

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 625 800**

51 Int. Cl.:

**C07C 41/26** (2006.01)

**C07C 43/13** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.08.2006 PCT/JP2006/316317**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.03.2007 WO07023765**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.08.2006 E 06796580 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.03.2017 EP 1925608**

54 Título: **Procedimiento para producir un hidrolizado**

30 Prioridad:

**22.08.2005 JP 2005240276**

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

**20.07.2017**

73 Titular/es:

**KAO CORPORATION (100.0%)  
14-10, NIHONBASHI-KAYABACHO, 1-CHOME  
CHUO-KU, TOKYO 103-8210, JP**

72 Inventor/es:

**NAKA, KENICHI**

74 Agente/Representante:

**FÚSTER OLAGUIBEL, Gustavo Nicolás**

ES 2 625 800 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 para producir un hidrolizado

### 5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un método para producir un hidrolizado.

### 10 **Antecedentes de la técnica**

Se usa industrialmente una reacción de hidrólisis tal como una reacción de apertura de anillo de un compuesto orgánico y similar en muchas situaciones. Por ejemplo, el gliceril éter obtenido mediante la reacción de apertura de anillo de glicidil éter es un compuesto útil como un disolvente, un emulsionante, un dispersante, un detergente, reforzador de espuma y similares.

15 Aunque el gliceril éter se produce usando un catalizador en general, como método para producir gliceril éter sin usar un catalizador, por ejemplo, se ha conocido un método en el que se lleva glicidil éter a una reacción de hidrólisis con agua subcrítica o similar (véase publicación japonesa abierta a consulta por el público n.º 2002-88000).

20 Sin embargo, en el método conocido, dependiendo del estado de mezcla de un compuesto orgánico y agua, el retraso en el tiempo de reacción, una reacción secundaria de dimerización del compuesto orgánico como material de partida y un hidrolizado generado están incrementados o se producen problemas similares.

25 El documento JP 2003-267920 se refiere a un método de producción de gliceril éteres por medio de una reacción de hidrólisis. La temperatura en el sistema de reacción se controla para que se encuentre dentro de un intervalo predeterminado. Se suministran agua y el material a un reactor sin mezclarse de antemano. Se usa preferiblemente una mezcladora con propiedades de alta cizalladura.

### 30 **Divulgación de la invención**

La presente invención proporciona un método para producir eficazmente un hidrolizado de alta calidad haciendo que un estado de mezcla de un compuesto orgánico y agua estén en una buena condición para la reacción.

35 Para lograr esto, la presente invención se dirige a un método para producir un hidrolizado en el que se mezclan un compuesto orgánico tal como se define más adelante y agua y se realiza posteriormente una reacción de hidrólisis del compuesto orgánico. En el método, el mezclado se realiza bajo flujo de cizalladura del compuesto orgánico y el agua a una velocidad de cizalladura  $U/D_{min}$  de  $20\text{ s}^{-1}$  o más (donde  $D_{min}$  es el diámetro interno mínimo de canal de flujo (mm) en una sección de mezclado y  $U$  es la velocidad de flujo (mm/s) de una mezcla del compuesto orgánico y el agua en la sección de mezclado), y la reacción de hidrólisis del compuesto orgánico se realiza a una temperatura de reacción de  $150^{\circ}\text{C}$  a  $350^{\circ}\text{C}$  y una presión de reacción igual o superior a la presión de vapor de saturación del agua.

### 40 **Breve descripción de los dibujos**

45 [FIG. 1] La FIG. 1 es un diagrama que ilustra esquemáticamente un dispositivo a modo de ejemplo usado preferiblemente en una realización de un método para producir un hidrolizado según la presente invención.

[FIG. 2] La FIG. 2 es un diagrama que ilustra esquemáticamente otro dispositivo a modo de ejemplo usado preferiblemente en una realización de un método para producir un hidrolizado según la presente invención.

### 50 **Mejor modo de llevar a cabo la invención**

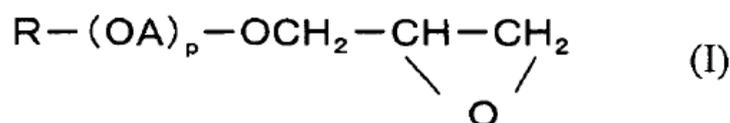
La presente invención se caracteriza por que cuando se mezclan un compuesto orgánico y agua para realizar una reacción de hidrólisis del compuesto orgánico, en condiciones predeterminadas, se mezclan el compuesto orgánico y agua y se realiza la hidrólisis del compuesto orgánico.

55 Según la presente invención, pueden suprimirse la descomposición y una reacción secundaria de un compuesto orgánico como material de partida en la reacción de hidrólisis y, por tanto, puede evitarse el deterioro del tono del hidrolizado generado y similar. Además, según la presente invención, puesto que la reacción de hidrólisis se realiza en una condición de alta temperatura, la reacción puede realizarse con alta selectividad incluso sin usar un catalizador, la etapa de eliminar un catalizador de un reactante no es necesaria y puede producirse eficazmente un hidrolizado de alta calidad.

60 Siempre que los componentes no inhiban el logro de los efectos deseados de la presente invención, los componentes y similares descritos a continuación pueden usarse independientemente o dos o más de los componentes pueden combinarse y luego usarse.

