

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 534 365**

51 Int. Cl.:

B01J 14/00 (2006.01)
B01J 19/00 (2006.01)
B01J 19/24 (2006.01)
B01J 4/00 (2006.01)
C07C 41/03 (2006.01)
C08G 65/26 (2006.01)
C07C 43/23 (2006.01)
C07C 43/11 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.10.2011 E 11767729 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.12.2014 EP 2627441**

54 Título: **Proceso y aparato para la alcoxilación (etoxilación, propoxilación) continua a temperatura elevada y de corta duración de compuestos orgánicos con átomos de hidrógeno activo**

30 Prioridad:

13.10.2010 EP 10187427

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.04.2015

73 Titular/es:

**BUSS CHEMTECH AG (100.0%)
Hohenrainstrasse 12a
4133 Pratteln, CH**

72 Inventor/es:

**AIGNER, RUDOLF;
HIRSCH, DAVID y
LAGNAZ, ALFRED**

74 Agente/Representante:

DÍAZ NUÑEZ, Joaquín

ES 2 534 365 T3

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

DESCRIPCIÓN

Proceso y aparato para la alcoxilación (etoxilación, propoxilación) continua a temperatura elevada y de corta duración de compuestos orgánicos con átomos de hidrógeno activo

[0001] La presente invención se refiere a un proceso y un aparato para la reacción continua de óxido de alquileo líquido con una sustancia líquida que comprende un compuesto orgánico con uno o varios átomos de hidrógeno activo y un catalizador seleccionado entre hidróxidos de metal alcalino y alcoholatos de metal alcalino, en lo sucesivo en el presente documento también denominado "materia prima catalizada líquida", en un reactor seleccionado entre

(a) un reactor tubular que comprende al menos un tubo de reacción que proporciona un espacio de reacción dentro de dicho tubo, y

(b) un reactor de espacio anular que comprende un tubo externo y un tubo interno, insertado longitudinalmente en dicho tubo externo, que forman un espacio de reacción anular que se extiende entre el interior del tubo externo, que forma el límite externo del espacio de reacción, y la superficie externa del tubo interno, que forma el límite interno del espacio de reacción.

[0002] El documento DE 735 418 desvela un proceso, en el que se usa un reactor tubular que comprende un tubo de reacción para una alcoxilación continua de compuestos hidroxilo orgánicos, en particular alquil fenoles, y a una mezcla de hidróxido de sodio y dicho compuesto hidroxilo orgánico en partes en más de una ubicación a lo largo del tubo de reacción. La distancia de las ubicaciones para añadir el óxido de alquileo líquido mutuamente y la cantidad de óxido de alquileo suministrado en las ubicaciones individuales se escoge de tal forma que la temperatura de reacción pueda mantenerse lo suficientemente baja, de manera que la temperatura de reacción en el tubo no se eleve por encima de 200 °C y puedan evitarse reacciones secundarias no deseadas. En caso de realizar el proceso, por ejemplo, con dos ubicaciones de alimentación para el óxido de alquileo, el compuesto hidroxilo orgánico se mezcla con aproximadamente la mitad del total de la cantidad requerida de óxido de alquileo líquido y la mezcla se suministra con una bomba de alta presión a una primera sección del tubo para la reacción. Después de pasar dicha primera sección, el producto de reacción se retira del tubo de transmisión y, después de la refrigeración intermedia, se mezcla con la cantidad restante del óxido de alquileo líquido requerido y esta mezcla se suministra con una bomba de alta presión adicional a una segunda sección del tubo de transmisión y se hace reaccionar además para dar el producto final en dicha la sección que después se retira. Sin embargo, el proceso desvelado tiene muchas desventajas incluyendo, en particular, que se requiere un tubo de reactor de 200 metros de longitud, han de mantenerse presiones elevadas de más de 100 bar en el tubo de reacción para evitar una vaporización inmediata del óxido alquileo suministrado y la cantidad de óxido de alquileo suministrado en cada ubicación de alimentación ha de controlarse por controladores de flujo másico separados. Además, este reactor sólo puede usarse en una escala de instalación piloto donde el empleo de un único tubo de reacción es suficiente, mientras que el empleo de un lote de tubos de reacción, como se requiere con fines de producción, requerirá una multitud de entradas de óxido de alquileo en cada tubo de reacción del lote, cada uno con un controlador de flujo másico. Estos esfuerzos técnicos para controlar la alcoxilación son demasiado costosos, por ello este proceso nunca ha alcanzado la aceptación en la práctica industrial.

[0003] El documento US 4.183.897 desvela un proceso para sulfonar o sulfatar compuestos orgánicos líquidos con trióxido de azufre en un reactor multitubular, en el que la presión se mantiene uniforme entre los distintos tubos introduciendo una proporción menor de gas inerte en un espacio anular en el que los compuestos orgánicos líquidos también se introducen, rodeando este espacio anular el espacio de introducción del reactante gaseoso en la boca de cada tubo de reacción. El gas de equilibrio de presión inerte se suministra a todos los tubos de reacción desde una cámara común con la que todos los tubos comunican.

[0004] El documento DE 10054462 describe un procedimiento alcoxilación continua similar, en el que se suministran cantidades relativamente pequeñas de óxido de etileno líquido en un reactor tubular o en un reactor multitubular en un gran número de ubicaciones diferentes a lo largo del tubo de reacción (en el Ejemplo de este documento, por ejemplo, en 15 ubicaciones). Se requiere el suministro de muchas pequeñas cantidades de óxido de alquileo para evitar una fuga del reactor causada por una reacción incontrolada del óxido de etileno en los puntos de alimentación debido a la lenta velocidad de mezcla de los reactantes y el enfriamiento común de todas las secciones a lo largo del tubo de reacción que no permite un control específico de la temperatura en cada sección. Además, este diseño de proceso tiene de nuevo la desventaja de que el flujo de óxido de alquileo se medirá por separado para cada ubicación de alimentación.

[0005] El documento US 2008/0306295, que reivindica la prioridad del documento DE102005060816, describe un proceso multietapas continuo que está diseñado expresamente para realizar reacciones rápidas y sumamente exotérmicas entre un reactante gaseoso y uno líquido, en particular para hacer reaccionar una mezcla de SO₃/aire con compuestos orgánicos líquidos incluyendo, entre varios compuestos diferentes, alquil fenoles y sus derivados de óxido de alquileo. La reacción se realiza en un reactor seleccionado entre

(a) un reactor tubular que comprende al menos un tubo de reacción que proporciona un espacio de reacción dentro de dicho tubo, y

(b) un reactor de espacio anular que comprende un tubo externo y un tubo interno, insertado longitudinalmente en dicho tubo externo, que forma un espacio de reacción anular que se extiende entre la superficie interna del tubo externo, que forma el límite externo del espacio de reacción, y la superficie externa del tubo interno, que forma el límite interno del espacio de reacción,

cuyo reactor (a) o (b) es un reactor de película descendente de capa fina y está conectado con una fuente de una mezcla gaseosa de SO_3 /aire, donde

(1) la mezcla gaseosa de SO_3 /aire se suministra a dicho reactor a través de una única tubuladura de entrada y la mezcla de SO_3 /aire se divide antes de la entrada en el espacio o hueco de reacción en una primera y una segunda parte

(2) dicha primera parte de la mezcla de SO_3 /aire entra en el espacio o hueco de reacción de dicho reactor (a) o (b) en una primera ubicación,

(3) el compuesto orgánico líquido se suministra como una película sobre las superficies internas de al menos un tubo de reacción del reactor tubular (a) o sobre la superficie interna del tubo externo y/o la superficie externa del tubo interno del reactor de espacio anular (b) en una segunda ubicación del reactor, situada corriente abajo de dicha primera ubicación, y se pone en contacto con la mezcla gaseosa de SO_3 /aire para formar una película líquida de la mezcla de reacción de dichos reactantes que se desplazan corriente abajo sobre dichas superficies hacia el extremo del reactor, y

(4) la mezcla de SO_3 /aire entra en el reactor en dicha primera ubicación sobre toda el área en sección transversal del espacio o hueco de reacción en dicha ubicación, y

(5) dicha segunda parte de la mezcla de SO_3 /aire se separa en dicha primera ubicación y se canaliza de dicha primera ubicación a una tercera ubicación en el espacio o hueco de reacción a través de un tubo en caso de un reactor tubular (a) o por un doble tubo, respectivamente, en caso de un reactor de espacio anular (b), cuyo tubo o doble tubo se inserta en el espacio o hueco de reacción, se extiende desde dicha primera ubicación a dicha tercera ubicación del espacio o hueco de reacción, respectivamente, y tiene un diámetro que es inferior al diámetro interno de dicho tubo de reacción o límite externo de dicho espacio de reacción, dejando así un espacio de reacción entre la superficie externa de dicho tubo o tubo doble, respectivamente, a un lado, y la superficie interior del tubo de reacción o el límite externo del espacio de reacción, respectivamente, al otro lado,

(6) dicha tercera ubicación se sitúa corriente abajo de dicha segunda ubicación,

(7) dicha segunda parte de la mezcla de SO_3 /aire entra en el espacio o hueco de reacción del reactor en dicha tercera ubicación y se pone en contacto en dicha tercera ubicación con la película líquida de la mezcla de reacción que se desplaza corriente abajo sobre dichas superficies hacia el extremo del reactor y reacciona en el transcurso a la salida del reactor para formar el producto de reacción final.

[0006] Los reactores tubulares descritos tienen una longitud de aproximadamente 10 m (diámetro del tubo 1 pulgada) y los reactores de espacio anular desvelados tienen una longitud de aproximadamente 2 m (6,5 mm de anchura del espacio anular). Mientras que los reactores de tal longitud son útiles para la reacción de compuestos orgánicos de hidroxilo con el gas SO_3 muy reactivo, generalmente se han considerado demasiado cortos para la reacción de dichos compuestos con óxidos de alquileno líquido que son mucho menos reactivos que el gas SO_3 .

[0007] Ahora se ha descubierto sorprendentemente, sin embargo, que los reactores del diseño y longitud que se han mencionado anteriormente también pueden usarse para alcoxilaciones de materiales líquidos orgánicos con átomos reactivos de hidrógeno, cuando se aplican algunas modificaciones, y que un empleo de estos reactores modificados evita las desventajas descritas de los procesos de alcoxilación de la técnica anterior, tales como picos de temperatura elevada, el peligro de una formación de subproductos indeseados, tal como dioxano, productos finales de color oscuro, el requisito de funcionamiento a presiones por encima de 100 bar en el reactor, la limitación de muchos procesos a grados de alcoxilación de únicamente 4-6 mol de óxido de alquileno por mol de los compuestos brutos orgánicos líquidos. Estas modificaciones incluyen en particular el suministro del material líquido orgánico con átomos reactivos de hidrógeno en el reactor de forma que casi inmediatamente proporciona una mezcla muy intensa de los compuestos orgánicos con el óxido de alquileno líquido introducido en el reactor, por ejemplo mediante el uso de boquillas de abanico anular para el suministro del material líquido orgánico con átomos reactivos de hidrógeno. Las modificaciones adicionales incluyen uno o más del uso de elementos de mezclador estático en las ubicaciones en las que los reactantes se suministran al reactor y corriente abajo del mismo que mejoran adicionalmente la eficacia del proceso de mezcla, el empleo de dos o más camisas de atemperado separadas que permiten un control eficiente de la temperatura de la reacción en el reactor con medio de refrigeración o de calentamiento líquido y el empleo de una zona de reacción posterior de una anchura interna preferentemente aumentada en comparación con el espacio de reacción. La longitud más corta del reactor en comparación con los reactores de la técnica anterior con una longitud de aproximadamente 200 m da como resultado un tiempo de residencia muy corto de la mezcla de reacción en el reactor (unos minutos en comparación con hasta 1 hora en el reactor de la técnica anterior) que, a su vez, da como resultado una producción considerablemente reducida de productos secundarios no deseados y, por consiguiente, una calidad considerablemente mejorada del producto final.

5 **[0008]** En un primer aspecto, por consiguiente, la invención se refiere a un proceso para hacer reaccionar de forma continua el óxido de alquileno líquido con una sustancia líquida que comprende un compuesto orgánico con uno o más átomos de hidrógeno activo y un catalizador seleccionado entre hidróxidos de metal alcalino y alcoholatos de metal alcalino, en el que el proceso es realizado en un reactor seleccionado entre

a) un reactor tubular que comprende al menos un tubo de reacción que proporciona un espacio de reacción dentro de dicho tubo, y

10 b) un reactor de espacio anular que comprende un tubo externo y un tubo interno, insertado longitudinalmente en dicho tubo externo, que forma un espacio de reacción anular que se extiende entre la superficie interna del tubo externo, que forma el límite externo del espacio de reacción, y la superficie externa del tubo interno, que forma el límite interno del espacio de reacción, y en el que:

15 (1) el suministro de óxido de alquileno líquido al reactor se controla por un único controlador de flujo másico, el óxido de alquileno líquido se suministra a dicho reactor (a) o (b) mediante una única tubuladura de entrada que está conectada con una fuente de óxido de alquileno líquido a través de dicho controlador de flujo másico y el óxido de alquileno se divide antes de la entrada en el espacio o hueco de reacción en una primera y una segunda parte,

20 (2) dicha primera parte de óxido de alquileno entra en el espacio o hueco de reacción de dicho reactor (a) o (b) en una primera ubicación,

(3) la sustancia líquida orgánica se suministra al interior del espacio de reacción de dicho reactor tubular (a) o al interior del espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b) en una segunda ubicación del reactor, situada en o corriente abajo de dicha primera ubicación, y se entremezcla con el óxido de alquileno líquido para formar una mezcla de reacción líquida, que se desplaza corriente abajo hacia el extremo del reactor,

25 (4) el óxido de alquileno líquido entra en el reactor en dicha primera ubicación y sobre toda el área en sección transversal del espacio o hueco de reacción en dicha ubicación,

(5) dicha segunda parte de óxido de alquileno se separa en dicha primera ubicación y se canaliza de dicha primera ubicación a una tercera ubicación en el espacio o hueco de reacción, por un tubo separado en caso de un reactor tubular (a) o por un doble tubo separado, respectivamente, en caso de un reactor de espacio anular (b), cuyo tubo o doble tubo se inserta en el espacio o hueco de reacción, se extiende desde dicha primera ubicación a dicha tercera ubicación del espacio o hueco de reactor, respectivamente, y tiene un diámetro que es inferior al diámetro interno de dicho tubo de reacción o límite externo de dicho espacio de reacción, dejando así un espacio de reacción entre la superficie externa de dicho tubo o tubo doble, respectivamente, a un lado, y la superficie interior del tubo de reacción o el límite externo del espacio de reacción, respectivamente, al otro lado,

40 (6) dicha tercera ubicación está localizada corriente abajo de dicha segunda ubicación y tiene una distancia desde dicha segunda ubicación en la dirección de flujo de la carga del reactor,

(7) dicha segunda parte de óxido de alquileno líquido entra en el espacio o hueco de reacción del reactor en dicha tercera ubicación y se entremezcla con dicha mezcla de reacción líquida y reacciona con esta en su camino corriente abajo hacia el extremo del reactor, y

45 (8) la presión interior del reactor se mantiene a un nivel de presión donde el óxido de alquileno que entra en el reactor no se vaporice,

(9) se usan boquillas de abanico anular para suministrar la sustancia orgánica líquida en el interior del espacio de reacción de dicho reactor tubular (a) o al interior del espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b) y para mezclarlo con el óxido de alquileno,

50 (10) la mezcla del óxido de alquileno líquido con dicha sustancia líquida se soporta adicionalmente por uno o más elementos de mezcla estáticos situados en dicha segunda ubicación y, opcionalmente, por uno o más elementos de mezcla estáticos adicionales localizados entre dicha segunda ubicación y en dicha tercera ubicación en el espacio o hueco de reacción de reacción y/o la mezcla del óxido de alquileno líquido con dicha mezcla de reacción líquida formada entre dicha segunda y tercera ubicación en el reactor se soporta adicionalmente por uno o más elementos de mezcla estáticos localizados en dicha tercera y/o corriente abajo de dicha tercera ubicación en el espacio o hueco de reacción de reacción,

55 (11) la temperatura de la mezcla de reacción se controla transportando los medios de atemperado líquidos de la temperatura adecuada a través de dos o más camisas de atemperado separadas, que están consecutivamente en la dirección longitudinal del reactor fijado al tubo o tubos de reacción de dicho reactor tubular (a) o al tubo externo e interno del reactor de espacio anular (b), estando la primera de dichas camisas de atemperado parcial o completamente situada en una ubicación entre dicha segunda y tercera ubicación, estando la segunda situada directamente después de dicha primera camisa de atemperado y parcial o completamente después de dicha tercera ubicación y las camisas de atemperado adicionales opcionales siguiendo consecutivamente después de dicha segunda camisa de atemperado,

65 (12) la longitud del tubo de inserción o doble tubo varía del 4 al 90 por ciento de la longitud total del

espacio o hueco de reacción,

(13) el reactor tiene una longitud de 5 a 20 m,

(14) en el que el doble tubo insertado en el espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b) tiene una sección transversal anular, que forma la entrada de dicho doble tubo para el óxido de alquileno, que se canaliza a través de dicho doble tubo y en el que el área en sección transversal anular del doble tubo insertado en dicha primera ubicación es del 90 al 10 % de la suma de (A) el área en sección transversal del doble tubo insertado en dicha primera ubicación, (B) el área en sección transversal (I), que se extiende desde la superficie externa de dicho doble tubo insertado al límite externo del espacio de reacción, y (C) la sección transversal anular (II), que se extiende desde el límite interno del espacio de reacción a la superficie interna del doble tubo insertado.

