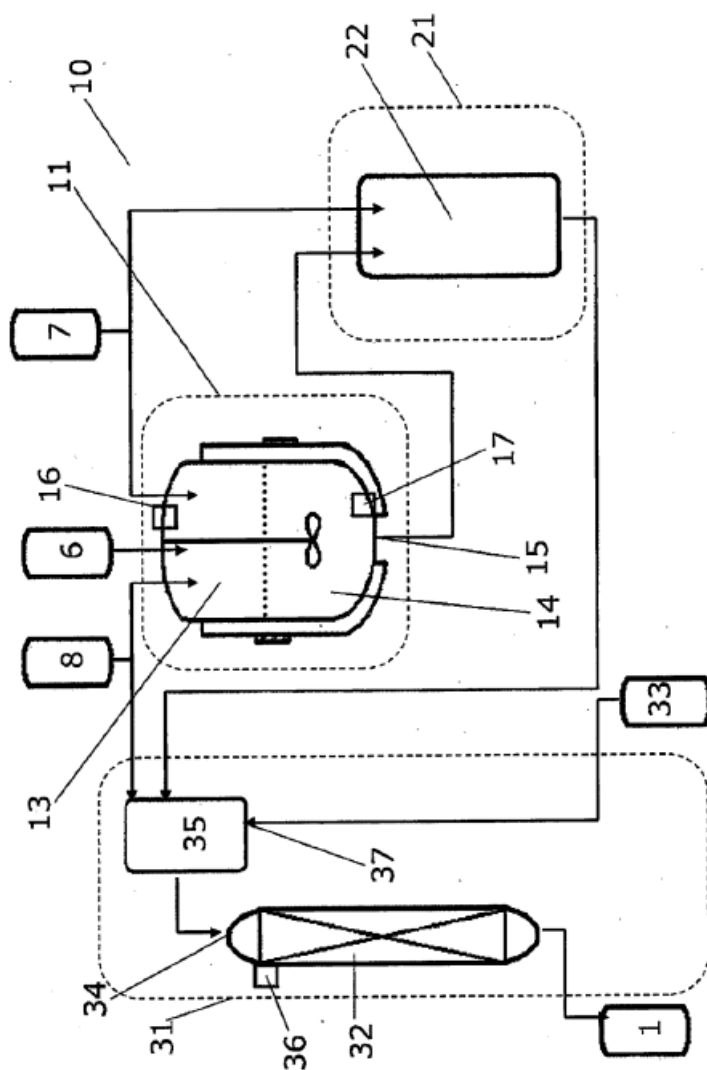


Figura 2