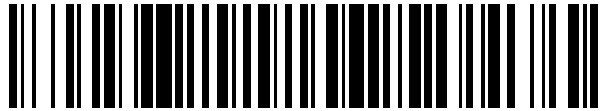


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 424 494**

51 Int. Cl.:

B01J 4/00

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.03.2010 E 10710345 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.05.2013 EP 2421637**

54 Título: **Anillo dosificador**

30 Prioridad:

23.04.2009 DE 102009002592

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

02.10.2013

73 Titular/es:

EVONIK RÖHM GMBH (100.0%)

Kirschenallee

64293 Darmstadt, DE

72 Inventor/es:

SARTORELLI, LORENZA;

PERL, ANDREAS;

GROPP, UDO;

SELBACH, ARNDT;

SOHNEMANN, STEFANIE;

GRÖMPING, MATTHIAS;

MNICH, NORBERT y

MERTZ, THOMAS

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 424 494 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

Anillo dosificador

- 5 El ácido (met)acrílico y ésteres del ácido (met)acrílico representan importantes productos de la industria química, los cuales sirven como materiales de partida para muchos productos importantes. Por lo tanto, un rendimiento máximo, una pureza particularmente elevada con bajos costes de producción es esencial para el éxito industrial de un proceso de fabricación para un producto importante de este tipo. Mejoras ya relativamente pequeñas en relación con los rendimientos, los tiempos de funcionamiento de las instalaciones o características similares del procedimiento conducen a un importante progreso en relación con la cantidad de productos secundarios indeseados y con los costes de fabricación.
- 10 La metacrilamida empleada para la preparación de ácido metacrílico, puede obtenerse, preferiblemente, mediante el denominado procedimiento ACH. Partiendo de ácido cianhídrico y acetona se prepara, en una primera etapa, acetocianhidrina, la cual, a continuación, se hace reaccionar para formar metacrilamida. Estas etapas se representan, entre otros, en los documentos US 7.253.307, EP-A-1 666 451 y PCT/EP2007 059092.
- 15 La acetocianhidrina se prepara según procedimientos generalmente conocidos (véase, por ejemplo, Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4ª edición, tomo 7). A menudo se emplean en tal caso como participantes en la reacción acetona y ácido cianhídrico. En el caso de la reacción se trata de una reacción exotérmica. Con el fin de contrarrestar una descomposición de la acetocianhidrina formada en el marco de esta reacción, habitualmente el calor de la reacción es evacuado a través de un dispositivo adecuado. En tal caso, la reacción puede realizarse básicamente como proceso en tandas o como un procedimiento continuo, en la medida en que se prefiera un modo de proceder continuo, la reacción se lleva a cabo a menudo en un reactor de tipo bucle que está correspondientemente equipado.
- 20 La acetocianhidrina preparada a través de diferentes procedimientos de preparación conocidos se somete habitualmente a un tratamiento por destilación. En tal caso, la acetocianhidrina bruta estabilizada es liberada de componentes de bajo punto de ebullición a través de una columna correspondiente. Un procedimiento de destilación adecuado puede realizarse, por ejemplo, a través de sólo una columna. Sin embargo, asimismo es posible emplear, en el marco de una correspondiente purificación de acetocianhidrina bruta una combinación de dos o más columnas de destilación, combinadas también con un evaporador de película descendente. Además, pueden combinarse entre sí dos o más evaporadores de película descendente o también dos o más columnas de destilación.
- 25 La acetocianhidrina bruta llega a la destilación a partir del almacén, por norma general, con una temperatura de aproximadamente 0 hasta aproximadamente 15°C, por ejemplo una temperatura de aproximadamente 5 hasta aproximadamente 10°C. Básicamente, la acetocianhidrina bruta puede introducirse directamente en la columna. Sin embargo, en algunos casos se ha acreditado el que primeramente la acetocianhidrina bruta y fría absorba, a través de un intercambiador de calor, una parte del calor del producto ya purificado por destilación. Por lo tanto, en el marco de otra forma de realización del procedimiento descrito en esta memoria, la acetocianhidrina es calentada a través de un intercambiador de calor hasta una temperatura de aproximadamente 60 hasta 80°C.
- 30 La purificación por destilación de la acetocianhidrina tiene lugar a través de una columna de destilación con más de 5, preferiblemente más de 10 platos, o a través de una cascada de dos o más columnas de destilación correspondientemente adecuadas. El caldeo del fondo de la columna tiene lugar, preferiblemente, con vapor. Se ha manifestado ventajoso que la temperatura del fondo no rebasa una temperatura de 140°C, y se han podido obtener buenos rendimientos y una buena purificación cuando la temperatura del fondo no era mayor que aproximadamente 130°C o no era mayor que aproximadamente 110°C. Los datos de temperatura se refieren en este caso a la temperatura de la pared del fondo de la columna.
- 35 La acetocianhidrina bruta es aportada al cuerpo de la columna en el tercio superior de ésta. La destilación se lleva a cabo preferiblemente a presión reducida, por ejemplo a una presión de aproximadamente 50 hasta aproximadamente 900 mbar, en particular de aproximadamente 50 hasta aproximadamente 250 mbar, y con buenos resultados entre 50 y aproximadamente 150 mbar.
- 40 En la parte superior de la columna se retiran impurezas gaseosas, en particular acetona y ácido cianhídrico, las sustancias gaseosas separadas son enfriadas a través de un intercambiador de calor o de una cascada de dos o más intercambiadores de calor. En este caso, se emplea preferiblemente un enfriamiento de la salmuera con una temperatura de aproximadamente 0 hasta aproximadamente 10°C. En este caso, a las sustancias constitutivas gaseosas de los vapores se les ofrece la posibilidad de condensarse. La primera etapa de condensación puede tener lugar, por ejemplo, a presión normal. Sin embargo, es asimismo posible y, en algunos casos se ha manifestado ventajoso, que esta primera etapa de condensación tenga lugar a presión reducida, preferiblemente a una presión que reine en el marco de la destilación. El condensado es dirigido a un recipiente de recogida enfriado
- 55

y allí es almacenado a una temperatura de aproximadamente 0 hasta aproximadamente 15°C, en particular a aproximadamente 5 hasta aproximadamente 10°C.