[0009] Además, la presente invención se relaciona con un aparato para reaccionar continuamente el óxido de alquileno líquido con una sustancia líquida que comprende un compuesto orgánico con uno o varios átomos activos de hidrógeno y un catalizador seleccionado entre hidróxidos de metal alcalino y alcoholatos de metal alcalino, comprendiendo un reactor seleccionado

(a) un reactor tubular que comprende al menos un tubo de reacción que proporciona un espacio de reacción dentro de dicho tubo, y

(b) un reactor de espacio anular que comprende un tubo externo y un tubo interno, insertado longitudinalmente en dicho tubo externo, que forma un espacio de reacción anular que se extiende entre la superficie interna del tubo externo, que forma el límite externo del espacio de reacción, y la superficie externa del tubo interno, que forma el límite interno del espacio de reacción,

y una fuente de óxido de alquileno líquido que se conecta a través de un único controlador de flujo másico a una única tubuladura de entrada de dicho reactor tubular (a) o dicho reactor de espacio anular (b) para el óxido de alquileno usando una línea para dicho óxido de alquileno, en el que dicho reactor comprende

(1) en el cabezal del reactor una entrada para el óxido de alquileno al espacio de reacción del al menos un tubo de reacción de dicho reactor tubular (a) o el espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b) que se conecta a dicha tubuladura de entrada y se extiende sobre toda el área en sección transversal de dicho espacio o hueco de reacción en una primera ubicación de dicho espacio o hueco de reacción,

(2) una boquilla de abanico anular para suministrar dicha sustancia líquida al interior del al menos un tubo de reacción del reactor tubular (a) y mezclándolo con óxido de alquileno, que se sitúa en dicho tubo de reacción en una segunda ubicación en o corriente debajo de dicha primera ubicación del espacio de reacción, o

dos boquillas de abanico anular para suministrar dicha sustancia líquida al interior del espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b) y mezclándolo con óxido de alquileno, estando una boquilla de abanico anular situada en dicho tubo externo y el otro en dicho tubo interno, que forman los límites del espacio de reacción, en una segunda ubicación en o corriente debajo de dicha primera ubicación del espacio de reacción,

(3) un tubo insertado en cada uno de al menos un tubo de reacción en caso de un reactor tubular (a), o un tubo doble insertado en el espacio de reacción en caso de un reactor de espacio anular (b), que se extiende desde dicha primera ubicación en dirección de la salida de dicho reactor para el producto de reacción a una tercera ubicación en el espacio o hueco de reacción que tiene una distancia de dicha primera y segunda ubicación, cuyo tubo o tubo doble canaliza el óxido de alquileno líquido desde dicha primera ubicación a dicha tercera ubicación para dispensarlo en dicha ubicación al espacio o hueco de reacción, en el que dicho tubo o tubo doble tiene un diámetro que es inferior

(4) al diámetro interno de dicho tubo de reacción o límite externo de dicho espacio de reacción, dejando así un espacio de reacción entre la superficie externa del tubo o tubo doble, respectivamente, a un lado, y la superficie interna del tubo de reacción o el límite externo del espacio de reacción, respectivamente, al otro lado,

(4) uno o más elementos de mezcla estáticos situados en dicha segunda ubicación y, opcionalmente, uno o más elementos de mezcla estáticos adicionales situados entre dicha segunda ubicación y dicha tercera ubicación en el espacio de reacción o el espacio de reacción para soportar la mezcla del óxido de alquileno líquido con dicha sustancia líquida y/o uno o más elementos de mezcla estáticos situados en dicha tercera y/o corriente debajo de dicha tercera ubicación en el espacio de reacción o el espacio de reacción para soportar la mezcla del óxido de alquileno líquido con dicha mezcla de reacción líquida formada entre dicha y tercera ubicación en el reactor,

(5) dos o más camisas de atemperado separadas, que están consecutivamente en dirección longitudinal del reactor ajustado al tubo o tubos de reacción de dicho reactor tubular (a) o al tubo externo e tubo interno del reactor de espacio anular (b), estando la primera de dichas camisas de atemperado parcial o completamente situada en una posición entre dicha segunda y tercera ubicación, estando la segunda situada directamente después de dicha primera camisa de atemperado y parcial o completamente después de dicha tercera ubicación y las camisas de

atemperado adicionales siguientes de forma consecutiva después de dicha segunda camisa de atemperado, y

(6) una salida para el producto de reacción en una ubicación en el espacio o hueco de reacción que está corriente debajo de todas las demás ubicaciones,

(7) la longitud de los tubos de inserción o tubos dobles varía del 4 al 90 por ciento de la longitud total del espacio o hueco de reacción,

(8) el reactor tiene una longitud de 5 a 20 m, en el que

(9) el tubo doble insertado en el espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b) tiene una sección transversal anular, que forma la entrada de dicho tubo doble para el óxido de alquileño, que se canaliza a través de dicho tubo doble, y en el que el área en sección transversal anular en dicha primera ubicación es del 90 al 10 % de la suma de (A) el área en sección transversal del tubo doble insertado en dicha primera ubicación, (B) el área en sección transversal anular (I), que se extiende desde la superficie externa de dicho tubo doble insertado al límite externo del espacio de reacción, y (C) la sección transversal anular (II), que se extiende desde el límite interno del espacio de reacción a la superficie interna del tubo doble insertado.

[0010] Hasta aproximadamente el 95 por ciento del óxido de alquileño requerido total puede suministrarse normalmente al espacio o hueco del reactor en una ubicación y el resto puede suministrarse fácilmente después en una segunda ubicación. Por ejemplo, es posible dividir la cantidad total de óxido de alquileño líquido que ha reaccionado con la sustancia líquida, de manera que, por ejemplo, el 10-90 % del óxido de alquileño entre en el espacio o hueco de reacción en la primera ubicación y el equilibrio al 100 % en la dicha tercera ubicación. De hecho, esto es solamente una ventaja particular del proceso de acuerdo con la presente invención que es suficiente para dividir la cantidad requerida total de óxido de alquileño en únicamente dos partes porque, debido a las medidas que se toman y que se describen a continuación, es posible controlar la reacción de manera que puedan evitarse picos de temperatura elevada, el peligro de una formación de subproductos indeseados, tal como dioxano, productos finales de color oscuro, el requisito de usar presiones por encima de 100 bar en el reactor y/o la limitación a grados de alcoxilación de únicamente 4-6 mol de óxido de alquileño por mol de los compuestos brutos orgánicos líquidos, aunque todo el óxido de alquileño requerido se suministra en solamente dos ubicaciones diferentes del espacio o hueco del reactor. La limitación a dos ubicaciones para el óxido de alquileño y, por lo tanto, únicamente un tubo de inserción o un doble tubo simplifica el diseño y la construcción del reactor.

La figura 1A es una representación del principio de la invención para un reactor de espacio anular con elementos de mezcla.

La figura 1B es una representación de un reactor de espacio anular con una zona de reacción posterior donde el espacio anular tiene una anchura interior más grande que el dicho espacio de reacción principal del reactor.

La figura 2 es una representación del principio de la invención para un reactor de espacio anular, vista superior.

La figura 3 es una representación del principio de la invención para un reactor multitubular con elementos de mezcla.

La figura 4 es una representación del principio de la invención para un reactor (multi)tubular, vista superior.

La figura 5 muestra el progreso de la temperatura en la mezcla de reacción y la temperatura de refrigeración/calentamiento en el reactor de espacio anular del Ejemplo 1.

La figura 6 muestra el progreso de la presión parcial en el reactor de espacio anular del Ejemplo 1.

[0011] El aparato de acuerdo con la presente invención comprende una fuente de óxido de alquileño líquido que está conectada con una línea para dicho óxido de alquileño y a través de un único regulador de flujo másico a una única tubuladura de entrada para el óxido de alquileño al reactor situado cerca de la cabeza del reactor. La entrada para el óxido de alquileño líquido al espacio o hueco del reactor (la entrada principal para el óxido de alquileño) que está conectado al dicha tubuladura de entrada y se extiende sobre el área en sección transversal del espacio o hueco de reacción se sitúa en o corriente arriba de la entrada del espacio o hueco del reactor para la materia prima catalizada líquida que va a reaccionar con el óxido de alquileño. La distancia entre dicha entrada principal para el óxido de alquileño y la entrada para los compuestos líquidos no es crítica, pero preferentemente es bastante pequeña o incluso nula, de manera que la zona para la reacción del óxido de alquileño con dicha materia prima se extienda tanto como sea posible sobre la longitud del reactor. El suministro de óxido de alquileño adicional al reactor se realiza sobre un tubo que se inserta en el tubo o tubos de reacción de un reactor tubular y tiene un diámetro menor que el tubo o tubos de reacción o, en el caso de un reactor de espacio anular, un doble tubo insertado en el hueco anular. El tubo o doble tubo insertado se colocan de tal modo que la entrada para el óxido de alquileño líquido en este tubo o doble tubo también se sitúa en o, preferentemente, corriente arriba de la entrada para la materia prima catalizada líquida al espacio o hueco de reacción del reactor y preferentemente coincide con la entrada principal para el óxido de alquileño, mientras que sus salidas se sitúan corriente debajo de la entrada para la materia prima catalizada, de manera que se proporcione óxido de alquileño fresco a la salida de dichos tubos a la mezcla que ha reaccionado al menos parcialmente de las materias primas catalizadas y el óxido de alquileño ya suministrado al espacio o hueco de reacción corriente arriba en la entrada principal para el óxido de alquileño. Este diseño del reactor permite que la adición de óxido de alquileño se auto-distribuya ya que la distribución de las

cantidades de óxido de alquileno suministrado a la masa de reacción en los diferentes puntos de suministro en el espacio o hueco de reacción se define por la proporción entre la sección transversal del tubo de inserción y la sección transversal anular entre el tubo de inserción y el propio tubo de reacción, en caso de un reactor tubular, o por la proporción entre la sección transversal anular del doble tubo insertado y la sección transversal anular entre el límite interno del espacio anular y el doble tubo de inserción y la sección transversal anular entre el doble tubo de inserción y el límite externo del espacio anular del reactor. Por lo tanto, es suficiente seleccionar los tubos o dobles tubos de inserción de dimensiones adecuadamente seleccionadas para controlar la adición de óxido de alquileno al reactor, de manera que no sean necesarios reguladores de flujo másicos costosos para el óxido de alquileno en cada punto de entrada y únicamente se requiera uno para el control de la cantidad total de óxido de alquileno suministrado al reactor. La distribución de óxido de alquileno a la ubicación adicional en el espacio o hueco de reacción con el tubo o doble tubo insertado de acuerdo con la invención permite que el suministro de óxido de alquileno pueda realizarse con una única bomba que entrega el óxido de alquileno líquido a la entrada principal para el óxido de alquileno en la cabeza de reactor.

[0012] Las materias primas catalizadas y, opcionalmente, el óxido de alquileno pueden precalentarse en intercambiadores de calor antes de entrar en el reactor, de manera que todo el volumen del reactor se usa únicamente para la reacción (y no para el precalentamiento). Las temperaturas de precalentamiento adecuadas para la materia prima catalizada varían, por ejemplo, de 100 °C a 180 °C, para los óxidos de alquileno, por ejemplo, de 20 °C a 60 °C.

[0013] Por otra parte, el óxido de alquileno líquido que fluye a través de un tubo o doble tubo de inserción se precalienta en cualquier caso siguiendo su cauce a través de estos tubos o dobles tubos, que se sitúan en la zona de reacción, de manera que la reacción adicional del material ya parcialmente alcoxilado y, por lo tanto, menos reactivo con el óxido de alquileno se mejore de un modo sencillo. Simultáneamente, el óxido de alquileno más frío en los tubos de inserción soporta la retirada del calor de reacción de la mezcla de reacción.

[0014] Debido a una corriente bastante turbulenta en el espacio o hueco de reacción, el óxido de alquileno, cuando se suministra de acuerdo con la invención en forma líquida, normalmente se mezcla con la materia prima catalizada inmediatamente después de ponerse en contacto con la misma.

[0015] Se usan boquillas de abanico anular para suministrar la sustancia orgánica líquida en el interior del espacio de reacción de dicho reactor tubular (a) o en el interior del espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b). Esta técnica mejora de forma significativa adicionalmente la eficacia y la velocidad de la mezcla de la materia prima catalizada líquida inyectada en el espacio o hueco de reacción con el óxido de alquileno.

[0016] Adicionalmente, se utilizan elementos de mezcla fijos (o estáticos, que se usan como sinónimos en el presente documento) para facilitar, mejorar y acelerar adicionalmente la mezcla del óxido de alquileno con la materia prima o la masa que ha reaccionado parcialmente en las entradas para el óxido de alquileno al espacio o hueco de reacción o a lo largo del camino de la masa de reacción hacia la salida del reactor. Se conocen mezcladores estáticos y se usan desde hace aproximadamente 50 años y son dispositivos para mezclar dos materiales fluidos, más comúnmente líquidos. El dispositivo consiste en elementos mezcladores contenidos en un alojamiento, por ejemplo un tubo. Estos pueden variar de tamaño desde aproximadamente 6 mm a varios centímetros de diámetro. Los elementos mezcladores estáticos consisten en una serie de deflectores que están fabricados, por ejemplo, de metal. Los materiales típicos de construcción para los componentes de los mezcladores estáticos incluyen, por ejemplo, acero inoxidable. Por ejemplo, se administran dos corrientes de líquidos al sistema de mezclador estático. Al igual que estas, las corrientes se desplazan a través del mezclador y los elementos mezcladores fijos no móviles mezclan continuamente los materiales. La mezcla depende de variables como las propiedades del fluido, el diámetro del tubo interno, el número de elementos, y el diseño de los elementos mezcladores. También están disponibles en el mercado sistemas de mezcladores estáticos, por ejemplo en Robbins & Myers, Inc o Sulzer Chemtech Ltd (por ejemplo, el mezclador Sulzer SMX, véase Sulzer Technical Review 2+3/2009, 23-25). De acuerdo con la invención, los elementos de mezcla estática se sitúan preferentemente en dicha segunda ubicación, donde la materia prima catalizada se inyecta en el espacio o hueco de reacción. Opcionalmente, se sitúan uno o más elementos de mezcla estática adicionales entre dicha segunda ubicación y en la tercera ubicación mencionada en el espacio de reacción o hueco de reacción, donde la segunda parte de óxido de alquileno líquido se suministra al reactor para facilitar la mezcla y la reacción del óxido de alquileno líquido con la materia prima catalizada líquida. Además, uno o más elementos de mezcla estática pueden situarse en dicha tercera y/o corriente debajo de dicha tercera ubicación en el espacio o hueco de reacción de reacción para facilitar la mezcla del óxido de alquileno líquido con la mezcla de reacción líquida formada entre dicha segunda y tercera ubicación.