La reacción de hidrólisis es preferiblemente una reacción de apertura de anillo que usa agua. El compuesto orgánico usado como material de partida es un compuesto que tiene una estructura de anillo y cuya estructura de anillo se abre debido a la reacción de hidrólisis. Como tal compuesto, se usa glicidil éter expresado mediante la siguiente fórmula general (I).

[Fórmula química 1]



(donde R es un grupo hidrocarbonado en el que parte de o todos los átomos de hidrógeno pueden reemplazarse por átomos de flúor, cuyo número de carbonos es de 1 a 20 y que está saturado o insaturado, OA es un grupo oxialquileo que puede ser igual que o diferente de otro OA y cuyo número de carbonos es de 2 a 4, y p es un número de 0 a 20). El gliceril éter obtenido mediante la apertura de anillo de glicidil éter es un compuesto útil como disolvente, emulsionante, dispersante, detergente o reforzador de espuma.

En la fórmula anterior, como grupo hidrocarbonado indicado por R, en el que parte de o todos los átomos de hidrógeno pueden reemplazarse por átomos de flúor y cuyo número de carbonos es de 1 a 20, por ejemplo, un grupo alquilo de cadena lineal o cadena ramificada cuyo número de carbonos es de 1 a 20, puede usarse un grupo alqueno de cadena lineal o cadena ramificada cuyo número de carbonos es de 2 a 20, un grupo arilo cuyo número de carbonos es de 6 a 14 o similar.

Como grupo hidrocarbonado, específicamente, puede usarse un grupo metilo, un grupo etilo, un grupo n-propilo, un grupo n-butilo, un grupo n-pentilo, un grupo n-hexilo, un grupo n-heptilo, un grupo n-octilo, un grupo n-nonilo, un grupo n-decilo, un grupo n-dodecilo, un grupo tetradecilo, un grupo hexadecilo, un grupo octadecilo, un grupo eicosilo, un grupo 2-propilo, un grupo 2-butilo, un grupo 2-metil-2-propilo, un grupo 2-pentilo, un grupo 3-pentilo, un grupo 2-hexilo, un grupo 3-hexilo, un grupo 2-octilo, un grupo 2-etilhexilo, un grupo fenilo, un grupo bencilo o similar. Además, como grupo hidrocarbonado en el que se reemplazan átomos de hidrógeno por átomos de flúor, por ejemplo, hay un grupo perfluoroalquilo tal como un grupo nanofluorohexilo, un grupo hexafluorohexilo, un grupo tridecafluorooctilo, un grupo heptadecafluorooctilo, un grupo heptadecafluorodecilo y similar, obtenido reemplazando átomos de hidrógeno de los grupos hidrocarbonados descritos anteriormente con átomos de flúor de una manera arbitraria sin límites particulares del grado y la ubicación de reemplazo.

Como ejemplos específicos del grupo oxialquileo indicado por OA, cuyo número de carbonos es de 2 a 4, están óxido de alquileo tal como un grupo oxietileno, un grupo oxitrimetileno, un grupo oxipropileno, un grupo oxibutileno y similares.

Obsérvese que el número de carbonos del grupo hidrocarbonado indicado como R es preferiblemente de 1 a 12 en vista de mejorar la selectividad. Además, como para p, un número de 0 a 6 es preferible y 0 es más preferible.

Según la presente invención, específicamente, como glicidil éter usado preferiblemente como material de partida, por ejemplo, pueden usarse n-butilglicidil éter, 2-metil-propilglicidil éter, n-pentilglicidil éter, 2-metil-butilglicidil éter, n-hexilglicidil éter, 2-metil-pentilglicidil éter, fenilglicidil éter, n-octilglicidil éter, 2-etil-hexilglicidil éter, isodecilglicidil éter, n-estearilglicidil éter y similares.

Según la presente invención, los tipos de agua usados para la reacción de hidrólisis de un material de partida no están limitados. Como tal agua, por ejemplo, puede usarse agua de intercambio iónico, agua destilada o agua filtrada por ósmosis inversa. Dentro del intervalo en el que la naturaleza de la presente invención no se ve alterada, el uso de agua que contiene, por ejemplo, sal tal como agua del grifo no es un problema.

La cantidad de agua con respecto a un compuesto orgánico no está particularmente limitada. Sin embargo, en cuanto a conversión molar, es preferiblemente de 20 a 500 veces tan grande como la cantidad estequiométrica de agua requerida para una reacción, más preferiblemente de 40 a 300 veces tan grande como la cantidad estequiométrica de la misma, y además preferiblemente de 70 a 200 veces tan grande como la cantidad estequiométrica de la misma. En el intervalo descrito anteriormente, pueden suprimirse una reacción secundaria tal como dimerización de un compuesto orgánico como material de partida y un hidrolizado generado y similar y, por tanto, la selectividad del hidrolizado puede aumentarse adicionalmente.

En el método de producción según la presente invención, se mezclan el compuesto orgánico descrito anteriormente como material de partida y agua y luego se realiza una reacción de hidrólisis.

Según la presente invención, se mezclan un compuesto orgánico y agua en una mezcladora y entonces se realiza una reacción de hidrólisis en un reactor. En este aspecto, la mezcladora corresponde a la sección de mezclado y el reactor corresponde a la sección de reacción.