5 Los compuestos gaseosos que no se condensan en el marco de la primera etapa de condensación se retiran del recinto de depresión a través de una bomba de vacío. En este caso, se puede emplear básicamente una bomba de vacío arbitraria. Sin embargo, en muchos casos se ha manifestado ventajoso emplear una bomba de vacío que, en virtud de su estructura, no conduzca a la incorporación de impurezas líquidas en la corriente gaseosa. Preferiblemente, por lo tanto, en este caso se emplean, por ejemplo, bombas de vacío que funcionan en seco.

10 La corriente gaseosa que se desprende del lado de presión de la bomba es conducida a través de otro intercambiador de calor que es preferiblemente enfriado con salmuera a una temperatura de aproximadamente 0 hasta aproximadamente 15°C. Las sustancias constitutivas que se condensan en este caso se recogen asimismo en el recipiente colector que ya recoge los condensados obtenidos bajo las condiciones de vacío. La condensación llevada a cabo en el lado de presión de la bomba de vacío puede tener lugar, por ejemplo, a través de un intercambiador de calor, pero también con una cascada de dos o más intercambiadores de calor dispuestos en serie o en paralelo. Las sustancias gaseosas que permanecen después de esta etapa de condensación se evacúan y se aportan a un aprovechamiento ulterior arbitrario, por ejemplo a un aprovechamiento térmico.

15 Los condensados recogidos se continúan utilizando asimismo de forma arbitraria. Sin embargo, se ha manifestado extremadamente ventajoso, desde puntos de vista económicos, devolver los condensados a la reacción para la preparación de acetocianhidrina. Esto tiene lugar, preferiblemente en uno o varios puntos que hacen posible el acceso al reactor de tipo bucle. Los condensados pueden presentar básicamente una composición arbitraria, en la medida en que no perturben a la preparación de la acetocianhidrina. En muchos casos, la cantidad predominante del condensado se compondrá de acetona y ácido cianhídrico, por ejemplo en una relación molar de aproximadamente 2:1 hasta aproximadamente 1:2, a menudo en una relación de aproximadamente 1:1.

20 La acetocianhidrina obtenida del fondo de la columna de destilación es enfriada primeramente a través de un primer intercambiador de calor por parte de la acetocianhidrina bruta fría aportada, hasta una temperatura de aproximadamente 40 hasta aproximadamente 80°C. A continuación, la acetocianhidrina es enfriada a través de al menos otro intercambiador de calor hasta una temperatura de aproximadamente 30 hasta aproximadamente 35°C y es almacenada eventualmente de manera intermedia.

En el marco de otro elemento del procedimiento, la acetocianhidrina es sometida a una hidrólisis. En este caso se forma, a diferentes etapas de temperatura y después de una serie de reacciones, metacrilamida como producto.

25 La reacción se realiza de un modo conocido por el experto en la materia mediante una reacción entre ácido sulfúrico concentrado y acetocianhidrina. La reacción es exotérmica, de modo que, de manera ventajosa, se puede evacuar del sistema calor de la reacción.

30 La reacción puede también llevarse a cabo en este caso de nuevo en el procedimiento en tandas o en procedimientos continuos. Esto último se ha manifestado ventajoso en muchos casos. En la medida en que la reacción se lleve a cabo en el marco de un procedimiento continuo, se ha acreditado el empleo de reactores de tipo bucle. Los reactores de tipo bucle son conocidos en el mundo científico. Éstos pueden estar realizados, en particular, en forma de reactores de tubos con retorno. La reacción puede tener lugar, por ejemplo, en sólo un reactor de tipo bucle. Sin embargo, también puede ser ventajoso llevar a cabo la reacción en una cascada de dos o más reactores de tipo bucle.

35 Un reactor de tipo bucle adecuado presenta, en el marco del procedimiento descrito, uno o varios lugares de aportación de acetocianhidrina, uno o varios lugares de aportación de ácido sulfúrico concentrado, uno o varios separadores de gas, uno o varios intercambiadores de calor y uno o varios mezcladores. El reactor de tipo bucle puede comprender otros componentes tales como medios transportadores, bombas, elementos de control, etc.