[0017] La longitud de los tubos o dobles tubos de inserción define el grado de reacción alcanzada para las únicas zonas de reacción, por ejemplo, cuanto más corto es en general un tubo o doble tubo de inserción, menor es el grado de reacción que tiene lugar en la zona del espacio o hueco de reacción del reactor que se atraviesa por el tubo o doble tubo respectivo y mayor es la conversión residual después de dicho tubo o doble tubo. Los valores de referencia preferidos para la longitud total del espacio o hueco del reactor varían de aproximadamente 2 a aproximadamente 25 metros, preferentemente de aproximadamente 5 a 10 metros, pero, desde luego, pueden ser

diferentes, en ciertos casos. Los valores referencia preferidos para la longitud de los tubos o dobles tubos de inserción varía de aproximadamente el 4 al 90 por ciento de la longitud total del espacio o hueco de reacción.

5 **[0018]** Además, el reactor está equipado con dos o más, más preferentemente tres, camisas de atemperado, es decir de refrigeración, o de calentamiento separadas, que se encuentran consecutivamente en la dirección longitudinal del reactor fijado al tubo o tubos de reacción de dicho reactor tubular (a) o al tubo externo e interno del reactor de espacio anular (b), estando la primera de dichas camisas de atemperado, por ejemplo, parcial o completamente situada en una posición entre dicha segunda y tercera ubicación, estando la segunda situada directamente después de dicha primera camisa de atemperado y parcial o completamente después de dicha tercera ubicación y la tercera opcional y adicionales camisas de atemperado consecutivamente después de dicha segunda camisa de atemperado. De este modo es posible controlar la temperatura de la mezcla de reacción independientemente mediante medios de refrigeración o calentamiento líquidos de una temperatura adecuada presente en dos, u opcionalmente tres o más camisas de atemperado separadas con el fin de evitar cualquier sobrecalentamiento local de la mezcla de reacción y, por otro lado, conseguir una reacción del óxido de alquileno que sea tan completa como sea posible. Preferentemente, la temperatura del medio de refrigeración/calentamiento en las diferentes secciones se ajusta adecuadamente para mantener la temperatura de la mezcla de reacción en el reactor al nivel preferido para esta reacción, es decir, a 140 °C-250 °C, más preferentemente a 170 °C-220 °C. Como se indica, puede ser necesario calentar la mezcla de reacción o enfriarla en las diferentes zonas de atemperado.

20 **[0019]** En una realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, la mezcla de reacción pasa a través de una zona o espacio de reacción posterior adicional antes de dejar el reactor, que se sitúa después de los tubos de reacción en caso de un reactor tubular o después del dicho espacio de reacción anular en el caso de un reactor de espacio anular (b) en una zona del reactor después de la zona de reacción principal, donde el espacio anular tiene preferentemente una anchura interior mayor que dicho espacio de reacción principal. La presencia de una zona de reacción posterior puede mejorar significativamente el índice de conversión final del óxido de alquileno, de manera que puedan conseguirse fácilmente productos finales con un contenido residual de óxido de alquileno no reaccionado por debajo de, por ejemplo, 5 ppm, o incluso por debajo de 1 ppm o menos. El espacio de reacción posterior tiene preferentemente un volumen del 0,5-5 % del volumen total de la entrada del reactor (óxido de alquileno + materia prima orgánica). En caso de un reactor tubular, se puede considerar que la longitud de la zona de reacción principal corresponde a la distancia entre la ubicación de la entrada para la materia prima catalizada líquida con respecto al espacio de reacción y los extremos del tubo de reacción. En caso de un reactor de espacio anular, puede considerarse que la longitud de la zona de reacción principal corresponde a la distancia entre la ubicación de la entrada para la materia prima catalizada líquida con respecto al espacio de reacción y el comienzo de la zona de ancho interno aumentado del espacio anular cuando la zona de reacción posterior tiene un diámetro interno aumentado. Cuando la anchura interior del espacio anular no está aumentada en la zona de reacción posterior, de manera que la zona de reacción principal cambie de forma invisible la zona de reacción posterior, la longitud de la zona de reacción principal, para los fines de la presente invención, puede considerarse correspondiente a la distancia entre la ubicación de la entrada para la materia prima catalizada líquida con respecto al espacio de reacción y el extremo - en dirección a la salida del reactor - de la última de las camisas de atemperado que se han mencionado anteriormente montadas en el reactor.

[0020] Una realización particular preferida del proceso de acuerdo con la presente invención se realiza en un reactor seleccionado entre

45 (a) un reactor tubular que comprende al menos un tubo de reacción que proporciona un espacio de reacción en el interior de dicho tubo,

(b) un reactor de espacio anular que comprende un tubo externo y un tubo interno, insertado longitudinalmente en dicho tubo externo, que forma un espacio de reacción anular que se extiende entre la superficie interna del tubo externo, que forma el límite externo del espacio de reacción, y la superficie externa del tubo interno, que forma el límite interno del espacio de reacción, y

50 (1) el suministro de óxido de alquileno líquido al reactor se controla por un único controlador de flujo másico, el óxido de alquileno líquido se suministra a dicho reactor (a) o (b) mediante una única tubuladura de entrada que está conectada con una fuente de óxido de alquileno líquido a través de dicho controlador de flujo másico y el óxido de alquileno se divide antes de la entrada en el espacio o hueco de reacción en una primera y una segunda parte,

55 (2) dicha primera parte de óxido de alquileno entra en el espacio o hueco de reacción de dicho reactor (a) o (b) en una primera ubicación,

(3) la sustancia líquida orgánica se suministra al interior del espacio de reacción de dicho reactor tubular (a) a través de una boquilla de abanico anular para suministrar dicha sustancia líquida al interior de al menos un tubo de reacción del reactor tubular (a) y mezclándola con el óxido de alquileno, que se sitúa en cada uno de dichos tubos de reacción en una segunda ubicación en o corriente abajo de dicha primera ubicación del espacio de reacción, o a través de dos boquillas de abanico anular para suministrar dicha sustancia líquida al interior del espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b) y mezclándola con el óxido de alquileno, estando una boquilla de abanico anular situada en dicho tubo externo y la otra en dicho tubo interno, que forman los límites

del espacio de reacción, en una segunda ubicación en o corriente abajo de dicha primera ubicación del espacio de reacción y se entremezcla con el óxido de alquileno líquido para formar una mezcla de reacción líquida, que se desplaza corriente abajo hacia el extremo del reactor,

(4) el óxido de alquileno líquido entra en el reactor en dicha primera ubicación y sobre toda el área en sección transversal del espacio o hueco de reacción en dicha ubicación,

(5) dicha segunda parte de óxido de alquileno se separa en dicha primera ubicación o corriente arriba de la misma y se canaliza de dicha primera ubicación a una tercera ubicación en el espacio o hueco de reacción, por un tubo en caso de un reactor tubular (a) o por un doble tubo, respectivamente, en caso de un reactor de espacio anular (b), cuyo tubo o doble tubo se inserta en el espacio o hueco de reacción, se extiende desde dicha primera ubicación a dicha tercera ubicación del espacio o hueco de reactor, respectivamente, y tiene un diámetro que es inferior al diámetro interno de dicho tubo de reacción o límite externo de dicho espacio de reacción, dejando así un espacio de reacción entre la superficie externa de dicho tubo o tubo doble, respectivamente, a un lado, y la superficie interior del tubo de reacción o el límite externo del espacio de reacción, respectivamente, al otro lado,

(6) dicha tercera ubicación está localizada corriente abajo de dicha segunda ubicación en la dirección de flujo de la carga del reactor,

(7) dicha segunda parte de óxido de alquileno líquido entra en el espacio o hueco de reacción del reactor en dicha tercera ubicación y se entremezcla con dicha mezcla de reacción líquida y reacciona con esta en su camino corriente abajo hacia el extremo del reactor, donde deja el reactor a través de una salida para el producto de reacción, y

(8) la presión interior del reactor se mantiene a un nivel de presión donde el óxido de alquileno que entra en el reactor no se vaporice, en particular de aproximadamente 20 a 70 bar.

Adicionalmente a las características de proceso que se han mencionado anteriormente,

(9) la temperatura de la mezcla de reacción se controla en dicha realización del proceso de acuerdo con la presente invención transportando los medios de atemperado líquidos de la temperatura adecuada a través de dos o tres camisas de atemperado separadas, que están consecutivamente en la dirección longitudinal del reactor fijado al tubo o tubos de reacción de dicho reactor tubular (a) o al tubo externo e interno del reactor de espacio anular (b), estando la primera de dichas camisas de atemperado parcial o completamente situada en una ubicación entre dicha segunda y tercera ubicación, estando la segunda situada directamente después de dicha primera camisa de atemperado y parcial o completamente después de dicha tercera ubicación y la tercera camisa de atemperado opcionales que sigue consecutivamente después de dicha segunda camisa de atemperado,

(10) la mezcla del óxido de alquileno líquido con dicha sustancia líquida se soporta adicionalmente por uno o más elementos de mezcla estáticos situados en dicha segunda ubicación y, opcionalmente, por uno o más elementos de mezcla estáticos adicionales localizados entre dicha segunda ubicación y en dicha tercera ubicación en el espacio o hueco de reacción de reacción y/o la mezcla del óxido de alquileno líquido con dicha mezcla de reacción líquida formada entre dicha segunda y tercera ubicación en el reactor se soporta adicionalmente por uno o más elementos de mezcla estáticos localizados en dicha tercera y/o corriente abajo de dicha tercera ubicación en el espacio o hueco de reacción de reacción,

(11) la temperatura de la mezcla de reacción en el reactor se mantiene entre 140 °C y 250 °C, preferentemente 170 °C-220 °C,

(12) la mezcla de reacción pasa a través de un espacio de reacción posterior adicional antes de dejar el reactor, que se sitúa después de los tubos de reacción en caso de un reactor tubular o después de dicho espacio de reacción anular en caso de un reactor de espacio anular (b) en una zona del reactor después del espacio de reacción principal, donde el espacio anular tiene un ancho interior mayor que dicho espacio de reacción principal, y

(13) el contenido de óxido de alquileno residual del material que deja el reactor está preferentemente por debajo de 1 ppm.

[0021] Una realización preferida de la presente invención usa un único tubo de inserción o doble tubo y el área en sección transversal del único dicho tubo o doble tubo es del 50 al 5 % de la suma de dicha área en sección transversal y el área en sección transversal del espacio o hueco de reacción en la primera ubicación.

[0022] Pueden hacerse reaccionar ventajosamente diversos materiales orgánicos con el óxido de alquileno de acuerdo con el proceso de la presente invención. En particular, pueden alcoxilarse alcoholes grasos primarios de cadena lineal o ramificada, por ejemplo, alcoholes nativos de cadena lineal hechos de aceites naturales o grasas como, por ejemplo, alcoholes grasos comercializados bajo el nombre Lorol (por ejemplo, Lorol C12-14), así como alcoholes sintéticos de Ziegler, en particular alcoholes de cadena lineal hechos a partir de etileno, como el alcohol graso C12-16 comercializado como Condea Alfol 12-16, y oxo-alcoholes (alcoholes que se preparan añadiendo monóxido de carbono (CO) e hidrógeno, normalmente combinados conjuntamente como gas de síntesis, en una olefina para obtener un aldehído usando la reacción de hidroformilación y después hidrogenando el aldehído para obtener el alcohol, por ejemplo, n-butanol, 2-etilhexanol o isononilalcohol). Los alcoholes grasos insaturados también

5 pueden alcoxilarse, tal como alcohol graso de sebo. Más raramente se usan alcoholes secundarios. Además, pueden usarse como material de partida n-alquil fenoles o alquil fenoles con cadenas alquilo ramificadas, tales como octil fenol, nonil fenol, tributil fenol, ácidos grasos, alcanol amidas de ácidos grasos, aminos grasas, ácidos grasos hidroxilados que contienen aceites neutros, tales como aceite de ricino, y ésteres de ácidos grasos de compuestos polihidroxilados.

10 **[0023]** La fabricación de la materia prima catalizada se realiza preferentemente de forma continua. Una parte de los compuestos químicos líquidos para alcoxilación se mezcla previamente con una solución acuosa de hidróxido de metal alcalino o una solución alcohólica de un alcoholato de metal alcalino, preferentemente un evaporador de película fina. El agua de la solución de hidróxido de metal alcalino y el agua de la reacción se eliminan a temperaturas elevadas al vacío. De forma similar, el alcohol de la solución de alcoholato alcalino y el alcohol adicional generado durante la formación del alcoholato se eliminan a mayores temperaturas al vacío por debajo del 0,05 % en peso. Por lo tanto, la formación de poliglicoles o alquil poliglicoles se minimiza. Después, esta premezcla se mezcla con la parte restante de los compuestos químicos líquidos de manera que la materia prima catalizada contenga aproximadamente del 0,1 al 1 % en mol del catalizador. La materia prima catalizada puede suministrarse inmediatamente al reactor y hacerse reaccionar con el óxido de alquileo para evitar una pérdida de temperatura de dicho material.

20 **[0024]** Los óxidos de alquileo preferidos para la presente invención son óxido de etileno, óxido de propileno y mezclas de los mismos.

25 **[0025]** En una realización particular de la presente invención, se producen alquil fenoles que reaccionan con hasta 9 moles de óxido de etileno (OE) y más, por ejemplo de 3 a 9 moles, tributil fenol, por ejemplo, con aproximadamente 7 moles de óxido de etileno, y alcoholes primarios nativos y grasos sintéticos, por ejemplo, con 2-3 moles de óxido de etileno, productos que se usan con frecuencia en la práctica industrial para una sulfonación adicional. El último producto representa la cantidad principal de sustancias etoxiladas universalmente y se produce por la sulfonación posterior con SO_3 para dar los éter sulfatos (lauril éter sulfatos), LES C_{12-14} con 2-3 Mol de OE, alcohol éter sulfatos, AES $\text{C}_{12-14/15}$ con 2-3 Mol de OE. Estos éter sulfatos se usan, por ejemplo, en productos para el hogar, productos para el cuidado personal, cosméticos, detergentes de lavavajillas líquidos, champúes y baños de espuma. La producción mundial anual total de dichos tensioactivos aniónicos sulfonados es aproximadamente 4.000.000 toneladas.

35 **[0026]** Además, pueden alcoxilarse clorhidratos de dimetil alquil amina grasa, por ejemplo, con 0,9 Mol de óxido de etileno. En este caso, es especialmente fácil realizar la alcoxilación de acuerdo con el proceso de la presente invención, ya que cuanto menor es la cantidad molar de óxido de etileno usado para la alcoxilación, menor es el calor de la reacción. Por supuesto, es evidente que ha de seleccionarse un material adecuado de construcción para el reactor que sea resistente a los iones de cloruro de la materia prima.

40 **[0027]** El proceso de alcoxilación de acuerdo con la presente invención generalmente da como resultado productos de alcoxilación que tienen una distribución del peso molecular estrecha particular en contraste con procesos en los que se usan reactores semi-continuos que dan como resultado productos que tienen un rango mucho más amplio de distribución del peso molecular.

45 **[0028]** Se prefiere particularmente para los fines de la presente invención el uso de un reactor tubular, ya que este diseño es en general más estable mecánicamente.