El mezclado de un compuesto orgánico y agua se realiza a una velocidad de cizalladura ( $U/D_{min}$ ) de 20 ( $s^{-1}$ ) o más, y preferiblemente a una velocidad de cizalladura ( $U/D_{min}$ ) de 100 ( $s^{-1}$ ) o más. Realizando el flujo de cizalladura de un compuesto orgánico y agua para mezclar el compuesto orgánico y agua, el compuesto orgánico y agua pueden hacerse reaccionar en un estado mezclado bueno a través de una reacción de hidrólisis. Por consiguiente, es preferible que, tras la mezcla del compuesto orgánico y agua, la mezcla se lleve rápidamente a una reacción de hidrólisis al tiempo que se mantiene el estado mezclado tal como está.

Para la velocidad de cizalladura  $U/D_{min}$ ,  $D_{min}$  es el diámetro interno mínimo de canal de flujo (mm) y  $U$  es la velocidad de flujo (mm/s) de la mezcla del compuesto orgánico y agua a  $D_{min}$ . Suponiendo que la velocidad de flujo de la mezcla sea  $Q$  (ml/s), puede obtenerse  $U$  (mm/s) basándose en la siguiente fórmula (1) donde  $n$  es el número del diámetro interno mínimo de canal de flujo. Por ejemplo, cuando se usa una mezcladora de tipo flujo de contracción poroso,  $n$  es el número de poros en la mezcladora.

$$U \text{ (mm/s)} = Q \times 1000 / (n \times \pi \times (D_{min})^2 / 4) \quad (1)$$

Además, la conformación de sección transversal de las porciones de mezclado no tiene que ser una conformación circular. Cuando la conformación de sección transversal es distinta de una conformación circular,  $U$  es la velocidad de flujo a un área de sección transversal mínima de canal de flujo. En ese caso, se usa como  $D_{min}$  un diámetro de un círculo que tiene la misma área que la sección transversal mínima del canal de flujo.

El diámetro interno mínimo de canal de flujo de la sección de mezclado es preferiblemente 1 mm o más en vista de la productividad y es preferiblemente de 15 mm o menos en vista de lograr un estado de mezclado bueno de un compuesto orgánico y agua. En consideración de estas ideas, el diámetro interno mínimo de canal de flujo es preferiblemente de 1 a 15 mm y más preferiblemente de 1 a 10 mm. El diámetro interno mínimo de canal de flujo de la sección de mezclado significa el diámetro interno mínimo de canal de flujo de la mezcladora.

El tiempo de mezclado no está particularmente limitado siempre que el tiempo de mezclado sea lo suficientemente largo como para mezclar suficientemente un compuesto orgánico y agua. En el caso de una mezcladora de tipo continuo, en general, el tiempo de mezclado se selecciona preferiblemente para que esté dentro del intervalo de desde aproximadamente 0,001 segundos hasta 10 horas. El intervalo de desde aproximadamente 0,001 segundos hasta 1 hora es más preferible y el intervalo desde 0,001 segundos hasta 10 minutos es adicionalmente más preferible. El tiempo de mezclado para una mezcladora de tipo continuo significa el tiempo en el que se retiene el líquido de reacción en la mezcladora y está indicado por un valor obtenido dividiendo el volumen de la mezcladora entre el volumen de flujo de los materiales de reacción suministrados al reactor por tiempo unitario.

En vista de aumentar la reactividad del compuesto orgánico y agua y en vista de suprimir la corrosión del reactor, la temperatura de reacción para la reacción de hidrólisis es de 150°C a 350°C, preferiblemente de 200°C a 300°C y más preferiblemente de 250°C a 290°C. Como para la presión de reacción, la reacción de hidrólisis se realiza en una condición en la que se aplica una presión igual o superior a la presión de vapor de saturación de agua y el agua puede mantenerse en un estado líquido.

El tiempo de reacción varía dependiendo de la temperatura de reacción, el tipo de material de partida que va a usarse y similares y, por tanto, no puede determinarse. Sin embargo, en general, el tiempo de reacción se selecciona preferiblemente para que esté dentro del intervalo de desde 0,1 minutos hasta 10 horas. El intervalo desde 0,1 minutos hasta 1 hora es más preferible y el intervalo desde 0,1 minutos hasta 10 minutos es adicionalmente más preferible. En el caso de un reactor de tipo discontinuo, el tiempo de reacción se cuenta desde la finalización de la carga del material de partida. En el caso de un reactor de tipo continuo, el tiempo de reacción se cuenta desde el momento en el que la reacción ha alcanzado el estado estacionario. El tiempo de reacción del reactor de tipo continuo significa el tiempo en el que el líquido de reacción se retiene en el reactor y está indicado por un valor obtenido dividiendo el volumen del reactor entre el volumen de flujo de los materiales de reacción suministrados al reactor por tiempo unitario.

Según la presente invención, la reacción de hidrólisis se realiza a una alta temperatura. Por tanto, la reacción avanza incluso sin un catalizador. Sin embargo, puede añadirse un catalizador de ácido o álcali. El catalizador usado en la presente invención no está particularmente limitado, sino que, por ejemplo, puede usarse un ácido, una base o una combinación de un ácido y una base, que se usan en general en una reacción de hidrólisis.

Cuando se usa un catalizador, la cantidad de uso del catalizador no está particularmente limitada siempre que se logre una eficacia de reacción deseada de una reacción de hidrólisis de un material de partida. Sin embargo, en general, la cantidad de uso es preferiblemente de 0,01 a 10 partes en peso y más preferiblemente de 0,1 a 5 partes en peso con respecto a 100 partes en peso de un compuesto orgánico como material de partida.