40 La hidrólisis de acetocianhidrina con ácido sulfúrico es, como ya se ha descrito, exotérmica. Paralelamente a la reacción principal tienen lugar varias reacciones secundarias que conducen a la reducción del rendimiento. En el intervalo preferido de temperaturas, la descomposición de acetocianhidrina, asimismo una reacción exotérmica y rápida, juega un papel esencial. El calor de la reacción que resulta en el marco de la reacción debe, sin embargo, eliminarse al menos ampliamente del sistema, dado que con una temperatura de funcionamiento ascendente y un tiempo de permanencia creciente disminuye el rendimiento. Ciertamente, es básicamente posible conseguir con intercambiadores de calor correspondientes una evacuación rápida y completa del calor de la reacción. Sin embargo, también puede ser desventajoso enfriar demasiado la mezcla antes de la dosificación de la acetocianhidrina, dado que tanto para una mezcladura como también para una evacuación eficaz del calor es necesaria una elevada turbulencia. Dado que con la temperatura decreciente aumenta intensamente la viscosidad de la mezcla amasada, disminuye de manera correspondiente la turbulencia de flujo, en parte hasta el intervalo laminar, lo cual conduce en el intercambiador de calor a una evacuación ineficaz del calor y, en la dosificación de

la acetocianhidrina, a una mezcladura más lenta y heterogénea.

Se requiere una rápida mezcladura de acetocianhidrina y de la mezcla de reacción, dado que la acetocianhidrina ha de reaccionar antes de que se descomponga en virtud del calentamiento. Una distribución fina de las gotitas del reaccionante, lo cual significa una tensión superficial grande, es preferida por la reacción deseada en la superficie de las gotas frente al calentamiento del volumen de las gotas con una descomposición subsiguiente. Se ha manifestado ventajosa una fina distribución de acetocianhidrina, dado que la reacción tiene lugar en la superficie de las gotas.

Además de ello, temperaturas demasiado bajas en la mezcla de reacción pueden conducir a una cristalización de sustancias constitutivas de la mezcla de reacción en los intercambiadores de calor. Con ello continúa empeorando la transmisión de calor, con lo que se puede consignar un claro retroceso del rendimiento. Además de ello, el reactor de tipo bucle no puede ser cargado con las cantidades óptimas de reaccionantes, de modo que en conjunto padece la eficacia del procedimiento.

Por lo tanto, es misión de la invención mejorar la aportación y la distribución fina de medios capaces de fluir o gases en conducciones tubulares o reactores de tubos, de manera ideal, mejorar también procesos de mezcladura.

Este problema se resuelve mediante un dispositivo para la dosificación de medios capaces de fluir o gases, caracterizado por que se emplean uno o varios anillos dosificadores con lugares de dosificación [11] provistos en conducciones tubulares, reactores de tubos o reactores de bucles, estando dispuestos el o los anillos dosificadores por fuera, presentando una cámara distribuidora circundante y estando la pared interna de los anillos dosificadores atravesada por 2 a 20 canales de inyección.

Sorprendentemente, se encontró que la aportación que se hace posible con el anillo dosificador y la fina distribución de un medio capaz de fluir o gas a lo largo de toda la periferia del tubo o bien de la superficie en sección transversal del tubo se produce una mejora esencial del proceso de mezcladura. En un tramo corto pueden mezclarse grandes cantidades.

El anillo dosificador de acuerdo con la invención puede tener diversas formas de realización. Por ejemplo, en el anillo pueden estar incorporados muchos pequeños lugares de dosificación [11], o unos pocos lugares de dosificación grandes (Figura 1). Los lugares de dosificación pueden penetrar también a través de tubitos [13] en el interior del tubo (Figura 2), en formas de realización particulares, también tubitos de diferente longitud.

El anillo dosificador puede, en función de la misión de dosificación, enfriarse o calentarse.

Aquí radica otra importante ventaja del anillo de acuerdo con la invención, situado por fuera, el cual no es calentado por el medio circundante tal como, p. ej., una lanza dosificadora que penetra en el tubo. Además, a través de este anillo se puede enfriar la acetocianhidrina, lo cual, p. ej. en una lanza dosificadora, sería constructivamente mucho más complejo.

Una forma de realización particular es un anillo dosificador en el que la dosificación tiene lugar bajo sobrepresión.

El dispositivo puede adoptar cualquier forma espacial adecuada, preferiblemente está construido en forma de anillo. En este caso pueden emplearse también anillos dobles o múltiples.

El anillo dosificador se adecua particularmente para su empleo en procesos continuos. Preferiblemente, el anillo dosificador se emplea en la preparación continua de metacrilamida mediante hidrólisis de acetocianhidrina con ácido sulfúrico. Otro sector de aplicación sería, por ejemplo, la preparación de acetocianhidrina a partir de acetona y ácido cianhídrico.

De acuerdo con la invención, la reacción tiene lugar de forma continua en un reactor de tubos o reactor de tipo bucle. Las expresiones “de forma continua” y “reactor de tubos” son conocidas en el mundo científico. Por una reacción continua se han de entender, en particular, reacciones en las que a lo largo de un espacio de tiempo prolongado se aportan precursores y se retiran productos de la mezcla de reacción. Los reactores de tubos comprenden al menos una zona en forma de tubo en la que puede tener lugar la reacción. Estos reactores presentan habitualmente una estructura relativamente sencilla, de modo que los costes de inversión son comparativamente bajos.

Los precursores pueden ser introducidos en el reactor de tubos a través de una bomba. Para evitar interrupciones en el funcionamiento condicionadas por el mantenimiento también pueden estar previstas dos o más bombas que pueden conectarse en paralelo. La mezcladura de los precursores con el anillo dosificador puede tener lugar convenientemente en la dirección de flujo visto delante de las bombas, es decir, en el lado de aspiración de las bombas, en donde la instalación no presenta, de manera particularmente preferida, en la zona entre las bombas y el reactor de tubos, otras estructuras internas para la mezcladura. Sin embargo, el anillo dosificador puede ser

también componente de la bomba y puede estar integrado en la carcasa de la bomba. Mediante estas medidas pueden conseguirse ventajas sorprendentes en relación con la seguridad de funcionamiento y los tiempos de funcionamiento de la instalación, así como en relación con el rendimiento y la pureza del producto.