50 **[0029]** Una realización importante adicionalmente de la presente invención es la alcoxilación continua de la materia prima catalizada como se ha descrito anteriormente en un reactor de espacio anular con un único doble tubo insertado. Este diseño de reactor cauda una división del óxido de alquileo líquido en tres corrientes, una que entra en el espacio de reacción en la primera ubicación a través de la sección transversal anular I, extendiéndose desde la superficie externa de dicho doble tubo insertado hasta el límite externo del espacio de reacción, una segunda que entra en el espacio de reacción también en dicha primera ubicación a través de la sección transversal anular II, que se extiende desde el límite interno del espacio de reacción hasta la superficie interna de un doble tubo insertado, y una tercera corriente canalizada a través del doble tubo de inserción y que entra en el espacio de reacción en el extremo de salida de dicho doble tubo.

60 **[0030]** Para los fines de la presente invención, este reactor de espacio anular de dos fases se dimensiona de tal forma que del 10 al 90 por ciento del óxido de alquileo entre en el espacio de reacción a través de las secciones transversales I y II y se equilibre al 100 por cien a través del doble tubo de inserción.

65 **[0031]** Más preferentemente, el doble tubo de inserción del reactor de espacio que se ha mencionado anteriormente tiene una longitud del 4-70 por ciento de la longitud de todo el espacio de reacción del reactor.

[0032] El diseño de este dispositivo se muestra esquemáticamente en las figuras 1A, 1B y 2 (vista superior). Un reactor de espacio anular tiene de 5 a 20 m de largo, preferentemente de aproximadamente 5 a 15 m, la anchura

interna total del espacio de reacción es preferentemente entre 5 y 15 mm. En un espacio anular el reactor consiste en dos tubos con camisa concéntricos, un tubo del reactor interno (14, 18) y un tubo del reactor externo (8) con un doble tubo de inserción (16) en el espacio de reacción (cámara de reacción) (15, 17). Las camisas están diseñadas con áreas de refrigeración/calentamiento divididas en tres secciones cada una. La materia prima catalizada líquida se suministra de forma uniforme al interior del espacio de reacción a través de una hendidura de distribución con forma de anillo en el tubo interno (4) y el tubo externo (11) (boquillas de abanico anular) (3 y 13). El óxido de alquileño líquido precalentado se aplica sobre la cabeza del reactor (1), de manera que una parte del óxido de alquileño se suministre directamente a través de las dos secciones transversales anulares del espacio de reacción (151 y 1511) en el primer punto de unión definido por la pared externa del doble tubo insertado y la pared interna del tubo de reacción externo y la pared externa del tubo de reacción interno y la pared interna del doble tubo insertado. El doble tubo está preferentemente estabilizado interiormente (22). La cantidad de óxido de alquileño restante entra en el doble tubo insertado por una tercera sección transversal anular que forma la entrada de dicho doble tubo (16) y se canaliza a través de dicho doble tubo hasta un punto inferior en el espacio de reacción (7) dependiendo de la distancia de inserción del doble tubo en el espacio de reacción.

[0033] El área en sección transversal anular del doble tubo insertado en dicha primera ubicación es del 90 al 10 % de la suma de dicha área en sección transversal, el área en sección transversal anular (I), que se extiende desde la superficie externa de dicho doble tubo insertado hasta el límite externo del espacio de reacción, y la sección transversal anular (II), que se extiende desde el límite interno del espacio de reacción a la superficie interna de un doble tubo insertado.

[0034] El sistema de distribución de óxido de alquileño (2) se auto-divide de forma correspondiente a las dos secciones transversales anulares que se han mencionado anteriormente por las que entra el óxido de alquileño en el espacio de reacción en el primer punto de unión y la sección transversal anular en el lado de la entrada del doble tubo de inserción. El segundo punto de alimentación para óxido de alquileño con respecto al espacio de reacción se define por la longitud del doble tubo insertado (16). La entrada del espacio anular del doble tubo insertado se sitúa por encima de las hendiduras de distribución (boquillas de abanico anular) para la materia prima catalizada líquida (3 y 13).

[0035] La turbulencia en los puntos de entrada de óxido de alquileño hace que la materia prima líquida cargada en las hendiduras de distribución internas (13) y externas (11) (boquillas de abanico anular) se mezclen de inmediato homogéneamente con el óxido de alquileño siguiendo su curso corriente abajo. La eficiencia de la mezcla se mejora mediante los elementos mezcladores (12) fijados dentro de la zona de reacción.

[0036] Las tres secciones de las camisas de intercambio de calor (6) del tubo interno y externo que forma el espacio de reacción permiten el control de la temperatura del proceso según sea necesario. El medio de atemperado (refrigeración o calentamiento) se aplica a través de las entradas (5) y (21). La salida del medio se produce a través de colectores (10, 19). La mezcla de reacción (20) deja el área de reacción (17) y se dispone de forma intermedia en la cámara de residencia (9) donde se produce una reacción posterior (espacio de reacción posterior). Esta mezcla de producto deja la cámara de residencia y se conduce hasta un ciclón para la eliminación de las impurezas gaseosas de la materia prima (hidrocarburos, aldehídos, CO₂) y otras sustancias, que contaminan el producto final (óxido de alquileño, dioxolano, dioxano). Posteriormente, el producto final se enfría y se neutraliza si es necesario con ácido láctico, por ejemplo. Puede realizarse una filtración final de este producto neutralizado.

[0037] La figura 1B muestra un reactor de espacio anular como se muestra en la figura 1A, en el que el límite interno del espacio de reacción en la zona de reacción posterior del reactor se forma por un tubo interno que tiene un diámetro menor que el tubo que forma el límite interno del espacio de reacción principal que da como resultado un espacio de reacción posterior (9) que tiene una anchura interna mayor que dicho espacio de reacción principal. El volumen aumentado de la zona de reacción posterior del reactor contribuye a disminuir la longitud del reactor sin reducir el tiempo de residencia total de la mezcla de reacción en el reactor y aumentando de este modo el contenido de óxido de alquileño residual del producto de reacción.

[0038] Otra realización de la invención es la alcoxilación continua de la materia prima catalizada como se ha descrito anteriormente en un reactor multitubular espacial. Este reactor multitubular contiene un tubo de inserción más pequeño en cada uno de sus múltiples tubos de reacción. El óxido de alquileño líquido se divide en virtud de las inserciones en dos corrientes. Preferentemente, los tubos de inserción de un reactor multitubular tienen una longitud de aproximadamente el 10 al 50 por ciento de la longitud de dichos tubos de reacción.

[0039] Se muestra en más detalle un diseño ejemplar de este dispositivo en las figuras 3 y 4.

[0040] El reactor multitubular para realizar la alcoxilación consiste, de forma similar a un intercambiador de calor tubular, en una multitud de tubos de reacción (8) y tubos de inserción (13) en el espacio interno en la parte superior de cada tubo del reactor. Cada tubo de inserción se centra preferentemente dentro de los tubos de reacción. El reactor tiene de 5 a 20 m de largo, preferentemente de aproximadamente 5 a 15 m, en particular de 5 a 10 m, los tubos de reacción tienen preferentemente un diámetro de 10 a 25 mm. La carcasa o camisa de intercambio de calor

(5) con, por ejemplo, tres secciones diferentes (6), permite controlar la temperatura según sea necesario por el proceso. La materia prima catalizada líquida (4) se suministra de forma uniforme a través de una distribución de materia prima especial (3), concretamente a través de boquillas de abanico anular situadas en los tubos de reacción. El óxido de alquileno se suministra a la cabeza del reactor (1) de manera que una parte vaya por la cámara de distribución directamente al primer punto de unión de óxido de alquileno de las entradas de los tubos de reacción (11) hasta una primera zona de reacción (12) en los tubos de reacción y la cantidad restante vaya por los tubos más pequeños insertados (13) a un segundo punto de unión de óxido de alquileno inferior (7) y hasta una segunda zona de reacción (14) situada más abajo en el reactor. La auto-distribución del óxido de alquileno total suministrado se produce en la ubicación (2) correspondiente a la sección transversal del tubo insertado (13) con respecto al área anular representada por la sección transversal del tubo del reactor menos la sección transversal del tubo insertado.

[0041] La velocidad de transmisión del óxido de alquileno-etileno y los elementos mezcladores fijos (17) en el espacio anular formado por los tubos y los tubos de inserción provocan una mezcla homogénea inmediata con la materia prima suministrada a partir del dispositivo de distribución de materia prima (3). Las tres secciones de intercambio de calor permiten un control individual de la temperatura. El medio de refrigeración o calentamiento, respectivamente, se suministra a través del colector (10). La salida del medio se produce a través de la línea (16). La mezcla de reacción (15) de la segunda zona (14) del espacio de reacción fluye a través de una cámara de reacción final (9) para la reacción posterior. Se produce una desgasificación final de los gases inertes restantes de la materia prima como, por ejemplo, acetaldehído o CO₂, y de las sustancias formadas en el producto final durante la reacción, por ejemplo, dioxano o dioxolanos, en un ciclón. Después, el producto final se enfría y se neutraliza si fuera necesario con ácido láctico. Si se desea, el producto neutralizado puede filtrarse.

[0042] Con este método, se realiza una reacción en dos etapas, tal como en una cascada. En la primera etapa únicamente se suministra una parte del óxido de alquileno líquido estequiométricamente deseado, con el fin de limitar la cantidad de material de reacción y, por lo tanto, el calor de la reacción y la temperatura resultante en el reactor, porque únicamente tiene lugar una reacción parcial, cuando la reacción comienza con una cantidad más pequeña de óxido de alquileno de la necesaria para el producto final (por ejemplo el 70 por ciento, correspondiente a una distribución de la cantidad de óxido de alquileno de 70:30 entre las dos etapas de proceso). Por lo tanto, el desarrollo de calor de reacción es significativamente menor, de manera que se evita un fuerte aumento de la temperatura en la primera sección del reactor, y el calor de la reacción puede retirarse mejor por la camisa de refrigeración. Debido a esta clase de procesamiento, la reacción exotérmica y el comportamiento de la temperatura de una alcoxilación son mucho más fáciles de controlar.

[0043] En el caso de reactores de espacio anular, en los que la materia prima orgánica se suministra a través de hendiduras (boquillas de abanico anular) en el espacio entre la pared interna del tubo externo y la pared externa de tubo interno, se inserta un doble tubo en el espacio anular (doble tubo de inserción) a través del cual se proporciona una parte del óxido de alquileno al espacio de reacción corriente abajo y se añade a la mezcla que ya se ha alcoxilado parcialmente corriente arriba en el reactor. De este modo, se realiza una división autocontrolada de la cantidad total de óxido de alquileno destinada a la reacción con la materia prima catalizada en dos partes, correspondiente a la relación entre la suma de las secciones transversales anulares parciales 151 y 1511 (véase la figura 2) del espacio de reacción y la sección transversal anular del doble tubo de inserción.

[0044] Dependiendo de la longitud del doble tubo insertado, puede ajustarse el grado de conversión en la primera parte del reactor y la conversión residual en la segunda zona.

[0045] Se produce una división de óxido de alquileno autocontrolada bastante similar en los reactores multitubulares de acuerdo con la presente invención. En cada tubo de reacción del reactor multitubular se inserta un tubo de inserción más pequeño. Una primera parte de la cantidad total de óxido de alquileno destinada a la reacción se suministra en la parte superior de cada tubo de reacción a través del espacio anular entre el tubo de reacción y el tubo de inserción y se pone directamente en contacto con la materia prima catalizada de los tubos de reacción. La segunda parte de óxido de alquileno reacciona corriente abajo después del final de los tubos de inserción en cada uno de los tubos de reacción con el producto de reacción ya parcialmente alcoxilado. Las cantidades de óxido de alquileno añadidas en la primera ubicación de suministro para el óxido de alquileno en cada tubo de reacción y al final de cada tubo de inserción se determinan por las secciones transversales del tubo de inserción y la sección transversal anular entre el diámetro externo del tubo de inserción y el diámetro interno del tubo de reacción asociado. De este modo, se define el grado de reacción entre la primera y segunda etapa de alcoxilación. De nuevo, el grado de conversión en la primera parte del reactor y la conversión residual en la segunda zona puede ser ajustado por la variación de la longitud de los tubos de inserción.

[0046] La longitud del tubo o tubos de inserción en los reactores (multi) tubulares o el doble tubo de inserción en reactores de espacio anular puede variar, por ejemplo, del 20 al 70 por ciento de la longitud del espacio o hueco del reactor.

[0047] Los tubos de inserción y los dobles tubos de inserción tienen un diseño sencillo, y pueden fijarse fácilmente en los reactores y centrarse en el espacio o hueco de reacción mediante separadores. Estos separadores también

causan una turbulencia y un efecto de mezclado en el material de reacción.

[0048] Además, debido al pequeño volumen de reacción y la porción minimizada de óxido de alquileno en la cámara de reacción, no es necesaria una inertización previa con nitrógeno por motivos de seguridad.

[0049] Los siguientes Ejemplos se proporcionan para la ilustración adicional de la invención y no limitarán el alcance de la invención. En particular, el diseño y dimensionamiento del aparato para diferentes capacidades es fácilmente posible para los expertos en la técnica. El progreso de la reacción se muestra en la figura 5 (capacidad, desarrollo de la temperatura en la mezcla de reacción, temperaturas de refrigeración/calentamiento). El desarrollo de la presión parcial de óxido de etileno se muestra en la figura 6.

EJEMPLOS

[0050] Ejemplo 1 - La reacción de n-nonil fenol con 7 moles de óxido de etileno en un reactor de espacio anular de 5 pulgadas de 5 m de longitud con el doble tubo insertado, con elementos de mezcla estática corriente abajo la entrada de materia prima y en la segunda entrada de óxido de etileno, con una longitud de 1,750 m (el 35 % de la longitud total de reactor) de acuerdo con la invención con una capacidad de 250,8 kg/h que corresponde a 2008 toneladas/año.

[0051] Un reactor de espacio anular tiene una geometría de acuerdo con las figuras 1 y 2, con un diámetro interno del tubo externo de 5 pulgadas = 127,0 mm y un diámetro externo de tubo interno de 114,0 mm y una longitud del reactor de 5,000 m, con una anchura del espacio anular de 6,5 mm (volumen del espacio anular de 11,31 litros) y un suministro para la materia prima catalizada líquida a través de una boquilla de abanico anular en la pared interna del tubo externo y otro en la pared externa del tubo interno. Ambos tubos concéntricos son tubos con camisa con tres secciones de refrigeración o de calentamiento (véanse las figuras 1A/B), por lo que la sección de camisa superior toma el 35 % de toda la longitud de la camisa, la camisa media también el 35 % y el 30 % la inferior. El hueco anular (espacio anular) contiene un doble tubo de inserción de pared fina. El grosor de la pared del reactor es de 10 mm (véase la figura 2), el espacio de la zona de refrigeración/calentamiento se eleva a 6 mm y el volumen del reactor posterior se eleva a 0,02 m³. El grosor de la pared del doble tubo de inserción (la carcasa del tubo interno y externo) se eleva a 0,5 mm, el diámetro externo = 122,67 mm, el diámetro interno = 118,33 mm, la distancia del tubo con camisa externo e interno a las paredes del doble tubo de inserción se eleva a $(127-122,67)/2 = 2,17$ mm y $(118,33-114)/2 = 2,17$ mm, respectivamente (véase la figura 1), la longitud del doble tubo de inserción es 1,75 m (=35 % de la longitud total del reactor). El diámetro de los tubos dobles incorporados se dimensionó en este caso de manera que el óxido de etileno se suministre aproximadamente el 82,25 % a través de las dos secciones transversales entre el tubo de reactor externo e interno y finalmente el 17,75 % por la sección transversal del tubo doble incorporado.