Como mezcladora usada para mezclar un compuesto orgánico y agua de antemano, en el caso de una mezcladora de tipo discontinuo, por ejemplo, puede usarse preferiblemente una mezcladora de hélice, una mezcladora Agihomo, una homomezcladora, una hélice de paletas de turbina de disco que tenga una propiedad de alta cizalladura, una hélice de paletas de palas inclinadas o una hélice de palas de paletas. En el caso de una mezcladora de tipo continuo, por ejemplo, puede usarse preferiblemente una mezcladora en línea de tubería, una homomezcladora en línea, una mezcladora ultrasónica, un homogeneizador de alta presión, bombas tales como una bomba centrífuga que tenga una propiedad de alta cizalladura, una mezcladora de dispersión o una mezcladora estática. Entre los ejemplos descritos anteriormente, es preferible usar una mezcladora estática porque tiene una configuración sencilla y su mantenimiento puede realizarse de manera sencilla, en comparación con las otras. Específicamente, una mezcladora de tipo de flujo de contracción de orificio es más preferible porque la velocidad de cizalladura del fluido en la sección de mezclado de la misma es alta y puede lograrse un efecto mezclado de alto.

La temperatura cuando se mezclan un compuesto orgánico y agua en una mezcladora no está particularmente limitada, sino que es preferiblemente la misma temperatura aproximadamente que la temperatura de reacción.

Como reactor para realizar la reacción de hidrólisis, en el caso de un reactor de tipo continuo, puede usarse un reactor de tipo tubo de flujo tal como un reactor de tipo tubo, un reactor de tipo torre, un reactor semicontinuo tal como un reactor de depósito con agitación continuo.

El material del reactor usado según la presente invención no está particularmente limitado. En general, el material usado para la reacción química puede usarse arbitrariamente. Los ejemplos específicos son materiales de metal tales como acero, acero inoxidable, aleación de Fe-Cr-Ni tal como Carpenter 20, aleación de cobre, aleación de aluminio, aleación de Ni-Cr-Fe, aleación de Ni-Cu, aleación de Ni-Mo-Fe-Cr, aleación de cobalto, aleación de titanio, aleación de circonio, molibdeno o cromo, vidrio duro, vidrio de sílice, porcelana, revestimiento de vidrio, resina sintética o materiales cerámicos. Entre los materiales descritos anteriormente, cuando la reacción tiene lugar en una condición de temperatura cercana a la condición de agua supercrítica en lo que se refiere a la corrosión de los materiales, es preferible un material de metal tal como acero inoxidable austenítico, aleación de Ni-Cr-Fe o aleación de Ni-Mo-Fe-Cr y son más preferibles aleación de Ni-Cr-Fe y aleación de Ni-Mo-Fe-Cr.

Según el método de la presente invención, puede realizarse una reacción de hidrólisis mediante uno cualquiera de un método discontinuo en el que se suministra un material de partida a una cantidad requerida para 1 lote y se completa la reacción de hidrólisis para la cantidad en una operación discontinua y un método continuo en el que se suministra de manera continua un material de partida y se realiza una reacción de hidrólisis. Sin embargo, debido a que la temperatura puede aumentarse/reducirse en un tiempo corto, las condiciones de reacción pueden controlarse de manera sencilla y puede hacerse que la reacción avance eficazmente, es preferible realizar de manera continua la reacción de hidrólisis.

Cuando se realiza de manera continua una reacción de hidrólisis, se usa preferiblemente un reactor de tipo tubo porque presenta una buena operatividad y alta resistencia a la presión en una reacción de alta presión. Además, cuando se usa una mezcladora, se usa preferiblemente una mezcladora estática porque tiene una configuración sencilla y su mantenimiento puede realizarse de manera sencilla. Específicamente, una mezcladora de tipo flujo de contracción de orificio es más preferible porque la velocidad de cizalladura del fluido en la sección de mezclado de la misma es alta y puede lograrse un efecto de mezclado alto.

Tras la finalización de la reacción, por ejemplo, se enfría la mezcla reaccionada hasta una temperatura deseada, se realiza evaporación o destilación, sedimentación espontánea o sedimentación centrífuga tal como se desee según un método conocido para refinar la mezcla y separar la mezcla del agua sin reaccionar, obteniendo, por tanto, un hidrolizado.

## Ejemplos

<Ejemplo 1> (referencia)

Se usó el aparato de reacción mostrado en la FIG. 1. El aparato de reacción de la FIG. 1 incluye un reactor de tipo tubo 1, un enfriador 2, una sección de suministro de material de partida 3, una sección de suministro de agua 4 y un depósito de recogida separado 5. Cada una de la sección de suministro de material de partida 3 y la sección de suministro de agua 4 está conectada al reactor de tipo tubo 1.

Tras precalentar hasta la misma temperatura que la temperatura de reacción, se suministraron de manera continua 2-etil-hexilglicidil éter como material de partida y agua de intercambio iónico a 0,73 g/min y 7,03 g/min, respectivamente, desde la sección de suministro de material de partida 3 y la sección de suministro de agua 4 hasta el reactor de tipo tubo 1 (que tiene un diámetro interno mínimo de canal de flujo de 1,0 mm, una longitud de tubo de 10 m y que está formado de SUS316).