5 Los componentes de la instalación que entran en contacto con sustancias corrosivas, en particular el reactor de tubos, las bombas y los separadores de fases están hechos de materiales adecuados, por ejemplo un metal resistente a los ácidos tal como, por ejemplo, zirconio, tántalo, titanio o acero inoxidable, o un metal revestido que presenta, por ejemplo, una capa de esmalte o una capa de zirconio. Además, también pueden emplearse materiales sintéticos, por ejemplo componentes revestidos con PTFE, componentes grafitizados o piezas de trabajo de grafito, en particular en bombas.

10 En el marco de una ejecución del procedimiento, a partir de una corriente de acetocianhidrina se introduce en un primer reactor de tipo bucle una parte, de preferencia aproximadamente dos tercios a aproximadamente tres cuartos de la corriente en volumen. Preferiblemente, un primer reactor de tipo bucle presenta uno o varios intercambiadores de calor, una o varias bombas, uno o varios elementos mezcladores y uno o varios separadores de gas. Las corrientes de circulación que recorren el primer reactor de bucle se encuentran preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 50 a 650 m³/h, preferiblemente en un intervalo de 100 a 500 m³/h y, de manera más preferida, en un intervalo de aproximadamente 150 a 450 m³/h. En al menos otro reactor de tipo bucle que sigue al primer reactor de tipo bucle, las corrientes de circulación se encuentran preferiblemente en un intervalo de aproximadamente 40 a 650 m³/h, preferiblemente en un intervalo de 50 a 500 m³/h y, de manera más preferida, en un intervalo de aproximadamente 60 a 350 m³/h. Además, como diferencia de temperaturas a lo largo del intercambiador de calor se prefieren aproximadamente 1 a 20°C, siendo particularmente preferidas diferencias de aproximadamente 2 a 7°C.

La aportación de la acetocianhidrina, conforme a la invención a través de un anillo dosificador, puede tener lugar básicamente en cualquier lugar arbitrario en el reactor de tipo bucle. Sin embargo, se ha manifestado ventajoso que la aportación tenga lugar en un elemento mezclador, por ejemplo en un mezclador con partes móviles o un mezclador estático o en un lugar bien mezclado a fondo. La aportación del ácido sulfúrico tiene lugar ventajosamente antes de la adición de acetocianhidrina. Por lo demás, asimismo es sin embargo posible introducir el ácido sulfúrico en cualquier lugar arbitrario en el reactor de tipo bucle.

El anillo dosificador de acuerdo con la invención se emplea para la alimentación del medio, por ejemplo del ácido sulfúrico o de la acetocianhidrina, un poco delante de o en una bomba. Por consiguiente, el flujo altamente turbulento en la carcasa de la bomba se aprovecha para la mezclado de los precursores y, con ello, una máquina transportadora se aprovecha al mismo tiempo como máquina mezcladora. Por consiguiente, se aprovecha ventajosamente el poder mezclador de la bomba.

La relación de los reaccionantes en el reactor de bucle se controla de manera que esté presente un exceso de ácido sulfúrico. El exceso de ácido sulfúrico asciende, respecto de la relación molar de las sustancias constitutivas, en el primer reactor de bucle a aproximadamente 1,8:1 hasta aproximadamente 3:1 y en el último reactor de bucle, a aproximadamente 1,1:1 hasta aproximadamente 2:1.

En algunos casos se ha manifestado ventajoso poner en funcionamiento la reacción en el reactor de tipo bucle con un exceso de este tipo de ácido sulfúrico. El ácido sulfúrico puede servir aquí, por ejemplo, como disolvente y puede mantener baja la viscosidad de la mezcla de reacción, con lo que se puede garantizar una evacuación más rápida del calor de la reacción y una temperatura más baja de la mezcla de reacción. Esto puede conllevar claras ventajas de rendimiento. La temperatura en la mezcla de reacción asciende a aproximadamente a 85 hasta aproximadamente 150°C.

La evacuación de calor se garantiza mediante uno o varios intercambiadores de calor en el reactor de tipo bucle. En este caso, se ha manifestado ventajoso que los intercambiadores de calor dispongan de un sistema sensorial adecuado para el ajuste de la potencia frigorífica con el fin de impedir un intenso enfriamiento de la mezcla de reacción por los motivos arriba mencionados. Así, puede ser ventajoso, por ejemplo, medir puntualmente o de forma continua la transmisión de calor en el intercambiador de calor o en los intercambiadores de calor y luego adaptar la potencia frigorífica de los intercambiadores de calor. Esto puede suceder, por ejemplo, a través del propio agente refrigerante. Asimismo, también es posible, mediante una correspondiente variación de la adición de los participantes en la reacción y mediante la creación de más calor de reacción, alcanzar un calentamiento correspondiente de la mezcla de reacción. También es imaginable una combinación de ambas posibilidades. Preferiblemente, el reactor de tipo bucle dispone además de ello, de al menos de un separador de gas. Por una parte, a través del separador de gas se puede retirar del reactor de tipo bucle de forma continua el producto formado. Por otra parte, de esta forma se pueden retirar del recinto de reacción gases formados en el marco de la reacción. En calidad de gas se forma principalmente monóxido de carbono. El producto retirado del reactor de tipo bucle es transferido preferiblemente a un segundo reactor de tipo bucle. En este segundo reactor de tipo bucle, la