[0052] Para la fabricación del catalizador, se suministran una parte de la materia prima total de n-nonil fenol (PM = 220) de 7,15 kg/h = 0,0325 kmol/h y 0,38 kg/h de una solución al 50 % de sosa cáustica correspondiente a 0,19 kg/h de sosa cáustica al 100 % = 0,0048 kmol/h = 14,64 % en mol apropiada para la parte de n-nonil fenol después de la mezcla previa a una temperatura de aprox. 50 °C en un evaporador de película fina (TFE) con una superficie de evaporador de 0,125 m². La temperatura de la camisa se ajusta con un vapor de presión reducida a 150 °C = aprox. 4 bar (presión controlada). La cantidad de agua de la solución de sosa cáustica y el agua de reacción (total aprox. 0,28 kg/h) que se va a eliminar por destilación se libera por un sistema de bomba de vacío con aprox. 30 mbar absolutos. El n-nonil fenolato sódico formado con un contenido de agua restante de <0,05 % se extrae del TFE evacuado mediante una bomba especial y se suministra a través de un filtro de malla autolimpiante para eliminar impurezas. Después de este procedimiento, se mezcla en un mezclador estático con 97,36 kg/h = 0,4425 kmol/h de n-nonil fenol fresco (esta mezcla contiene entonces el 1 % en mol de n-nonil fenolato sódico como catalizador).

[0053] En el reactor de espacio anular con doble tubo insertado de acuerdo con la invención la temperatura pre-realización del agua presurizada de refrigeración/calentamiento en la camisa superior se ajusta a 35 °C y la cantidad de bucle de agua se ajusta a 5 m³/h. La temperatura de entrada se mantiene constante mediante un controlador automático de "rango partido" mediante el suministro supervisado de corriente a presión, en el caso de precalentamiento, y agua, en el caso de refrigeración, en el bucle de presión. En la sección de camisa intermedia, la cantidad de bucle de agua se ajusta a 5 m³/h y a 55 °C e igualmente en la camisa inferior.

[0054] La mezcla de n-nonil fenol fresco y el n-nonil fenol catalizado (la mezcla contiene ahora el 0,6 % en mol de catalizador) se bombea mediante una bomba de descarga de TFE especial sobre un intercambiador de calor con una temperatura ajustada de 165 °C y sobre ambas hendiduras de distribución (boquillas de abanico anular) con una cantidad en proporción al espacio de 104,62 kg/h de n-nonil fenol, incluyendo el alcoholato formado como catalizador, controlado por un medidor de flujo másico en el espacio entre los tubos con camisa concéntricos internos y externos. Por una tubería de suministro en la cabeza del reactor se suministran 146,32 kg/h = 3,3257 kmol/h de óxido de etileno (n-nonil fenol relacionado con óxido de etileno = 1 a 7,0) con una bomba de alta presión. A través del doble tubo insertado (1,750 m = 35 % de la longitud total del reactor desde la parte superior) fluye una cantidad de 25,37 kg/h (= 17,75 %) del óxido de etileno, y la cantidad restante del óxido de etileno de aproximadamente 120,35 kg/h (= 82,25 %) fluye a través de las secciones transversales (I + II) (véase la figura 2) del espacio anular. La conversión de óxido de etileno proporcional en la 1ª sección del reactor (35 % de la longitud del

reactor) debe ser del 25 %, el 35 % en la 2ª sección (35 % de la longitud del reactor) y el 40 % en la 3ª sección (30 % de la longitud del reactor).

5 [0055] La mezcla de reacción a una temperatura de aprox. 236 °C sale de la cámara anular (aprox. 0.02 m³) a través de una válvula de control de presión (50 bar) hasta un ciclón para su desgasificación (gas inerte de óxido de etileno, subproductos formados, por ejemplo dioxano). Después, los gases se descargan con una bomba de vacío de anillo líquido y se conducen a combustión o a un depurador. En el ciclón, se mantiene un pequeño vacío a aprox. 700 mbar absolutos. Si es necesario, también puede introducirse vapor de separación en el ciclón. Por lo tanto, se conseguirá una mejor desgasificación. Posteriormente, el producto final se enfría a aprox. 60 °C en un intercambiador de calor con un bucle de reciclaje con respecto al ciclón.

10 [0056] Para la neutralización con ácido láctico (0,54 kg/h) mediante un mezclador dinámico, la mezcla de reacción se bombea en un intercambiador de calor en un bucle con aprox. 5 m³/h. El producto final se descarga del bucle a la filtración o al depósito de almacenamiento.

15 [0057] Durante el inicio del reactor de alcoxilación, el procedimiento procede como se indica a continuación: El reactor de espacio anular se llena en primer lugar con la mezcla de catalizador concentrada y filtrada del evaporador de película fina y el n-nonil fenol fresco se mezcla en un mezclador estático. La mezcla que contiene 0,6 % en mol de catalizador se suministra en la cantidad predefinida por hora al reactor después de un calentamiento previo a 165 °C.

20 [0058] Inmediatamente después de conseguir un bajo nivel de líquido en el ciclón (nivel controlado), el óxido de etileno, también en la cantidad predefinida por hora, se bombea en el pre-calentador hasta el reactor. La válvula de control de presión en la línea de salida del reactor se ajusta a 50 bar (la presión del vapor del óxido de etileno a 165 °C es aprox. 50 bar). Los controladores de temperatura para cada sección de los tres bucles de calentamiento/refrigeración del reactor se ajustan a la temperatura requerida.

Especificación del producto

30 [0059]

Valor hidroxilo (mg KOH/g)	: 106 calculado PM = 528 = OE 7,0 mol
Color (visual)	: amarillo claro
Color (APHA)	: 20 máx.
Densidad 50 °C	: aprox. 1.04 g/cm ³
Punto de fluidez	: 7 °C
Viscosidad dinámica 50 °C	: aprox. 65 mPas
Contenido de dioxano (CG de espacio en cabeza)	: máx. 1 ppm
Óxido de etileno	: máx. 1 ppm
Poliglicol	: 1 %
Humedad (Karl Fischer)	: 0,05 % en peso

35 [0060] Ejemplo 2 - Reacción de n-nonil fenol con óxido de etileno 15 mol en un reactor de espacio anular de 5 pulgadas de 5 m de longitud con doble tubo de inserción, con elementos de mezcla estática corriente abajo la entrada de materia prima y en la segunda entrada de óxido de etileno, con una longitud de 1,750 m (35 % de la longitud total del reactor) de acuerdo con la invención con una capacidad de 260 kg/h que corresponde a 2008 toneladas/año.

40 [0061] En comparación con el Ejemplo 1 (óxido de etileno 7 mol), se mantiene la capacidad para el mismo tamaño de reactor. La temperatura del reactor es algo más alta, ya que debido a la mayor cantidad de óxido de etileno (15 moles) el calor de la reacción aumenta. Para el Ejemplo 2 se usa el mismo reactor de espacio anular de acuerdo con las figuras 1 y 2 (dimensiones como en el Ejemplo 1) y el mismo equipo de evaporador de película fina que en el Ejemplo 1.

45 [0062] Para la fabricación del catalizador, una parte de la materia prima total (65 kg/h) de n-nonil fenol que se refiere a 4,45 kg/h = 0,0202 kmol/h y 0,24 kg/h de una solución al 50 % de NaOH correspondiente a 0,12 kg/h de NaOH al 100 % (sosa cáustica) = 0,0030 kmol/h = 14,64 % en mol en relación con n-nonil fenol, se suministran ambos a 50 °C en un evaporador de película fina (0,125 m²) después de la mezcla previa. El evaporador de película fina (TFE) se calienta con 4 bar de vapor a aprox. 150 °C (presión controlada). La cantidad de agua de sosa cáustica y el agua de reacción (en suma 0,17 kg/h) que se va a retirar por destilación se eyecta por un chorro de agua (30 mbar absolutos). El n-nonil fenolato sódico con un contenido de agua residual inferior al 0,05 % se extrae del evaporador de película fina evacuado mediante una bomba de engranajes y se separa de las impurezas en un filtro de malla. Posteriormente, se mezcla en un mezclador estático con n-nonil fenol fresco 60,55 kg/h correspondiente a 0,2752 kmol/h (después, la mezcla contiene el 0,6 % en mol de n-nonil fenolato sódico como catalizador).

55

[0063] La temperatura del agua de pre-realización presurizada de refrigeración/calentamiento en la sección de camisa del reactor superior se fija a 136 °C, el bucle de agua aprox. a 5 m³/h. La temperatura de entrada se controla por el control de "rango partido" que mantiene la temperatura inyectando vapor o agua de refrigeración en el bucle. La camisa intermedia se conecta a un circuito de agua a 5 m³/h y a 23 °C y la camisa inferior se conecta a un circuito de agua a 5 m³/h y 35 °C.

[0064] La bomba de engranajes de descarga del evaporador de película fina bombea el n-nonil fenol (0,6 % en mol) catalizado (65,07 kg/h, medidor de flujo másico) en un intercambiador de calor con una temperatura ajustada de 165 °C a través de las hendiduras de distribución internas y externas (boquillas de abanico anular) de forma equivalente hasta el espacio de reacción correspondiente. En el cabezal del reactor, se cargan 195,00 kg/h de óxido de etileno líquido (= 2,0683 kmol/h) mediante una bomba a presión (la relación de n-nonil fenol con respecto a óxido de etileno es 1:15). Dimensiones del doble tubo de inserción: Longitud del 70 % de la longitud total del reactor, lo que significa 3,500 m. A través de la sección transversal anular del tubo interno y externo concéntrico con camisa (diámetros d_i = 114 mm, d_{out} = 127 mm) se carga el 82,25 % = 160,39 kg/h. A través de la sección transversal del doble tubo de inserción (Ejemplo 1) se carga la cantidad residual de óxido de etileno, lo que significa 43,61 kg/h = 17,75 % (3,5 m). La conversión proporcional de óxido de etileno en la 1ª sección del reactor (35 % de la longitud del reactor) debe ser del 15 %, el 35 % en la 2ª sección (35 % de la longitud del reactor) y el 50 % en la 3ª sección (30 % de la longitud del reactor).

[0065] La mezcla de reacción sale de la cámara anular (0,02 m³) controlada a través de una válvula resistente a la presión que se va a desgasificar de los gases inertes de óxido de etileno y subproductos formados, tal como dioxano. Posteriormente, la refrigeración a 60 °C sigue en un intercambiador de calor y un bucle de reciclaje para un ciclón.

[0066] Para la neutralización con ácido láctico (0,34 kg/h), la mezcla de reacción se bombea en un mezclador dinámico y un refrigerador subsiguiente en un bucle (5 m³/h). El producto final del bucle neutralizador pasa un filtro y se descarga en los depósitos de almacenamiento.

Especificación del producto

[0067]

Valor hidroxilo (mg KOH/g)	: 63 calculado PM = 880 = 15,0 mol de OE
Color (visual)	: amarillo claro
Color (APHA)	: 20 máx.
Densidad 50 °C	: aprox. 1,07 g/cm ³
Punto de fluidez	: 25 °C
Viscosidad dinámica 50 °C	: aprox. 80 mPas
Contenido de dioxano (CG de espacio en cabeza)	: máx. 1 ppm
Óxido de etileno	: máx. 1 ppm
Poliglicol	: 1 %
Humedad (Karl Fischer)	: 0,05 % en peso

[0068] Ejemplo 3 - Preparación de etoxilato de n-nonil fenol con 3 moles de óxido de etileno en un reactor de espacio anular de 5 pulgadas de 5 m de longitud con doble tubo de inserción, con elementos de mezcla estática corriente abajo la entrada de materia prima y en la segunda entrada de óxido de etileno, con una longitud de 1,750 m (35 % de la longitud total del reactor) de acuerdo con la invención con una capacidad de 704 kg/h, que corresponde a 5653 toneladas/año.

[0069] En comparación con el Ejemplo 1, el rendimiento se eleva por encima de la proporción debido a la parte inferior de óxido de etileno (3 mol) en el reactor del mismo tamaño, ya que el calor de la reacción es menor.

[0070] Para el Ejemplo 3, se usa el mismo reactor de espacio anular de acuerdo con las figuras 1 y 2 (dimensiones como en el Ejemplo 1 y el mismo equipo de evaporador de película fina que en el Ejemplo 1).

[0071] Para la fabricación del catalizador en el Ejemplo 3, tanto una parte de la materia prima total (440 kg/h) de n-nonil fenol, que significa 30,10 kg/h correspondiente a 0,1368 kmol/h como 0,96 kg/h de una solución al 50 % de NaOH equivalente a 0,480 kg/h de NaOH al 100 % (sosa cáustica) = 0,0120 kmol/h = 8.78 % en mol en relación con n-nonil fenol, se suministran (después de la mezcla previa) a 50 °C en un evaporador de película fina que tiene superficie intercambiadora de 0,125 m². El evaporador de película fina se calienta a 6 bar de vapor (presión controlada). La cantidad de agua de la sosa cáustica y la reacción (0,7 kg/h) que se va a retirar por destilación se eyecta por un chorro de agua (30 mbar absolutos). El n-nonil fenolato sódico formado con un contenido de agua residual inferior al 0,05 % se elimina del evaporador de película fina evacuado por una bomba de engranajes y se filtra para eliminar la contaminación en un filtro de malla rotativo. Posteriormente, el catalizador se mezcla en un mezclador estático con n-nonil fenol fresco 409,90 kg/h = 1,8632 kmol/h (después, la mezcla contiene el 0,6 % en

mol de n-nonil fenolato sódico).

5 **[0072]** La temperatura del suministro de agua de refrigeración/calentamiento en la camisa del reactor superior se fija a 75 °C, el bucle de agua aprox. a 5 m³/h. La temperatura de entrada constante se controla por un control de "rango partido". La camisa intermedia admite una cantidad de agua en bucle de 5 m³/h y 75 °C, y la camisa inferior funciona a 5 m³/h y 75 °C.

10 **[0073]** La bomba de engranajes de descarga bombea el n-nonil fenol catalizado (0,6 % en mol) y fresco (440,26 kg/h, mediante medidor de flujo másico) del evaporador de película fina por un intercambiador de calor con una temperatura ajustada de 165 °C a través de las hendiduras de distribución internas y externas (boquillas de abanico anular) igualmente entre las paredes del reactor. Se cargan 264 kg/h de óxido de etileno líquido = 6,000 kmol/h por la cabeza del reactor mediante una bomba a presión (la relación de n-nonil fenol con respecto a óxido de etileno es 1:3). Dimensiones del doble tubo de inserción: Longitud del 35 % de la longitud total del reactor, lo que significa 1,750 m. A través de la sección transversal anular del tubo interno y el tubo externo concéntricos con camisa 15 (diámetro d_i = 114 mm, d_{externo} = 127 mm) se carga el 82,25 % = 217,14 kg/h de óxido de etileno. A través de la sección transversal del doble tubo de inserción se carga la cantidad residual de óxido de etileno, que se refiere a 46,86 kg/h = 17,75 % (1,75 m desde la primera ubicación de alimentación). La conversión proporcional de óxido de etileno en la primera sección del reactor (35 % de la longitud del reactor) debe ser del 20 %, el 40 % en la 2ª sección (35 % de la longitud del reactor) y el 40 % en la 3ª sección (30 % de la longitud del reactor).

20 **[0074]** La mezcla de reacción sale de la cámara anular (0,02 m³) controlada a través de una válvula resistente a la presión (presión ajustada a 50 bar) y se desgasifica de gases inertes de óxido de etileno y subproductos formados tal como dioxano. Estos gases se descargan con la ayuda de la bomba de agua para la combustión o en un depurador. Posteriormente, la refrigeración a 60 °C se produce en un intercambiador de calor y el reciclado parcial para el ciclón.

25 **[0075]** Para la neutralización con ácido láctico (1,54 kg/h, 70 % en peso, peso molecular 90 g/mol), la mezcla de reacción se bombea en un mezclador dinámico y un refrigerador subsiguiente en un bucle (5 m³/h). El producto final del bucle neutralizador se conduce a almacenamiento después de pasar un filtró.