En el reactor de tipo tubo 1, se calentó un fluido interno de modo que la temperatura (es decir, la temperatura de

reacción) del fluido interno llegara a ser de 250°C, se controló la presión (es decir, la presión de reacción) en el reactor de tipo tubo 1 mediante una válvula de contrapresión 6 de modo que fuese de 5 MPa. En las condiciones de presión y temperatura descritas anteriormente, se realizó la reacción de hidrólisis de un compuesto orgánico como material de partida. La presión de vapor de saturación de agua a 250°C fue de 4,0 MPa y la cantidad de agua con respecto al compuesto orgánico como material de partida en un estado estacionario de la reacción fue, en cuanto a conversión molar, 100 veces tan grande como la cantidad estequiométrica de agua requerida para la reacción.

Tras la reacción de hidrólisis, se enfrió la mezcla resultante hasta de 40°C a 50°C en el enfriador 2, y entonces se recogió la mezcla en el depósito de recogida separado 5 a través de la válvula de contrapresión 6. En el depósito de recogida separado 5, se dividió la mezcla reaccionada en capas y se recogió un reactante como capa superior.

Se tomaron muestras del reactante una hora tras suministrarse glicidil éter y se inició la reacción de hidrólisis, y se obtuvieron una razón de conversión de la reacción y una razón selectiva de dímero para gliceril éter a partir de un cromatograma de gases (un aparato de cromatografía de gases: Agilent 6850 Series II fabricado por Agilent Technologies, una columna capilar: HP-ULTRA2 que tiene dimensiones de 12 m x 0,2 mm x 0,33 µm, una sustancia patrón interna: n-decano). Los resultados se muestran en la tabla 1. Se calculó la razón de conversión de la reacción basándose en: glicidil éter reaccionado (mol) / glicidil éter suministrado (mol) x 100. Se calculó la tasa de producción de dímero que indica una reacción secundaria basándose en: cantidad de dímero (% en moles) en el reactante / razón de conversión de la reacción (% en moles) x 100.

<Ejemplo 2> (referencia)

Se usó el reactor de tipo tubo 1 que tiene una longitud de tubo de 3,1 m, se ajustó la temperatura de reacción para que fuese de 270°C, se ajustó la presión de reacción para que fuese de 7 MPa, se suministró 2-etil-hexilglicidil éter como material de partida a 0,23 g/min y se suministró agua de intercambio iónico a 2,2 g/min. Aparte de eso, de la misma manera que en el ejemplo 1, se produjo gliceril éter. Los resultados se muestran en la tabla 1. Obsérvese que la presión de vapor de saturación de agua a 270°C es de 5,5 MPa.

<Ejemplo 3> (referencia)

Se suministraron de manera continua 2-etil-hexilglicidil éter como material de partida y agua de intercambio iónico a 1,64 g/min y 15,9 g/min, respectivamente, al reactor de tipo tubo 1 que tiene un diámetro interno mínimo de canal de flujo de 3,0 mm y una longitud de tubo de 2,0 m. Aparte de eso, de la misma manera que en el ejemplo 2, se produjo gliceril éter. Los resultados se muestran en la tabla 1.

<Ejemplo 4> (referencia)

Se ajustó la temperatura de reacción para que fuese de 290°C y se ajustó la presión de reacción para que fuese de 9 MPa. Aparte de eso, de la misma manera que en el ejemplo 3, se produjo gliceril éter. Los resultados se muestran en la tabla 1. Obsérvese que la presión de vapor de saturación de agua a 290°C es de 7,4 MPa.

<Ejemplo 5> (referencia)

Se suministraron de manera continua 2-etil-hexilglicidil éter como material de partida y agua de intercambio iónico a 18,17 g/min y 176 g/min, respectivamente, al reactor de tipo tubo 1 que tiene un diámetro interno mínimo de canal de flujo de 10 mm y una longitud de tubo de 2,0 m. Aparte de eso, de la misma manera que en el ejemplo 4, se produjo gliceril éter. Los resultados se muestran en la tabla 1.

<Ejemplo 6>

Se usó el aparato de reacción mostrado en la FIG. 2. El aparato de la FIG. 2 incluye un reactor de tipo tubo 1, un enfriador 2, una sección de suministro de material de partida 3, una sección de suministro de agua 4, un depósito de recogida separado 5 y una mezcladora 7. Cada una de la sección de suministro de material de partida 3 y la sección de suministro de agua 4 está conectada a la mezcladora 7.

Tras precalentar hasta la misma temperatura que la temperatura de reacción, se suministraron de manera continua 2-etil-hexilglicidil éter como material de partida y agua de intercambio iónico a 67,9 g/min y 657 g/min, respectivamente, desde la sección de suministro de material de partida 3 y la sección de suministro de agua 4 hasta la mezcladora 7. Se proporcionó en la mezcladora 7 una mezcladora de tipo flujo de contracción (en este caso, Bunsan-kun fabricada por Fujikin, que incluye 5 pares de bloque de 4 poros y bloque de 5 poros y que tiene un diámetro interno de la sección de contracción de 1,0 mmφ y una longitud de poro de 0,05 m). Se suministraron de manera continua los materiales de reacción en la mezcladora 7 al reactor de tipo tubo 1 (que tiene un diámetro interno de canal de flujo de 16 mm, una longitud de tubo de 5,4 m y que está formado de SUS316).

En el reactor de tipo tubo 1, se calentó un fluido interno de modo que la temperatura (temperatura de reacción) del fluido interno llegó a ser de 270°C y se ajustó la presión (es decir, la presión de reacción) en el reactor de tipo tubo 1

para que fuese de 7 MPa. En las condiciones de temperatura y presión, se realizó una reacción de hidrólisis de un compuesto orgánico como material de partida. En el estado estacionario de la reacción, la cantidad de agua con respecto al compuesto orgánico como material de partida era, en cuanto a conversión molar, 100 veces tan grande como la cantidad estequiométrica de agua requerida para la reacción.