mezcla de reacción que contiene ácido sulfúrico y amida del ácido metacrílico tal como se obtuvo mediante la reacción en el primer reactor de tipo bucle, se hace reaccionar con la corriente parcial remanente de acetocianhidrina. En este caso, el exceso de ácido sulfúrico procedente del primer reactor de tipo bucle o, al menos una parte del ácido sulfúrico en exceso se hace reaccionar con la acetocianhidrina bajo formación ulterior de amida del ácido sulfoxi-isobutírico (SIBA – siglas en alemán). La realización de la reacción en dos o más reactores de tipo bucle presenta la ventaja de que, en virtud del exceso de ácido sulfúrico en el primer reactor de tipo bucle, se pueda mejorar la capacidad de bombeo de la mezcla de reacción y, con ello, la transferencia de calor y, en última instancia, el rendimiento. En el segundo reactor de tipo bucle están dispuestos de nuevo al menos un elemento mezclador, al menos un intercambiador de calor y al menos un separador de gas. La temperatura de la reacción en el segundo reactor de tipo bucle asciende asimismo a aproximadamente 90 hasta aproximadamente 120°C.

El problema de la capacidad de bombeo de la mezcla de reacción, de la transmisión de calor y de una temperatura de reacción lo más baja posible se ajusta en todo reactor de tipo bucle posterior de igual manera que en el primero. Por lo tanto, de manera ventajosa, también el segundo reactor de tipo bucle dispone de un intercambiador de calor, cuya potencia frigorífica puede ser regulada mediante un sistema sensorial correspondiente.

La aportación de la acetocianhidrina tiene lugar de nuevo en un elemento mezclador adecuado, preferiblemente en un mezclador estático en el anillo dosificador de acuerdo con la invención. A partir del separador de gas del segundo reactor de tipo bucle se puede retirar el producto y, para completar la reacción y para la formación de la amida del ácido metacrílico, se puede calentar hasta una temperatura de aproximadamente 130 hasta aproximadamente 180°C.

El calentamiento se lleva a cabo preferiblemente de modo que la temperatura máxima se alcance sólo para un espacio de tiempo lo más breve posible, por ejemplo para un tiempo de aproximadamente un minuto hasta aproximadamente 30 minutos, en particular para un tiempo de aproximadamente dos hasta aproximadamente ocho o de aproximadamente tres hasta aproximadamente cinco minutos. Esto puede tener lugar básicamente en sistemas de aparatos arbitrarios para conseguir una temperatura de este tipo para un espacio de tiempo corto de este tipo. Por ejemplo, la aportación de energía puede tener lugar de un modo convencional mediante energía eléctrica o mediante vapor. Sin embargo, asimismo es posible aportar la energía mediante radiación electromagnética, por ejemplo mediante microondas.

En diferentes casos se ha manifestado ventajoso que la etapa de calentamiento tenga lugar en un intercambiador de calor con dos o en una disposición múltiple de serpentines que pueden presentarse preferiblemente en al menos una disposición doble y opuesta. En este caso, la mezcla de reacción es calentada rápidamente hasta una temperatura de aproximadamente 130 hasta 180°C.

La disolución de amida, así obtenible, presenta por norma general una temperatura de más de 100°C, habitualmente una temperatura de aproximadamente 130 hasta 180°C. Asimismo es posible un enfriamiento a temperaturas menores que 130°C.

Junto al empleo del dispositivo de acuerdo con la invención en procedimientos químicos se ofrecen muchas otras posibilidades de empleo.

Por ejemplo, el anillo dosificador puede utilizarse también en líneas aéreas para el transporte de petróleo. A intervalos regulares deben aportarse mejoradores del flujo al petróleo crudo. En estos lugares de alimentación se añade la mayoría de las veces el mejorador del flujo a través de una boquilla. La gran corriente en volumen presiona el medio dosificado predominantemente a la cara interna del tubo y la reacción tiene lugar mal y también sólo a lo largo de un recorrido amplio. Con el anillo dosificador de acuerdo con la invención se puede asegurar que el mejorador del flujo pueda ser mezclado con el petróleo crudo por toda la sección transversal del tubo.

Una aplicación similar la ofrecen las adiciones de productos químicos necesarios para la obtención de petróleo y de gas.

Otro objeto de la invención es el uso del dispositivo dosificador de acuerdo con la invención en procedimientos químicos, preferiblemente en procedimientos en los que son necesarias una rápida mezcladura a fondo y una distribución fina de un medio. De manera ideal en el punto de la aportación dosificada el medio aportado es hecho reaccionar o bien mezclado completamente con el medio que fluye. En el caso de la aportación dosificada, por ejemplo de una gota de líquido hasta la mezcladura fina con el otro medio, debería recorrerse un tramo lo más corto posible hasta el punto de mezcladura.

Se encontró que el anillo dosificador de acuerdo con la invención, en el caso de la aportación de medios capaces de fluir o gases en un lugar de alimentación hace posible una mezcladura a fondo o bien reacción casi ideal.