30

Especificación del producto

[0076]

Valor hidroxilo (mg KOH/g)	: 159,4 calculado PM = 352 = 3,0 mol de OE
Color (visual)	: amarillo claro
Color (APHA)	: 20 máx.
Contenido de dioxano (CG de espacio en cabeza)	: máx. 1 ppm
Óxido de etileno	: máx. 1 ppm
Poliglicol	: 1 %
Humedad (Karl Fischer)	: 0,05 % en peso

35

40 **[0077]** Ejemplo 4 - Preparación de etoxilato de n-nonil fenol con 3 moles de óxido de etileno en un reactor de espacio anular de 5 pulgadas, con elementos de mezcla estática corriente abajo la entrada de materia prima y en la segunda entrada de óxido de etileno, 10 m de largo con doble tubo de inserción de 6 m de longitud (60 % de la longitud total del reactor) y el 0,6 % en mol de NaOH como catalizador de acuerdo con la invención con una capacidad de 704 kg/h, que corresponde a 5653 toneladas/año.

[0078] En comparación con el Ejemplo 3, con la misma capacidad, la longitud del reactor aumenta hasta 10 m. La reacción se expande ahora a mayor longitud, de manera que la temperatura máxima disminuye entonces a 209 °C.

45 **[0079]** Para el Ejemplo 4, se usa el mismo reactor de espacio anular de acuerdo con las figuras 1 y 2 (dimensiones como en el Ejemplo 1).

[0080] La fabricación del catalizador para el Ejemplo 4 se realizó de forma análoga al Ejemplo 3.

50 **[0081]** Con la ayuda de una bomba de engranajes, el n-nonil fenol catalizado con 0,6 % en mol de sosa cáustica se bombea en un intercambiador de calor con una temperatura ajustada de 165 °C y se suministra de forma equivalente por ambas hendiduras de distribución (boquillas de abanico anular) entre el tubo de reacción interno y externo. Por la cabeza del reactor se cargan 264,00 kg/h = 6,000 kmol/h de óxido de etileno mediante una bomba (n-nonil fenol con respecto óxido de etileno 1:3). A través de la sección transversal del doble tubo de inserción (60 % de la longitud total del reactor = 6,000 m) se cargan 46,86 kg/h = 17,75 % y 217,14 kg/h = 82,25 % del óxido de etileno por las secciones transversales anulares conformadas por el tubo de reacción interno y externo. La conversión proporcional de óxido de etileno en la 1ª sección del reactor (35 % de la longitud del reactor) debe ser del 40 %, el 40 % en la 2ª sección (35 % de la longitud del reactor) y el 20 % en la 3ª sección (30 % de la longitud del reactor).

55

5 **[0082]** La mezcla de reacción a 209 °C se expande a través de una válvula de control de presión para la desgasificación (gas inerte de óxido de etileno y subproductos formados, por ejemplo dioxano) en un ciclón. Después de la desgasificación, se produce la refrigeración a 60 °C en un intercambiador de calor (bucle de reciclaje a ciclón).

10 **[0083]** La temperatura de suministro del bucle de agua de refrigeración/calentamiento a presión (5 m³/h) en la camisa superior se ajusta a 73 °C. El mantenimiento de las temperaturas de entrada para las tres camisas (secciones de reacción) se hace a través de un controlador de "rango partido" responsable del suministro de vapor y agua de refrigeración. El bucle de agua de la camisa intermedia se realiza a 5 m³/h y a 116 °C. El bucle de agua de la camisa inferior se realiza a 5 m³/h y a 141 °C.

15 **[0084]** La mezcla de reacción se bombea en un bucle para su neutralización con ácido láctico (0,23 kg/h) en un mezclador dinámico y un refrigerador a 5 m³/h. Después de la salida del bucle, el producto final se conduce al depósito de almacenamiento después de la filtración.

Especificación del producto

[0085]

Valor hidroxilo (mg KOH/g)	: 159,4 calculado PM = 352 = 3,0 mol de OE
Color (APHA)	: 20 máx.
Contenido de dioxano (CG de espacio en cabeza)	: máx. 1 ppm
Óxido de etileno	: máx. 1 ppm
Poliglicol	: 1 %

20 **[0086]** Ejemplo 5- Preparación de un etoxilato de alcohol graso C₁₂₋₁₄ con 2 mol de óxido de etileno en un reactor de espacio anular de 5 pulgadas, con elementos de mezcla estática corriente abajo la entrada de materia prima y en la segunda entrada de óxido de etileno, 10 m de largo con doble tubo de inserción de 6 m de longitud (60 % de la longitud total del reactor) de acuerdo con la invención con una capacidad de 852 kg/h, que corresponde a 6816 toneladas/año.

30 **[0087]** En el Ejemplo 5 un alcohol graso C₁₂-C₁₄ se hace reaccionar con 2 mol de óxido de etileno. La cantidad de salida en relación con el Ejemplo 4 se aumenta usando el mismo tamaño de reactor ya que, debido a la menor adición de óxido de etileno, se libera menos calor de reacción. La temperatura máxima alcanza entonces 208 °C. El tiempo de residencia medio en el reactor se eleva a 55 segundos y 283 segundos en el reactor posterior (aprox. 5 minutos en total).

35 **[0088]** Para el Ejemplo 5, se usa el mismo reactor de espacio anular de acuerdo con las figuras 1 y 2 (dimensiones como en el Ejemplo 1).

40 **[0089]** Para la fabricación del catalizador, se suministra una parte de la materia prima total (104,51 kg/h) de alcohol graso C₁₂₋₁₄ (C₁₂ = 65-71%, C₁₄ = 22-28%, C₁₆ = 4-8%, peso molar = 196 (del valor hidroxilo), lo que se refiere a 40,22 kg/h = 0,2052 kmol/h y 1,44 kg/h de una solución al 50 % de sosa cáustica = 0,72 kg/h de NaOH al 100 % = 0,0180 kmol/h equivalente al 8,77 % en mol con respecto al parte de alcohol graso C₁₂₋₁₄, después de la mezcla previa a una temperatura de aprox. 50 °C en un evaporador de película fina (TFE) con una superficie de evaporador de 0,125 m². La temperatura de la camisa del TFE se ajusta por una corriente a presión a 150 °C = aprox. 4 bar (control de la presión). El agua de la solución de sosa cáustica y el agua de la reacción (en suma aprox. 1,04 kg/h) que se va a retirar por destilación se descarga mediante una bomba de anillo líquido (vacío aprox. 30 mbar). El alcoholato graso sódico C₁₂₋₁₄ formado con un contenido de agua restante de <0,05 % se extrae del vacío mediante una bomba especial y pasa a un filtro de malla para separar las impurezas. Después, el filtrado se mezcla en un mezclador estático con alcohol graso C₁₂₋₁₄ recién preparado 547,78 kg/h = 2,705 kmol/h (la mezcla contiene entonces el 0,6 % en mol de alcoholato sódico C₁₂₋₁₄ como catalizador).

50 **[0090]** Con la ayuda de una bomba de engranajes, el alcohol graso C₁₂₋₁₄ catalizado se conduce por un intercambiador de calor con una temperatura ajustada de 165 °C y se conduce constantemente por las dos hendiduras de distribución (boquillas de abanico anular) hasta el espacio entre las paredes de los dos tubos de reacción concéntricos. A través de una tubería de alimentación en la cabeza del reactor se suministran 264,00 kg/h de óxido de etileno (= 6,000 kmol/h) (relación alcohol graso C₁₂₋₁₄ con respecto a óxido de etileno = 1 a 2) mediante una bomba de alta presión. A través del doble tubo insertado (60 % de la longitud total del reactor = 6,000 m) y por las dos secciones transversales que se han mencionado anteriormente de los espacios anulares y el doble tubo insertado se suministra el 82,25 % = 217,14 kg/h del óxido de etileno entre los espacios anulares dentro y fuera del doble tubo insertado. Por el doble tubo insertado sigue la cantidad restante de óxido de etileno 46,86 kg/h = 17,75 % después de 6,000 m desde la parte superior del reactor. La conversión proporcional de óxido de etileno consigue el 40 % en la 1ª parte del reactor (35 % de la longitud del reactor), el 40 % en la 2ª parte (35 % de la longitud del

reactor) y el 20 % en la 3ª (30 % de la longitud del reactor). La mezcla de reacción sale del extremo del reactor a 208 °C y después se descarga de la cámara anular (aprox. 0,02 m³) a través de una válvula de control de presión hasta un ciclón para su desgasificación (gases insertes del OE, subproductos formados, por ejemplo dioxano). Posteriormente, tiene lugar la refrigeración a aprox. 60 °C en un intercambiador de calor por un bucle de reciclaje al ciclón.

[0091] La temperatura de suministro de agua de refrigeración/calentamiento a presión en la camisa superior se ajustó a 85 °C mediante una cantidad de bucle de 5 m³/h. La temperaturas de entrada para cada sección se mantiene constante mediante un suministro controlado automáticamente de "rango partido" de suministra de vapor o agua de refrigeración al bucle de agua a presión. En la sección de camisa media, la cantidad del bucle se ajusta a 5 m³/h de agua a 129 °C, y en la camisa inferior la cantidad de bucle de agua se ajusta a 5 m³/h y 153 °C.

[0092] Para la neutralización con ácido láctico (2,31 kg/h), la mezcla de reacción se bombea en un bucle por un mezclador dinámico y después en un refrigerador (cantidad de bucle de aprox. 5 m³/h). A partir del bucle de neutralización, el producto final se conduce a un depósito de almacenamiento después de la filtración.

[0093] Si la mezcla de reacción se suministra directamente a una planta de sulfatación, la neutralización con ácido láctico no es necesaria. El producto no neutralizado puede almacenarse temporalmente en un recipiente amortiguador en un manto de nitrógeno.

[0094] Ejemplo 6- Preparación de un etoxilato de alcohol graso C₁₂₋₁₄ con 3 mol de óxido de etileno en un reactor de espacio anular de 36 pulgadas, con elementos de mezcla estática corriente abajo la entrada de materia prima y en la segunda entrada de óxido de etileno, 10 m de largo con doble tubo de inserción de 6 m de longitud (60 % de la longitud total del reactor) y el 1 % en mol de catalizador de acuerdo con la invención con una capacidad de 4920 kg/h, que corresponde a 39360 toneladas/año.

[0095] En comparación con el Ejemplo 3, la etoxilación se realiza en un reactor de espacio anular de 36 pulgadas con una longitud de 10 m y una concentración del catalizador del 1 % en mol y una longitud del doble tubo insertado de 6 m de longitud (60 % de la longitud total). Aquí, el reactor se usa para precalentar el óxido de etileno y el alcohol graso. La temperatura de alimentación del óxido de etileno es 20 °C y la temperatura del alcohol graso es 40 °C.

[0096] El reactor de espacio anular de acuerdo con las figuras 1 y 2 consiste en un tubo externo con un diámetro interno de 36 pulgadas = 914,4 mm y un tubo interno con un diámetro externo de 895,2 mm, y una longitud del reactor de 10 m, con una anchura anular de 9,6 mm (volumen de espacio anular de 0,272 m³) y una hendidura de distribución de materia prima (boquilla de abanico anular) en los tubos de reacción con camisa internos y externos con tres secciones de refrigeración/calentamiento (véase la figura 1). Las camisas superior e intermedia cubren cada una el 35 % y la camisa inferior cubre el 30 % de la longitud total del reactor. En el hueco anular (espacio anular), se incorpora un doble tubo de pared fina. El espesor de pared del reactor se eleva a 19 mm, el espacio de las camisas de refrigeración/calentamiento es 8 mm y el volumen del reactor posterior se eleva a 0,08 m³. El espesor de pared del doble tubo de inserción es 0,5 mm, el diámetro externo es 908,0 mm, el diámetro interno es 901,6 mm, y la anchura de hendidura se eleva a (908,0-901,6)/2 = 3,20 mm. La longitud del doble tubo de inserción se eleva a 6 m = 60 % de la longitud total del reactor. El diámetro del doble tubo de inserción se dimensiona de tal forma que el 77,08% del óxido de etileno se carga por el espacio anular interno y externo y el 22,92% restante por el doble tubo de inserción.

[0097] Para fabricar el catalizador para el Ejemplo 6, una parte de la materia prima total (2940,00 kg/h) de alcohol graso C₁₂₋₁₄ (C₁₂ = 65-71%, C₁₄ = 22-28%, C₁₆ = 4-8%, peso molar = 196 (del valor hidroxilo) concretamente 201,11 kg/h = 1,0261 kmol/h y 12,00 kg/h de una solución al 50 % de sosa cáustica = 6,00 kg/h de NaOH al 100 % equivalente a 0,15 kmol/h = 14,62 % en mol con respecto a alcohol graso C₁₂₋₁₄. Todo junto se suministra después de la mezcla previa a una temperatura de aprox. 50 °C en un evaporador de película fina (TFE) con una superficie de vaporizador de 1,0 m². La temperatura de la camisa del TFE se ajusta por vapor a 150 °C = aprox. 4 bar (presión controlada). El agua de la solución de sosa cáustica y el agua de la reacción (en suma aprox. 8,70 kg/h) que se va a retirar por destilación se succiona por una bomba de chorro de agua a un vacío de aprox. 30 mbar. El alcoholato graso sódico C₁₂₋₁₄ formado con un contenido de agua restante de <0,05 % se bombea fuera del TFE evacuado y se conduce por un filtro de malla para eliminar la contaminación. Después, se mezcla en un mezclador estático con 2738,89 kg/h = 13,9739 kmol/h de alcohol graso C₁₂₋₁₄ fresco (después, esta mezcla contiene el 1,0 % en mol de alcoholato graso sódico C₁₂₋₁₄.)

[0098] La temperatura de suministro del bucle de agua de refrigeración/calentamiento presurizado con 10 m³/h se establece en la sección de la camisa superior a 112 °C. La temperatura de entrada se ajusta con la ayuda de un control de "rango partido" para el suministro de vapor (especialmente para el precalentamiento) con una presión constante o agua de refrigeración en el bucle de agua a presión. Para la camisa intermedia, se ajusta un bucle de agua a presión de 10 m³/h y 150 °C y también un bucle de agua a 10 m³/h con 150 °C para la sección inferior.

[0099] Con una bomba de engranajes, el alcoholato graso C₁₂₋₁₄, catalizado con el 1,0 % en mol se precalienta en un

intercambiador de calor a una temperatura de 165 °C y se carga por las dos hendiduras de distribución (boquillas de abanico anular) con una cantidad de 2943,30 kg/h (medidor de flujo másico) de alcoholato graso C₁₂₋₁₄ (incluyendo el alcoholato formado, que es el catalizador) de forma uniforme entre las paredes de los tubos de reacción internos y externos. Por un colector en la parte superior del reactor se cargan 1980 kg/h = 45,00 kmol/h de óxido de etileno (relación del alcoholato graso C₁₂₋₁₄ con respecto al óxido de etileno = 1 a 3) mediante una bomba a presión. A través del doble tubo de inserción (60 % de la longitud total del reactor = 6,000 m) y por las secciones transversales del espacio anular que se ha mencionado anteriormente dentro y fuera del doble tubo insertado se carga óxido de etileno por los espacios anulares (77,08% = 1526,18 kg/h). La cantidad restante de óxido de etileno 453,82 kg/h = 22,92% transcurre a través del doble tubo de inserción aprox. 6,000 m inferior. La conversión proporcional de óxido de etileno en la 1ª parte del reactor (35 % de la longitud del reactor) debe ser del 57%, el 28% en la 2ª parte (35 % de la longitud del reactor) y el 15 % en la 3ª (30 % de la longitud del reactor). Después, la mezcla de reacción sale del reactor posterior (cámara anular de aprox. 0,08 m³) a través de una válvula de control de presión (ajustada a 50 bar) hasta un ciclón para su desgasificación (gases inertes del OE, subproductos formados, por ejemplo dioxano). El gas residual descargado por una bomba de vacío de anillo líquido puede conducirse a combustión o a un depurador. Posteriormente, la refrigeración a aprox. 60 °C tiene lugar en un intercambiador de calor en el bucle de reciclaje al ciclón.