5 Tras la reacción de hidrólisis, se enfrió la mezcla hasta de 40°C a 50°C en el enfriador 2, y entonces se recogió la mezcla en el depósito de recogida separado 5 a través de la válvula de contrapresión 6. En el depósito de recogida separado 5, se dividió la mezcla reaccionada en capas y se recogió un reactante como capa superior.

10 Se tomaron muestras del reactante una hora tras suministrarse glicidil éter y se inició la reacción de hidrólisis, y se obtuvieron una razón de conversión de la reacción y una razón selectiva de dímero para gliceril éter a partir del cromatograma de gases. Los resultados se muestran en la tabla 1.

<Ejemplo 7>

15 Se ajustó la temperatura de reacción para que fuese de 290°C, se ajustó la presión de reacción para que fuese de 9 MPa y se suministraron de manera continua 2-etil-hexilglicidil éter como material de partida y agua de intercambio iónico a 102 g/min y 985 g/min, respectivamente, a la mezcladora 7. Aparte de eso, de la misma manera que en el ejemplo 6, se produjo gliceril éter. Los resultados se muestran en la tabla 1.

20 <Ejemplo 8>

25 Se suministraron de manera continua 2-etil-hexilglicidil éter como material de partida y agua de intercambio iónico a 69,7 g/min y 472 g/min, respectivamente, a la mezcladora 7. En el estado estacionario de la reacción, la cantidad de agua con respecto al compuesto orgánico como material de partida era, en cuanto a conversión molar, 70 veces tan grande como la cantidad estequiométrica de agua requerida para la reacción. Aparte de eso, de la misma manera que en el ejemplo 6, se produjo gliceril éter. Los resultados se muestran en la tabla 1.

30 <Ejemplo 9>

35 Se suministraron de manera continua 2-etil-hexilglicidil éter como material de partida y agua de intercambio iónico a 26,9 g/min y 520 g/min, respectivamente, a la mezcladora 7. En el estado estacionario de la reacción, la cantidad de agua con respecto al compuesto orgánico como material de partida era, en cuanto a conversión molar, 200 veces tan grande como la cantidad estequiométrica de agua requerida para la reacción. Aparte de eso, de la misma manera que en el ejemplo 8, se produjo gliceril éter. Los resultados se muestran en la tabla 1.

<Ejemplo 10>

40 Se usó el reactor de tipo tubo 1 que tiene una longitud de tubo de 10,8 m, se suministraron isodeciliglicidil éter como material de partida y agua de intercambio iónico a 77,0 g/min y 647 g/min, respectivamente, a la mezcladora 7, se ajustó la temperatura de reacción para que fuese de 280°C y se ajustó la presión de reacción para que fuese de 8 MPa. Aparte de eso, de la misma manera que en el ejemplo 6, se produjo gliceril éter. Los resultados se muestran en la tabla 1. Obsérvese que la presión de vapor de saturación de agua a 280°C es de 6,4 MPa.

45 <Ejemplo 11>

50 Se usó el aparato de reacción de la FIG. 2. Tras precalentar hasta la misma temperatura que la temperatura de reacción, se suministraron de manera continua 2-etil-hexilglicidil éter como material de partida y agua de intercambio iónico a 4650 g/min y 45000 g/min, respectivamente, a la mezcladora 7. Se proporcionó en la mezcladora 7 una mezcladora de tipo flujo de contracción (en este caso, Bunsan-kun fabricada por Fujikin, que incluye 5 pares de bloque de 20 poros y bloque de 25 poros y que tiene un diámetro interno de la sección de contracción de 3,0 mmφ y una longitud de poro de 0,05 m). Se suministraron de manera continua los materiales de reacción mezclados en la mezcladora 7 al reactor de tipo tubo 1 (que tiene un diámetro interno de canal de flujo de 50 mm y una longitud de tubo de 74 m).

55 En el reactor de tipo tubo 1, se calentó un fluido interno de modo que la temperatura de reacción llegó a ser de 250°C y se ajustó la presión de reacción para que fuese de 8 MPa. En las condiciones de temperatura y presión, se realizó una reacción de hidrólisis de un compuesto orgánico como material de partida. Los resultados se muestran en la tabla 1.

60 <Ejemplo comparativo 1>

65 En lugar del aparato de reacción de la FIG. 2, se usó el aparato de reacción de la FIG. 1. Es decir, no se usó la mezcladora 7. Aparte de eso, de la misma manera que en el ejemplo 6, se produjo gliceril éter. Los resultados se muestran en la tabla 1.

<Ejemplo comparativo 2>

5 En lugar del aparato de reacción de la FIG. 2, se usó el aparato de reacción de la FIG. 1. Es decir, no se usó la mezcladora 7. Aparte de eso, de la misma manera que en el ejemplo 8, se produjo gliceril éter. Los resultados se muestran en la tabla 1.

<Ejemplo comparativo 3>

10 En lugar del aparato de reacción de la FIG. 2, se usó el aparato de reacción de la FIG. 1. Es decir, no se usó la mezcladora 7. Aparte de eso, de la misma manera que en el ejemplo 9, se produjo gliceril éter. Los resultados se muestran en la tabla 1.