Con respecto a los dispositivos dosificadores habituales que tienen un lugar de dosificación, en el caso del dispositivo dosificador de acuerdo con la invención tiene lugar a través de un anillo con varios lugares de dosificación una distribución más uniforme a lo largo de toda la sección transversal del tubo. Con ello se mejora esencialmente el resultado de la mezcla y, al mismo tiempo, se acorta el tiempo de mezcla. La pared interna del anillo dosificador es atravesada por 2 a 20 canales de inyección. Preferiblemente, se aprovechan 16 canales de inyección distribuidos uniformemente por la periferia. Estos pueden estar inclinados individualmente o en conjunto bajo un ángulo de 1° hasta 179°, preferiblemente de 20° hasta 120°, de manera particularmente preferida de 60°, con respecto a la pared interna de la conducción tubular. En el caso de los dispositivos dosificadores conocidos con un lugar de dosificación resulta, en el caso de fuertes flujos dentro del tubo, que el medio aportado por dosificación es comprimido contra la pared del tubo por parte del medio que fluye y, por consiguiente, no tiene lugar ninguna mezcla a fondo o bien sólo una muy mala. Por lo tanto, estos lugares de dosificación no pueden utilizarse al mismo tiempo para la mezcla. Después de los lugares de dosificación, deben introducirse entonces adicionalmente procesos de mezcla. Esto tiene lugar mediante la incorporación de elementos de mezcla estáticos o la incorporación de bombas o similares.

Las dosificaciones conocidas a lo largo de un tubo con varios puntos de dosificación son inadecuadas para muchos procedimientos químicos, dado que a lo largo del prolongado recorrido de mezcla la reacción química se ve negativamente afectada. Debido al largo recorrido de mezcla se producen descomposiciones térmicas y, con ello, empeora el rendimiento.

Se puede renunciar al empleo de elementos mezcladores estáticos que, en el caso del uso de medios corrosivos, deben ser además también intercambiados regularmente y, por consiguiente, conducen a tiempos de parada. El empleo de elementos mezcladores estáticos conduce también siempre a pérdidas de presión indeseadas.

Particularmente ventajoso es instalar el anillo dosificador delante de una bomba. De manera ideal, el anillo dosificador está colocado directamente delante de la boca de aspiración de la bomba de circulación. Con ello pueden aprovecharse las turbulencias en la bomba para la mezcla.

Asimismo, el anillo dosificador puede emplearse en la bomba centrífuga. De manera ideal, próximo al punto en el que es mayor la energía cinética, con el fin de determinar una mezcla a fondo ideal. Una dosificación en el centro de la bomba conduce a que el recorrido hacia la salida de la bomba sea largo y, con ello, también a que sea largo el tramo de mezcla a fondo.

En casos especiales, mediante el empleo del anillo dosificador puede renunciarse a un mezclador o a una bomba.

Por ejemplo, mediante la aportación de un gas, eventualmente de un gas inerte, puede generarse una turbulencia en el medio que atraviesa el tubo. Por consiguiente, puede impedirse la sedimentación de una suspensión mediante el flujo laminar en el tubo.

Puede realizarse una distribución más amplia y homogénea por toda la sección transversal de un tubo debido a que los puntos de dosificación o bien tubitos del anillo dosificador tienen diferentes longitudes. Con ello, el precursor puede dosificarse de manera preestablecida hasta el interior del tubo.

El dispositivo dosificador de acuerdo con la invención tiene un amplio espectro de aplicaciones. En todas partes allí donde se requieran dosificaciones rápidas y/o uniformes de medios capaces de fluir o gases. Pueden aportarse dosificadamente líquidos con una viscosidad baja o elevada, pero también suspensiones, emulsiones, gases, etc. El empleo tiene lugar en instalaciones químicas tales como conducciones tubulares o reactores de tubos. En este caso, el anillo dosificador sirve como dispositivo dosificador y/o mezclador.

En una aplicación particularmente preferida, el anillo dosificador se utiliza en la hidrólisis de acetocianhidrina con ácido sulfúrico para dar metacrilamida.

La invención se explica con más detalle mediante los siguientes dibujos:

Figura 1

Corte longitudinal a través de un tramo de conducción tubular con anillo dosificador incorporado

Figura 2

Representación parcial ampliada de una forma de realización modificada

Lista de símbolos de referencia

1 conducción tubular

| | | |
|----|----------|------------------------------------------------|
| | 2 | bridas del tubo |
| | 3 | juntas |
| | 4 | anillo dosificador |
| | 5 | medios tensores |
| 5 | 6 | cámara distribuidora de 4 |
| | 7 | boca de afluencia para el fluido F |
| | 8 | boca de afluencia para el fluido F |
| | 9 | inyección |
| | 10 | pared interna del anillo dosificador 4 |
| 10 | 11 | canales de inyección (lugares de dosificación) |
| | 12 | pared interna de 1 |
| | 13 | tubitos |
| | 14 | collarín de tope para 13 |
| | 15 | borde de salida en 13 |
| 15 | 16 | punto dosificador |
| | d | diámetro del canal de inyección 11 |
| | D | diámetro externo de tubitos 13 |
| | α | ángulo |
| | Y | resalto radial de 13, 15 |
| 20 | M | medio |
| | F | fluido |

Los dibujos muestran dos ejemplos de realización del anillo dosificador de acuerdo con la invención.

Según la **Fig. 1**, en una conducción tubular **1** recorrida por un medio **M** entre dos bridas **2** del tubo y dos juntas **3** está montado el anillo dosificador **4** de acuerdo con la invención a través de medios tensores **5** indicados esquemáticamente.

El anillo dosificador **4** presenta una cámara distribuidora **6** circundante que es recorrida por dos bocas de afluencia **7** y **8** con el fluido **F** a dosificar.

La pared interna **10** del anillo dosificador **4** es atravesada preferiblemente por dieciséis canales de inyección **11** uniformemente repartidos por la periferia. Éstos están inclinados de nuevo preferiblemente bajo un ángulo α de 60° con respecto a la pared interna **12** de la conducción tubular **1**.