[0100] Para la neutralización con 19,29 kg/h de ácido láctico al 70 % en peso (peso en mol = 90), la mezcla de reacción se bombea en un mezclador dinámico y pasa a un refrigerador en un bucle (aprox. 10 m³/h). El producto final que sale del bucle neutralizador fluye hasta los depósitos de almacenamiento después de la filtración.

[0101] Ejemplo 7 - Preparación de etoxilato de n-nonil fenol con 3 moles de óxido de etileno en un reactor de espacio anular de 36 pulgadas, con elementos de mezcla estática corriente abajo la entrada de materia prima y en la segunda entrada de óxido de etileno, 10 m de largo con doble tubo de inserción de 5,500 m de longitud (55 % de la longitud total del reactor) y el 1 % en mol de catalizador de acuerdo con la invención con una capacidad de 5707 kg/h, que corresponde a 45656 toneladas/año.

[0102] En comparación con el Ejemplo 6, la etoxilación se realiza en un reactor de espacio anular de 36 pulgadas con una longitud de 10 m y una concentración de catalizador del 1 % en mol y una longitud del doble tubo insertado de 5,5 m (55 % de la longitud total). En este caso, el reactor se usa a simultáneamente para el precalentamiento del óxido de etileno y el alcohol graso. La temperatura de alimentación del óxido de etileno es 20 °C, y la temperatura del alcohol graso con el 1 % en mol de catalizador es 40 °C.

[0103] El reactor de espacio anular de acuerdo con las figuras 1 y 2 consiste en un tubo externo con un diámetro interno de 36 pulgadas = 914,4 mm y un tubo interno con un diámetro externo de 895,2 mm, y una longitud del reactor de 10 m; con una anchura anular de 9,6 mm (volumen de espacio anular de 0,272 m³) y una hendidura de distribución de materia prima (boquilla de abanico anular) en el tubo de reacción con camisa interno y externo y tres secciones de refrigeración/calentamiento (véase la figura 1). Cada una de las camisas superior e intermedia cubre el 35 % y la camisa inferior cubre el 30 % de la longitud total del reactor. En el hueco anular (espacio) se incorpora un doble tubo de pared fina. El espesor de la pared interna y externa del reactor se eleva a 19 mm, el espacio de las camisas de refrigeración/calentamiento se eleva a 8 mm, y el volumen del reactor posterior se eleva a 0,08 m³. El espesor de pared interna y externa del doble tubo de inserción es 0,5 mm, el diámetro externo es 908,0 mm, el diámetro interno es 901,6 mm, de manera que la anchura del espacio se eleve a (908,0-901,6)/2 = 3,20 mm. La longitud del doble tubo de inserción se eleva a 5,500 m = 55 % de la longitud total del reactor. El diámetro del doble tubo de inserción se dimensiona de manera que el 77,08 % del óxido de etileno se cargue en el espacio anular interno y externo y el 22,92% restante por la sección transversal del doble tubo de inserción.

[0104] Para fabricar el catalizador para el Ejemplo 7, una parte de la materia prima total = 3410,00 kg/h de alcohol graso C₁₂₋₁₄ (C₁₂ = 65-71%, C₁₄ = 22-28%, C₁₆ = 4-8%, peso molar = 196 (del valor hidroxilo) concretamente 233,26 kg/h = 1,1901 kmol/h y 13,92 kg/h de una solución al 50 % de sosa cáustica = 6,96 kg/h de NaOH al 100 % = 0,1740 kmol/h = 14,62 % en mol con respecto a alcohol graso C₁₂₋₁₄. Todo se premezcla y se suministra a una temperatura de aprox. 50 °C en un evaporador de película fina (TFE) con una superficie de 1,0 m². La temperatura de la camisa del TFE se ajusta por vapor a 150 °C = aprox. 4 bar (presión controlada). El agua de la solución de sosa cáustica y el agua de la reacción (en suma aprox. 10,09 kg/h) que se va a retirar por destilación se succiona por una bomba de chorro de agua a un vacío de aprox. 30 mbar. El alcoholato graso sódico C₁₂₋₁₄ formado con un contenido de agua restante de <0,05 % se bombea fuera del TFE evacuado y se conduce por una hendidura para realizar la filtración de la contaminación. Después, se mezcla en un mezclador estático con 3176,74 kg/h = 16,2078 kmol/h de alcohol graso fresco C₁₂₋₁₄. Después, esta mezcla contiene el 1,0 % en mol de alcoholato graso sódico C₁₂₋₁₄ como catalizador. La temperatura de la mezcla es 48 °C.

[0105] La temperatura de suministro del bucle de agua de refrigeración/calentamiento a presión se ajusta en la sección de la camisa superior a 179 °C. La cantidad de bucle de agua se eleva a 10 m³/h. La temperatura de entrada se ajusta con la ayuda de una presión de vapor controlada de "rango partido" (especialmente para el precalentamiento) o un suministro de agua de refrigeración al bucle de agua a presión. Para la camisa intermedia se ajusta un bucle de agua de 10 m³/h y 113 °C y para la sección de la camisa inferior se usa un bucle de agua con 167

°C.

5 **[0106]** Por medio de una bomba de engranajes, el alcoholato graso C₁₂₋₁₄, catalizado con el 1,0 % en mol, se carga en las dos hendiduras de distribución (boquillas de abanico anular) en los tubos de reactor concéntricos con camisa internos y externos con una cantidad de 5710,83 kg/h (medidor de flujo másico) con una temperatura de mezcla de 48 °C de forma equivalente entre las paredes del tubo de reacción interno y externo. Por un colector cabezal en la parte superior del reactor se cargan 2297 kg/h de óxido de etileno (= 52,2045 kmol/h) (relación de alcoholato graso C₁₂₋₁₄ con respecto a óxido de etileno = 1 a 3) mediante una bomba a presión. A través del doble tubo de inserción (55 % de la longitud total del reactor = 5,500 m) y por las secciones transversales de espacio anular que se han mencionado anteriormente dentro y fuera del doble tubo insertado se carga óxido de etileno (77,08% = 1770,53 kg/h). La cantidad restante de óxido de etileno, 526,47 kg/h = 22,92%, se carga a través del doble tubo de inserción aprox. 5,500 m por debajo de la parte superior. La conversión proporcional de óxido de etileno en la 1ª parte del reactor (35 % de la longitud del reactor) debe ser del 20 %, el 55 % en la 2ª parte (35 % de la longitud del reactor) y el 25 % en la 3ª (30 % de la longitud del reactor). Después, la mezcla de reacción sale del reactor posterior (cámara anular de aprox. 0,08 m³) a través de una válvula de control de presión (presión ajustada a 50 bar) hasta un ciclón para su desgasificación (gases inertes del óxido de etileno, subproductos formados, por ejemplo dioxano). El gas residual descargado por una bomba de vacío de anillo líquido puede conducirse a combustión o a un depurador. Posteriormente, la refrigeración a aprox. 60 °C tiene lugar mediante un intercambiador de calor en un bucle de reciclaje a un ciclón.

15 **[0107]** Para la neutralización con 22,37 kg/h de ácido láctico al 70 % (peso en mol = 90), la mezcla de reacción se bombea en un mezclador dinámico y pasa a un refrigerador en un bucle (aprox. 10 m³/h). El producto final sal del bucle neutralizador y fluye hasta los depósitos de almacenamiento después de la filtración.

25

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para hacer reaccionar de forma continua óxido de alquileno líquido con una sustancia líquida que comprende un compuesto orgánico con uno o más átomos de hidrógeno activo y un catalizador seleccionado entre hidróxidos de metales alcalinos y alcoholatos de metales alcalinos, en un reactor seleccionado entre

A) un reactor tubular que comprende al menos un tubo de reacción que proporciona un espacio de reacción dentro de dicho tubo, y

B) un reactor de espacio anular que comprende un tubo externo y un tubo interno, insertado longitudinalmente en dicho tubo externo, que forma un espacio de reacción anular que se extiende entre la superficie interna del tubo externo, que forma el límite externo del espacio de reacción, y la superficie externa del tubo interno, que forma el límite interno del espacio de reacción, en el que:

(1) el suministro de óxido de alquileno líquido al reactor se controla por un único controlador de flujo másico, el óxido de alquileno líquido se suministra a dicho reactor (a) o (b) mediante una única tubuladura de entrada que está conectada con una fuente de óxido de alquileno líquido a través de dicho controlador de flujo másico y el óxido de alquileno se divide antes de la entrada en el espacio o hueco de reacción en una primera y una segunda parte,

(2) dicha primera parte de óxido de alquileno entra en el espacio o hueco de reacción de dicho reactor (a) o (b) en una primera ubicación,

(3) la sustancia líquida orgánica se suministra al interior del espacio de reacción de dicho reactor tubular (a) o al interior del espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b) en una segunda ubicación del reactor, situada en o corriente abajo de dicha primera ubicación, y se entremezcla con el óxido de alquileno líquido para formar una mezcla de reacción líquida, que se desplaza corriente abajo hacia el extremo del reactor,

(4) el óxido de alquileno líquido entra en el reactor en dicha primera ubicación y sobre toda el área en sección transversal del espacio o hueco de reacción en dicha ubicación,

(5) dicha segunda parte de óxido de alquileno se separa en dicha primera ubicación y se canaliza de dicha primera ubicación a una tercera ubicación en el espacio o hueco de reacción, por un tubo separado en caso de un reactor tubular (a) o por un doble tubo separado, respectivamente, en caso de un reactor de espacio anular (b), cuyo tubo o doble tubo se inserta en el espacio o hueco de reacción, se extiende desde dicha primera ubicación a dicha tercera ubicación del espacio o hueco de reactor, respectivamente, y tiene un diámetro que es inferior al diámetro interno de dicho tubo de reacción o límite externo de dicho espacio de reacción, dejando así un espacio de reacción entre la superficie externa de dicho tubo o tubo doble, respectivamente, a un lado, y la superficie interior del tubo de reacción o el límite externo del espacio de reacción, respectivamente, al otro lado,

(6) dicha tercera ubicación está localizada corriente abajo de dicha segunda ubicación y tiene una distancia desde dicha segunda ubicación en la dirección de flujo de la carga del reactor,

(7) dicha segunda parte de óxido de alquileno líquido entra en el espacio o hueco de reacción del reactor en dicha tercera ubicación y se entremezcla con dicha mezcla de reacción líquida y reacciona con esta en su camino corriente abajo hacia el extremo del reactor, y

(8) la presión interior del reactor se mantiene a un nivel de presión donde el óxido de alquileno que entra en el reactor no se vaporice,

(9) se usan boquillas de abanico anular para suministrar la sustancia orgánica líquida en el interior del espacio de reacción de dicho reactor tubular (a) o al interior del espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b) y para mezclarlo con el óxido de alquileno,

(10) la mezcla del óxido de alquileno líquido con dicha sustancia líquida se soporta adicionalmente por uno o más elementos de mezcla estáticos situados en dicha segunda ubicación y, opcionalmente, por uno o más elementos de mezcla estáticos adicionales localizados entre dicha segunda ubicación y en dicha tercera ubicación en el espacio o hueco de reacción de reacción y/o la mezcla del óxido de alquileno líquido con dicha mezcla de reacción líquida formada entre dicha segunda y tercera ubicación en el reactor se soporta adicionalmente por uno o más elementos de mezcla estáticos localizados en dicha tercera y/o corriente abajo de dicha tercera ubicación en el espacio o hueco de reacción de reacción,

(11) la temperatura de la mezcla de reacción se controla transportando los medios de atemperado líquidos de la temperatura adecuada a través de dos o más camisas de atemperado separadas, que están consecutivamente en la dirección longitudinal del reactor fijado al tubo o tubos de reacción de dicho reactor tubular (a) o al tubo externo e interno del reactor de espacio anular (b), estando la primera de dichas camisas de atemperado parcial o completamente situada en una ubicación entre dicha segunda y tercera ubicación, estando la segunda situada directamente después de dicha primera camisa de atemperado y parcial o completamente después de dicha tercera ubicación y las camisas de atemperado adicionales opcionales siguiendo consecutivamente después de dicha segunda camisa de atemperado,

- (12) la longitud del tubo de inserción o doble tubo varía del 4 al 90 por ciento de la longitud total del espacio o hueco de reacción,
 (13) el reactor tiene una longitud de 5 a 20 m,
 (14) en el que el doble tubo insertado en el espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b) tiene una sección transversal anular, que forma la entrada de dicho doble tubo para el óxido de alquileno, que se canaliza a través de dicho doble tubo y en el que el área en sección transversal anular del doble tubo insertado en dicha primera ubicación es del 90 al 10 % de la suma de (A) el área en sección transversal del doble tubo insertado en dicha primera ubicación, (B) el área en sección transversal (1), que se extiende desde la superficie externa de dicho doble tubo insertado al límite externo del espacio de reacción, y (C) la sección transversal anular (11), que se extiende desde el límite interno del espacio de reacción a la superficie interna del doble tubo insertado.
- 5
- 10
2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la temperatura de la mezcla de reacción en el reactor se mantiene entre 140 °C-250 °C.
- 15
3. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en el que la mezcla de reacción pasa a través de una zona post-reacción adicional antes de dejar el reactor.
- 20
4. Un proceso de acuerdo con una combinación de todas las características de la reivindicación 1, 2 y 3.
- 25
5. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la cantidad total de óxido de alquileno líquido que reacciona con dicha sustancia líquida se divide así en dicha primera ubicación, donde el 50-95 % del óxido de alquileno entra en el espacio o hueco de reacción en dicha primera ubicación y el equilibrio hasta el 100 % se canaliza a dicha tercera ubicación, entre en el espacio o hueco de reacción en dicha tercera ubicación y reacciona con la mezcla de reacción formada corriente arriba de dicha ubicación.
- 30
6. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el reactor es un reactor tubular (a), en particular un reactor tubular que comprende una pluralidad de tubos de reacción.
- 35
7. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el reactor es un reactor de espacio anular (b).
8. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el tubo doble insertado en el espacio de reacción tiene una longitud del 4-70 % de la longitud del espacio de reacción.
- 40
9. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de la reivindicación 1 a 6, en el que el reactor es un reactor tubular (a) y el tubo o tubos insertados en el tubo o tubos de reacción de dicho reactor tienen una longitud del 10-50 % de la longitud de dicho tubo o tubos de reacción.
- 45
10. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de la reivindicación 1 a 9, en el que la presión interna del reactor es de 20 a 70 bar.
- 50
11. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el óxido de alquileno líquido se calienta previamente a una temperatura de 20°C a 60°C antes de suministrarse al reactor.
- 55
12. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 5 a 11 que comprende una combinación de todas las características de la reivindicación 1, 2 y 3.
- 60
13. Un aparato para hacer reaccionar continuamente óxido de alquileno líquido con una sustancia líquida que comprende un compuesto orgánico con uno o más átomos de hidrógeno activo y un catalizador seleccionado entre hidróxidos de metal alcalino y alcoholatos de metal alcalino, que comprende un reactor seleccionado entre
- (a) un reactor tubular que comprende al menos un tubo de reacción que proporciona un espacio de reacción en el interior de dicho tubo, y
- (b) un reactor de espacio anular que comprende un tubo externo y un tubo interno, insertado longitudinalmente en dicho tubo externo, que forma un espacio de reacción anular que se extiende entre la superficie interna del tubo externo, que forma el límite externo del espacio de reacción, y la superficie externa del tubo interno, que forma el límite interno del espacio de reacción,
- y una fuente de óxido de alquileno líquido que se conecta con una línea para dicho óxido de alquileno a través de un único controlador de flujo másico a una única tubuladura de entrada de dicho reactor tubular (a) o dicho reactor de espacio anular (b) para el óxido de alquileno, en el que dicho reactor comprende
- (1) en el cabezal del reactor una entrada para el óxido de alquileno al espacio de reacción del al menos un tubo de reacción de dicho reactor tubular (a) o el espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b) que se conecta a dicha tubuladura de entrada y se extiende sobre toda el área en sección transversal de dicho espacio o hueco de reacción en una primera ubicación de dicho espacio o hueco de reacción,
- 65