<Ejemplo comparativo 4>

15 En lugar del aparato de reacción de la FIG. 2, se usó el aparato de reacción de la FIG. 1. Es decir, no se usó la mezcladora 7. Aparte de eso, de la misma manera que en el ejemplo 10, se produjo gliceril éter. Los resultados se muestran en la tabla 1.

20 En cada uno de los ejemplos 1 a 5 y ejemplos comparativos 1 a 4, se usó un aparato de reacción que no incluye la mezcladora 7. Sin embargo, el reactor 1 sirve como sección de mezclado y sección de reacción.

[Tabla 1]

	Ejemplo 1*	Ejemplo 2*	Ejemplo 3*	Ejemplo 4*	Ejemplo 5*	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 11	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4
Compuesto orgánico como material de partida *	A	A	A	A	A	A	A	A	A	B	A	A	A	A	B
Velocidad de flujo de materiales de reacción															
Compuesto orgánico como material de partida (g/min)	0,73	0,23	1,64	1,64	18,17	67,9	102	69,7	26,9	77,0	4,650	67,9	69,7	26,9	77,0
Agua (g/min)	1,02	0,33	2,35	2,41	26,70	97,45	150	100	38,6	111	6,522	97,4	100	38,6	111
Mezcladora	7,03	2,20	15,9	17,6	657	857	985	472	520	647	45,000	657	472	520	647
	9,17	3,01	21,7	22,9	254	898	1.420	645	711	907	58.693	898	645	711	907
Dámetro interno mínimo de canal de flujo, D <sub>min</sub> (mm)	-	-	-	-	-	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	3,0	-	-	-	-
Longitud de tubo (m)	-	-	-	-	-	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	-	-	-	-
Tiempo de residencia, t (min)	-	-	-	-	-	0,11	0,071	0,14	0,14	0,11	0,013	-	-	-	-
Reactor	Tipo tubo	Tipo tubo	Tipo tubo	Tipo tubo	Tipo tubo	Tipo tubo	Tipo tubo	Tipo tubo	Tipo tubo	Tipo tubo	Tipo tubo				
Dámetro interno mínimo de canal de flujo, D <sub>min</sub> (mm)	1,0	1,0	3,0	3,0	10	16	16	16	16	16	50	16	16	16	16
Longitud de tubo (m)	10	3,1	2,0	2,0	2,0	5,4	5,4	5,4	5,4	10,8	74	5,4	5,4	5,4	10,8
Tiempo de residencia, t (min)	1,0	1,0	0,8	0,8	0,8	1,5	1,0	2,0	2,0	3,0	3,0	1,5	2,0	2,0	3,0
Mezcladora o reactor															
Dámetro interno mínimo de canal de flujo, D <sub>min</sub> (mm)	1,0	1,0	3,0	3,0	10	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	3,0	16	16	16	16
El número n de diámetro interno mínimo de canal de flujo, D <sub>min</sub>	1	1	1	1	1	4	4	4	4	4	20	1	1	1	1
Velocidad de flujo U (mm/s)	216	71	57	60	59	5,280	8,326	3,951	3,974	5,405	7,689	83	63	64	83
U/D <sub>min</sub> (l/s)	216	71	19	20	5,9	5,280	8,326	3,951	3,974	5,405	2,563	5,2	4,0	4,0	5,2
Condiciones de reacción															
Temperatura de reacción (°C)	250	270	270	290	290	270	290	270	270	280	250	270	270	270	280
Presión de reacción (MPa)	5	7	7	9	9	7	9	7	7	8	8	7	7	7	8
Razón de mezclado de agua/compuesto orgánico como material de partida (razón molar)	100	100	100	100	100	100	100	70	200	100	100	100	70	200	100
Resultados de reacción															
Razón de conversión (% en moles)	99,5	99,2	97,8	100,0	99,3	82,8	100,0	83,7	99,1	96,5	99,6	60,3	66,8	76,7	94,9
Cantidad de dímero en reactante (% en moles)	1,4	1,2	2,0	2,2	2,1	1,8	1,6	2,1	1,7	3,8	3,2	1,2	1,7	1,2	5,1
Razón selectiva de dímero (% en moles)	1,4	1,3	2,1	2,2	2,1	2,1	1,6	2,5	1,7	3,9	3,2	1,9	2,6	1,6	5,4

\* Compuesto orgánico como material de partida A: 2-etilhexilclidil éter  
 Compuesto orgánico como material de partida B: isodecilclidil éter  
 \*Los ejemplos 1 a 5 son ejemplos de referencia

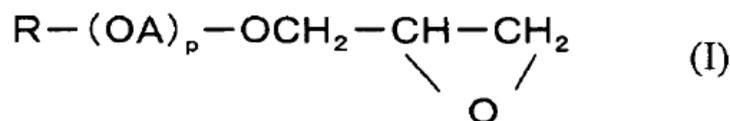
Según los resultados descritos anteriormente, en comparación con los ejemplos comparativos, en cada uno de los ejemplos, la razón de conversión es alta y la razón selectiva de dímero es baja. Esto muestra que la reacción de hidrólisis se realizó eficazmente.

**5 Aplicabilidad industrial**

Tal como se ha descrito, la presente invención es útil como método para producir un hidrolizado, en el que se mezclan un compuesto orgánico y agua y se realiza una reacción de hidrólisis del compuesto orgánico. El hidrolizado obtenido según la presente invención, por ejemplo, gliceril éter obtenido mediante hidrólisis de glicidil éter, puede usarse como un disolvente, un emulsionante, un dispersante, un detergente o un reforzador de espuma.