Con ello, se asegura una inyección **9** uniforme del fluido **F** en el flujo del medio **M**.

La solución según la **Fig. 2** prevé emplear en los canales de inyección **11**, tubitos **13** que presentan un resalto **Y** radial con respecto a la pared interna **12** de la conducción tubular **1**.

En tal caso, el extremo del tubito **13**, el cual penetra con ello aproximadamente en el flujo del medio **M**, forma el punto dosificador **16**.

Con ello se optimiza la incorporación del fluido **F** en el flujo del medio **M**, de manera que el fluido **F** no tiene que discurrir a lo largo de la pared interna **12** de la conducción tubular **1**, y en el punto dosificador **16**, en virtud de los cantos de salida **15** del tubito **13** recorridos por el medio **M** se produce sólo entonces en el flujo de medio como tal el desprendimiento de gotas.

Con el fin de que los tubitos **13** no tengan que ser comprimidos en la cámara distribuidora **6**, está previsto un

collarín de tope **14** que está formado por la diferencia de diámetros entre el diámetro **d** del canal de inyección **11** y el diámetro externo **D** del tubito **13**.

5 Mediante esta característica constructiva se da un montaje racional de los tubitos dosificadores **13**, asegurando al mismo tiempo la posición predeterminada de la distancia **Y** radial del punto dosificador **16** hacia la pared interna **12** de la conducción tubular **1**.

Los ejemplos que se proporcionan en lo que sigue se proporcionan para una mejor explicación de la presente invención, pero no son adecuados para limitar la invención a las características allí descritas.

Ejemplos

10 En varios ensayos de funcionamiento se llevaron a cabo determinaciones del rendimiento. En tal caso, se determinó experimentalmente el efecto del anillo dosificador.

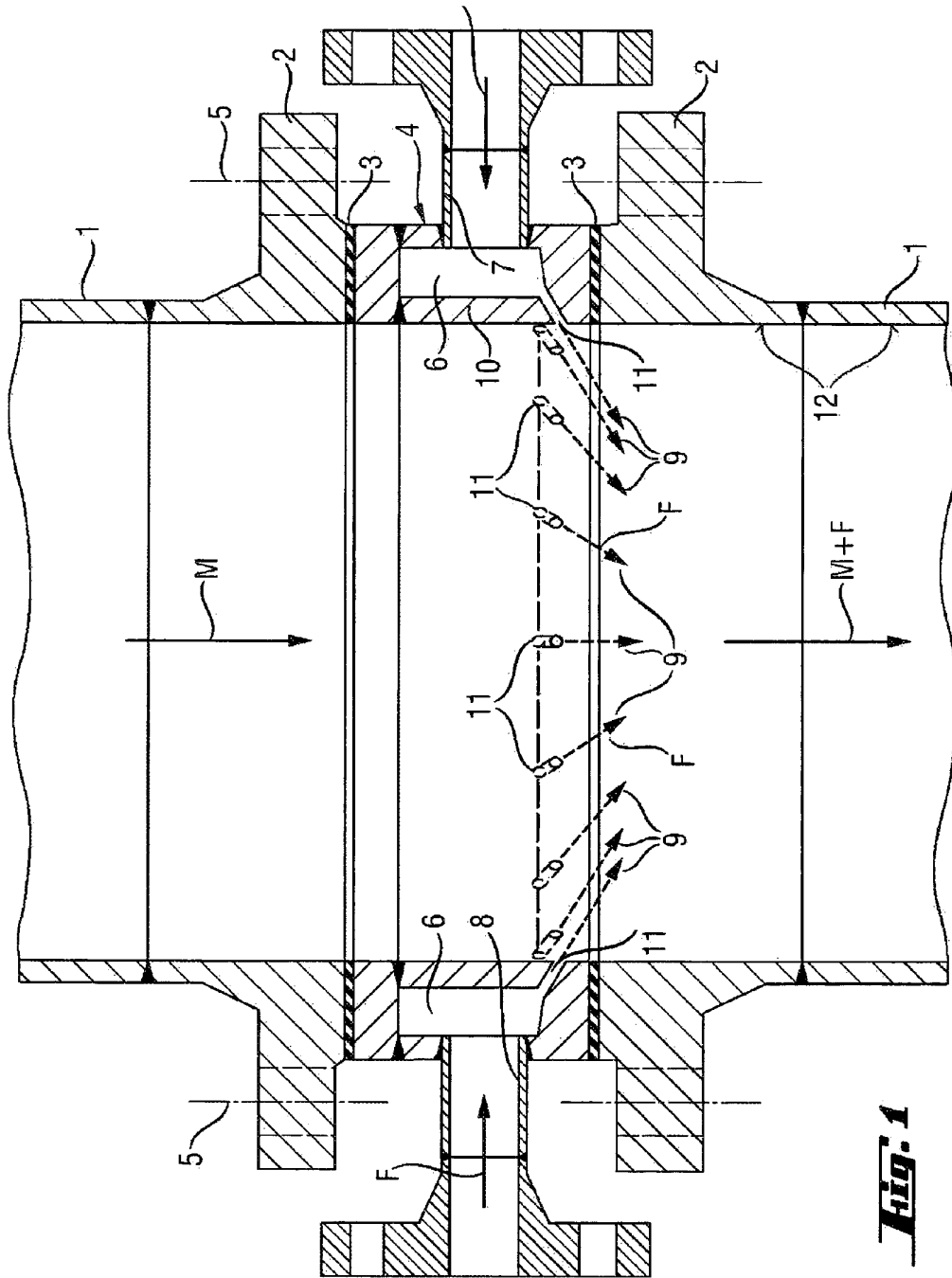
15 La determinación del rendimiento tuvo lugar en el caso de una realización del procedimiento con anillo dosificador y una bomba dispuesta a continuación en calidad de mezclador dinámico en comparación con el mezclador estático habitualmente empleado. La bomba está dispuesta (conectada) en la dirección de flujo inmediatamente detrás del anillo dosificador. El anillo dosificador está fijado con bridas (montado) directamente en la boca de afluencia de la bomba con el fin de garantizar un recorrido lo más corto posible del ACH hasta la mezcladura y, por consiguiente, alcanzar una mezcladura lo más rápida posible. La bomba, en la realización del procedimiento con el anillo dosificador de acuerdo con la invención, es una bomba de circulación que se aprovecha en el reactor de tipo bucle habitualmente para la conducción en circuito de la mezcla de amidas.