(2) una boquilla de abanico anular para suministrar dicha sustancia líquida al interior del al menos un tubo de reacción del reactor tubular (a) y mezclándolo con óxido de alquileno, que se sitúa en dicho tubo de reacción en una segunda ubicación en o corriente debajo de dicha primera ubicación del espacio de reacción, o

5 dos boquillas de abanico anular para suministrar dicha sustancia líquida al interior del espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b) y mezclándolo con óxido de alquileno, estando una boquilla de abanico anular situada en dicho tubo externo y el otro en dicho tubo interno, que forman los límites del espacio de reacción, en una segunda ubicación en o corriente debajo de dicha primera ubicación del espacio de reacción,

10 (3) un tubo insertado en cada uno de al menos un tubo de reacción en caso de un reactor tubular (a), o un tubo doble insertado en el espacio de reacción en caso de un reactor de espacio anular (b), que se extiende desde dicha primera ubicación en dirección de la salida de dicho reactor para el producto de reacción a una tercera ubicación en el espacio o hueco de reacción que tiene una distancia de dicha primera y segunda ubicación, cuyo tubo o tubo doble canaliza el óxido de alquileno líquido desde dicha primera ubicación a dicha tercera ubicación para dispensarlo en dicha ubicación al espacio o hueco de reacción, en el que dicho tubo o tubo doble tiene un diámetro que es inferior al diámetro interno de dicho tubo de reacción o límite externo de dicho espacio de reacción, dejando así un espacio de reacción entre la superficie externa del tubo o tubo doble, respectivamente, a un lado, y la superficie interna del tubo de reacción o el límite externo del espacio de reacción, respectivamente, al otro lado,

15 (4) uno o más elementos de mezcla estáticos situados en dicha segunda ubicación y, opcionalmente, uno o más elementos de mezcla estáticos adicionales situados entre dicha segunda ubicación y dicha tercera ubicación en el espacio de reacción o el espacio de reacción para soportar la mezcla del óxido de alquileno líquido con dicha sustancia líquida y/o uno o más elementos de mezcla estáticos situados en dicha tercera y/o corriente debajo de dicha tercera ubicación en el espacio de reacción o el espacio de reacción para soportar la mezcla del óxido de alquileno líquido con dicha mezcla de reacción líquida formada entre dicha y tercera ubicación en el reactor,

20 (5) dos o más camisas de atemperado separadas, que están consecutivamente en dirección longitudinal del reactor ajustado al tubo o tubos de reacción de dicho reactor tubular (a) o al tubo externo e tubo interno del reactor de espacio anular (b), estando la primera de dichas camisas de atemperado parcial o completamente situada en una posición entre dicha segunda y tercera ubicación, estando la segunda situada directamente después de dicha primera camisa de atemperado y parcial o completamente después de dicha tercera ubicación y las camisas de atemperado adicionales siguientes de forma consecutiva después de dicha segunda camisa de atemperado, y

25 (6) una salida para el producto de reacción en una ubicación en el espacio o hueco de reacción que está corriente debajo de todas las demás ubicaciones,

30 (7) la longitud de los tubos de inserción o tubos dobles varía del 4 al 90 por ciento de la longitud total del espacio o hueco de reacción

35 (8) el reactor tiene una longitud de 5 a 20 m, en el que

40 (9) el tubo doble insertado en el espacio de reacción de dicho reactor de espacio anular (b) tiene una sección transversal anular, que forma la entrada de dicho tubo doble para el óxido de alquileno, que se canaliza a través de dicho tubo doble, y en el que el área en sección transversal anular en dicha primera ubicación es del 90 al 10 % de la suma de (A) el área en sección transversal del tubo doble insertado en dicha primera ubicación, (B) el área en sección transversal anular (T), que se extiende desde la superficie externa de dicho tubo doble insertado al límite externo del espacio de reacción, y (C) la sección transversal anular (II), que se extiende desde el límite interno del espacio de reacción a la superficie interna del tubo doble insertado.

50 **14.** Un aparato de acuerdo con la reivindicación 13, que comprende tres camisas de atemperado separadas.

55 **15.** Un aparato de acuerdo con la reivindicación 14, en el que dicho reactor tubular (a) o dicho reactor de espacio anular (b) comprenden un espacio de post-reacción adicional situado entre los tubos de reacción y la salida para el producto de reacción en caso de un reactor tubular o, en caso de un reactor de espacio anular (b), en una zona del reactor tras el espacio de reacción principal entre la entrada para la materia prima catalizada líquida y el extremo de la última de dichas camisas de atemperado montadas en el reactor en dirección a la salida del reactor.

60 **16.** Un aparato de acuerdo con la reivindicación 15, que comprende un reactor de espacio anular (b) que comprende un espacio de post-reacción adicional en el que la anchura interna del espacio anular es mayor que la anchura interna del espacio de reacción principal.

65 **17.** Un aparato de acuerdo con una cualquiera de la reivindicación 13 a 16, en el que el área en sección transversal del tubo individual o tubo doble es del 50 al 5 % de la suma de dicho área en sección de transversal y el área en sección transversal del espacio o hueco de reacción en la primera ubicación.

18. Un aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 13 a 16, en el que el tubo doble insertado en el espacio de reacción tiene una longitud del 4-70 % de la longitud del espacio de reacción.
- 5 19. Un aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 13 a 17, en el que el reactor es un reactor tubular (a).
20. Un aparato de acuerdo con la reivindicación 19, en el que uno o varios tubos insertado en uno o varios tubos de reacción del reactor tienen una longitud del 10 al 50 % de la longitud dicho uno o varios tubos de reacción.
- 10 21. Un aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 13 a 20, que comprende un reactor que tiene una longitud total de 5 a 15 metros.
- 15 22. Un aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 13 a 21, en el que dicha tubuladura de entrada única para el óxido de alquileo del reactor tubular (a) o del reactor de espacio anular (b) se conecta a una fuente de óxido de etileno líquido, una fuente de óxido de propileno líquido o una fuente de una mezcla de óxido etileno líquido y de óxido de propileno líquido.

Fig. 1A

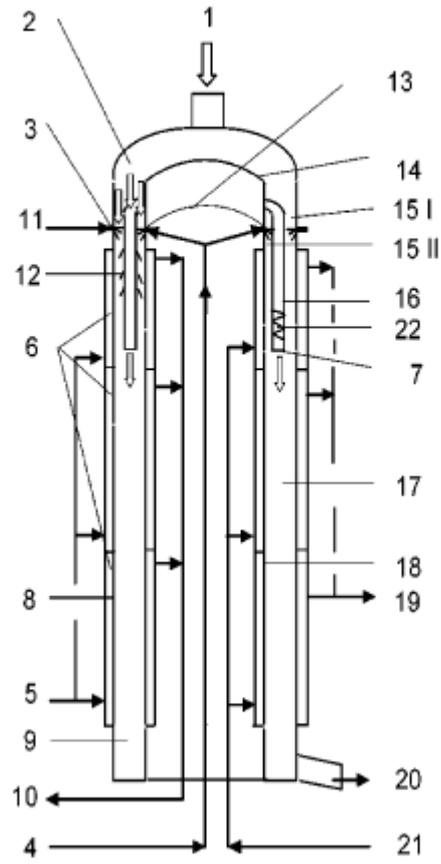


Fig. 1B

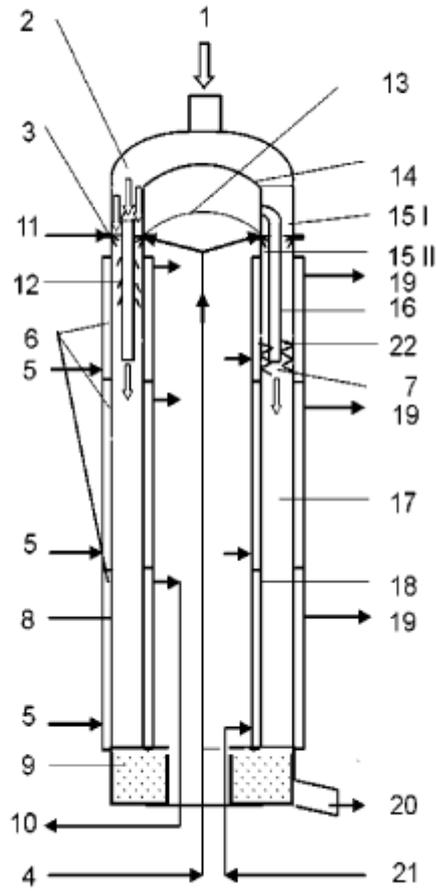


Fig. 2

Top view

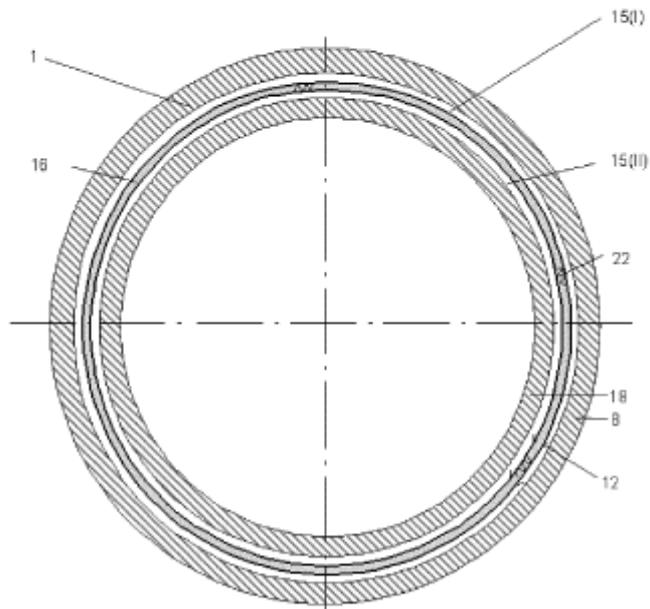


Fig. 3

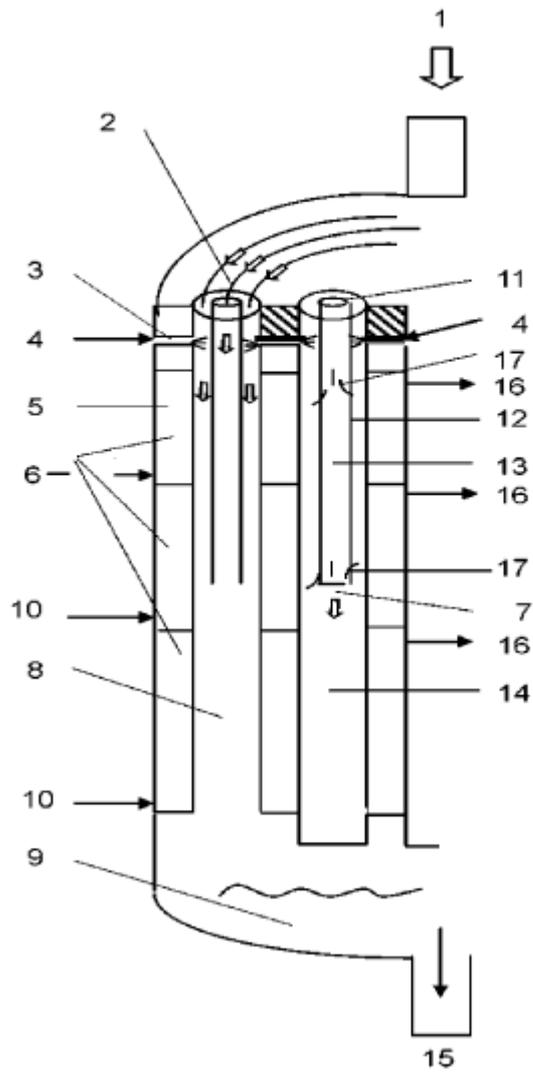


Fig. 4

Top view

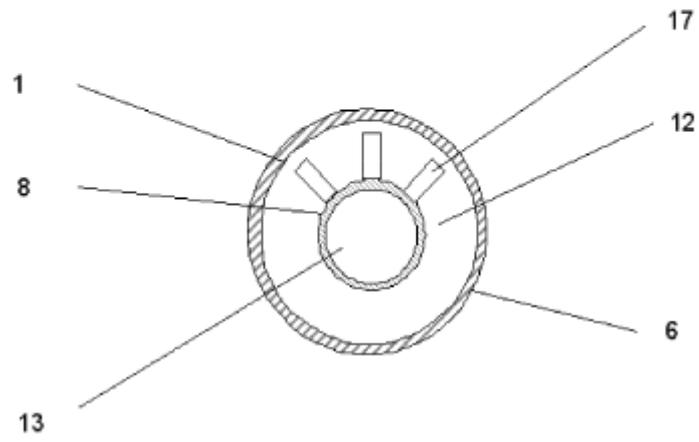


Fig. 5

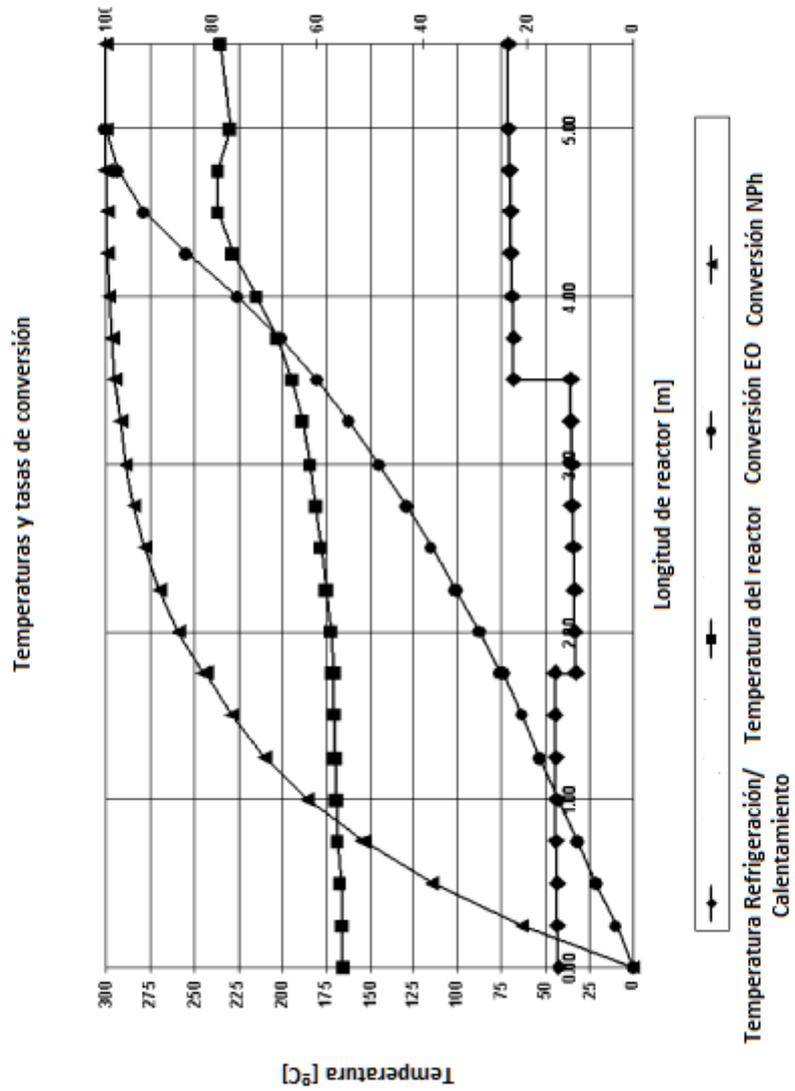


Fig. 6