## REIVINDICACIONES

1. Un método para producir un hidrolizado en el que se mezclan un compuesto orgánico y agua haciendo fluir el compuesto orgánico y agua a través de una mezcladora de tipo flujo de contracción de orificio y se realiza una reacción de hidrólisis del compuesto orgánico,
- en el que el mezclado se realiza bajo flujo de cizalladura del compuesto orgánico y el agua a una velocidad de cizalladura  $U/D_{min}$  de  $20\text{ s}^{-1}$  o más, donde  $D_{min}$  es un diámetro interno mínimo de canal de flujo (mm) en una sección de mezclado y  $U$  es la velocidad de flujo (mm/s) de una mezcla del compuesto orgánico y el agua en la sección de mezclado,
- la reacción de hidrólisis del compuesto orgánico se realiza a una temperatura de reacción de  $150^{\circ}\text{C}$  a  $350^{\circ}\text{C}$  y una presión de reacción igual o superior a la presión de vapor de saturación del agua,
- en el que, tras mezclar el compuesto orgánico y el agua, se realiza posteriormente la reacción de hidrólisis del compuesto orgánico, y
- en el que el compuesto orgánico es glicidil éter expresado mediante la fórmula general (I)
- [Fórmula química 1]



- (donde R es un grupo hidrocarbonado en el que parte de o todos los átomos de hidrógeno pueden reemplazarse por átomos de flúor, cuyo número de carbonos es de 1 a 20 y que está saturado o insaturado, OA es un grupo oxialquileo que puede ser igual que o diferente de otro OA y cuyo número de carbonos es de 2 a 4, y p es un número de 0 a 20).
2. El método de la reivindicación 1, en el que la reacción de hidrólisis del compuesto orgánico se realiza sin usar un catalizador.
3. El método de la reivindicación 1, en el que la reacción de hidrólisis del compuesto orgánico es una reacción de apertura de anillo mediante el agua.
4. El método de la reivindicación 1, en el que la cantidad del agua con respecto al compuesto orgánico es, en cuanto a conversión molar, de 20 a 500 veces tan grande como la cantidad estequiométrica de agua requerida para la reacción.
5. El método de la reivindicación 1, en el que la reacción de hidrólisis del compuesto orgánico se realiza de manera continua.
6. El método de la reivindicación 1, en el que el diámetro interno mínimo de canal de flujo en la sección de mezclado en que se mezclan el compuesto orgánico y el agua es de 1 mm a 15 mm.
7. El método de la reivindicación 1, en el que la temperatura de reacción para la reacción de hidrólisis oscila entre  $250$  y  $290^{\circ}\text{C}$ .

FIG.1

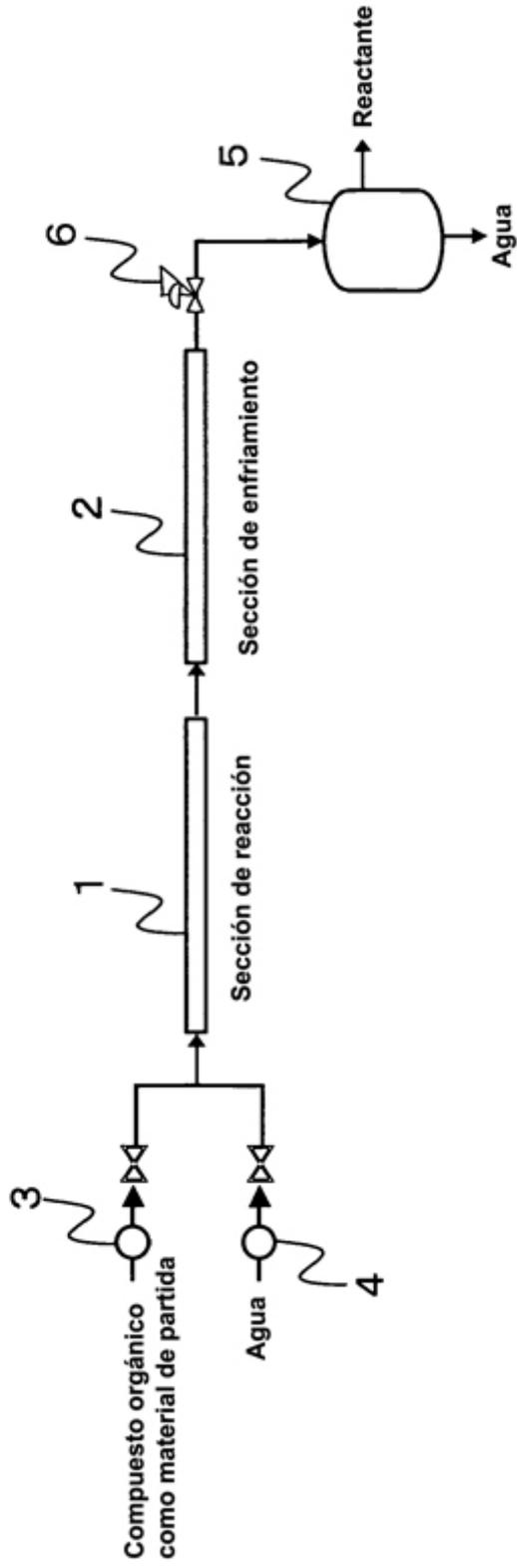


FIG.2