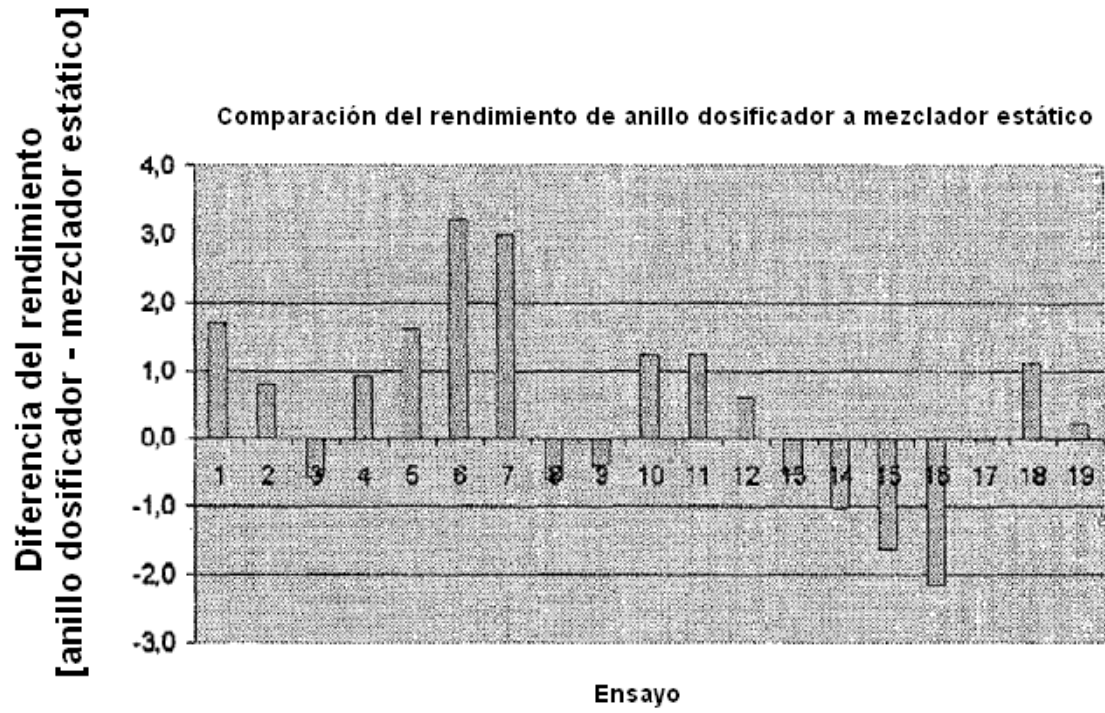
20 Los rendimientos obtenidos se comparan en la gráfica A. Se variaron distintos parámetros de ensayo y los rendimientos se determinaron mediante toma de muestras y análisis de la mezcla de amidas.

La mayoría de las mediciones proporcionan un aumento del rendimiento. Diferencias en el rendimiento positivas de hasta 3,2% muestran una mejora de los rendimientos mediante el empleo del anillo dosificador.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Dispositivo para la dosificación de medios capaces de fluir o gases, caracterizado por que se emplean uno o varios anillos dosificadores con lugares de dosificación [11] previstos en conducciones tubulares, reactores de tubos o reactores de tipo bucle, estando situados por fuera el o los anillos dosificadores, presentando una cámara distribuidora [6] circundante y la pared interna de los anillos dosificadores es recorrida por 2 a 20 canales de inyección.
- 2.- Dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado por que los lugares de dosificación se pueden realizar en las más diversas orientaciones y longitudes.
- 10 3.- Dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado por que los medios capaces de fluir o gases son añadidos con sobrepresión a través de los lugares de dosificación.
- 4.- Dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado por que el anillo dosificador está regulado en temperatura.
- 5.- Uso del dispositivo dosificador según la reivindicación 1 en procedimientos químicos con procesos de mezclado rápidos.
- 15 6.- Uso del dispositivo dosificador según la reivindicación 4 para la preparación de metacrilamida a partir de acetocianhidrina y ácido sulfúrico.
- 7.- Uso del dispositivo dosificador según la reivindicación 1 en oleoductos y gaseoductos así como conductos de agua potable, de consumo o residual.
- 20 8.- Uso del dispositivo dosificador según la reivindicación 1 en conducciones tubulares en lugares de alimentación de medios capaces de fluir o gaseosos.





Gráfica A: Comparación del rendimiento con y sin anillo dosificador