

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 568 303**

21 Número de solicitud: 201431575

51 Int. Cl.:

B01J 19/24 (2006.01)

B01L 99/00 (2010.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación:

28.10.2014

43 Fecha de publicación de la solicitud:

28.04.2016

Fecha de la concesión:

08.02.2017

45 Fecha de publicación de la concesión:

15.02.2017

73 Titular/es:

**UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA
(100.0%)**

**Jordi Girona, 31
08034 Barcelona (Barcelona) ES**

72 Inventor/es:

**BOU SERRA, Jorge y
ALDEA ROSELLO, Sergi**

54 Título: **Dispositivo para el desarrollo de reacciones químicas simultáneas en paralelo con control de temperatura independiente y control de presión global**

57 Resumen:

El objetivo del solicitante es el diseño de la invención que aporte una alternativa a los procesos que requieran realizar reacciones químicas a pequeña escala, para reacciones únicas o aportando la posibilidad de realizar reacciones en paralelo simultáneamente, con la posibilidad de controlar independientemente la temperatura de cada reacción, con la posibilidad de controlar la presión del global del medio reactivo, con la posibilidad de controlar la presión de vacío del medio reactivo, con la posibilidad de realizar las reacciones a distintas presiones, con la posibilidad de controlar la posible entrada de gases deseados al medio reactivo y de realizar las reacciones en atmósferas de composición variable, y con la posibilidad de controlar el tiempo de funcionamiento de todos los elementos, e introducir los elementos necesarios para que dichas funciones se realicen correctamente y de forma segura.

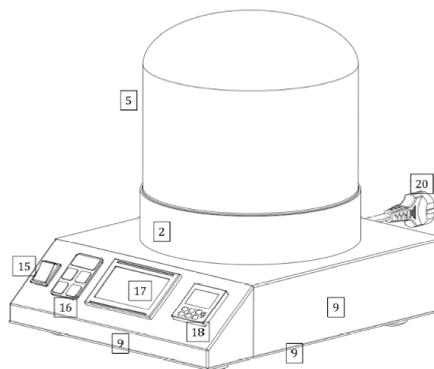


Figura 1

ES 2 568 303 B1

Dispositivo para el desarrollo de reacciones químicas simultáneas en paralelo con control de temperatura independiente y control de presión global

5 **Descripción**

Ámbito de la invención

La invención se refiere a los equipos de soporte de reacciones químicas de cualquier tipo, cuyas características sean aptas para resistir los esfuerzos que dichas reacciones
10 produzcan. En particular se trata de un reactor de soporte indirecto de la mezcla reactiva capaz de aportar al medio las características deseadas para el transcurso de la reacción. En la presente solicitud se hace referencia a los elementos, materiales, estructuras, diseño y fundamentos que configuran el equipo base de la invención.

15 Más específicamente se trata de una invención dirigida directamente al campo de la investigación y desarrollo, cuya función es optimizar experimentaciones y procesos tanto económicamente como temporalmente. La invención en si se refiere al producto final capaz de aportar dichas funciones, el cual constará de distintas partes con finalidades distintas. Una parte creadora del medio reactivo, un ensamblaje estructural
20 capaz de soportar dicho medio, una estructura que soporte el ensamblaje anterior y un conjunto de elementos integrados capaces de controlar el medio reactivo, la seguridad del equipo, la alimentación de éste y su estabilidad.

Estado de la técnica

25 La industria química generalmente, comprendiendo cualquier ciencia que pueda desarrollar reacciones químicas, requiere actualmente de trabajos a escala reducida para investigar, desarrollar e incluso producir a pequeña o micro escala. Como consecuencia se dispone de gran variedad de equipos que permiten tratar procesos
30 químicos a dicha escala reducida y optimizando en tiempo de desarrollo y en inversión económica para el I+D, aportando incluso la opción de trabajar con productos que solamente pueden ser tratados a pequeña escala, por su alto costo o por la dificultad de manipulación y tratamiento.

35 En el caso de los reactores químicos, herramientas capaces de soportar el desarrollo de reacciones químicas en unas condiciones determinadas, éstos se configuran

tecnológicamente para aportar las condiciones al medio reaccionante, controlarlas y mantenerlas. El control de temperatura, el control de presión y la agitación, son las principales funciones que aporta un reactor, logrando así las condiciones deseadas del medio reactivo. Existen una gran variedad de funciones accesorias a implementar a un reactor en función del proceso que en su interior se realice.

En el campo de las reacciones a pequeña escala, las funciones anteriores son las más imprescindibles y debido a las reducidas dimensiones, muchas veces de las pocas que se pueden implementar. Tan importante es también la capacidad de trabajo simultaneo para optimizar el tiempo de trabajo, y es entonces cuando se valora la posibilidad de desarrollar diferentes reacciones simultaneas. De la misma manera, se valora también la posibilidad de trabajar dichas reacciones en condiciones diferentes simultáneamente, ya que tan importante puede ser la variedad de los componentes reaccionantes como la variedad de condiciones del medio reactivo.

Las estaciones para reacciones simultaneas independientes aportan las posibilidad de optimizar procesos anteriormente mencionados, por lo que muchas invenciones han sido ya patentadas. Las más específicas son capaces de disponer diferentes reacciones con control independiente de temperatura, algún método de agitación e incluso métodos creación y resistencia de presión.

Como se describe en la patente US20110116976, US20100056394 y US20120070883

Para reacciones de tipo destilación reactiva o reacciones con necesidad de aspiración de producto para su avance, un sistema diferente a los que se conocen actualmente es necesario, tratando equipos para trabajos a pequeña escala. Este conflicto es por el que el solicitante ha buscado la manera de configurar un equipo que proporcione dichas condiciones de trabajo, aportando un sistema de aspiración y condensación de productos, y un sistema de regulación de temperatura independiente para cada reacción simultanea, tratando siempre un formato de equipo apto para ser usado en laboratorios y zonas de investigación y desarrollo, manteniendo entonces unas dimensiones aptas para la manipulación de éste y la posible alimentación con recursos domésticos.

35

SISTEMAS EXISTENTES

Básicamente podemos diferenciar los minireactores según si pueden trabajar a presión o no, si disponen de control de temperatura. Por otro lado, también hay que
5 diferenciar entre minireactores individuales o minireactores en formato multireactor, capaces de llevar a cabo diferentes reacciones químicas simultáneamente.

Trataremos los diferentes tipos de reactores según las características citadas anteriormente por separado puesto que existen múltiples combinaciones de estas y no tienen porque corresponder unas con otras.

10

Los métodos de control de temperatura para minireactores son usualmente mantas calefactoras o resistencias. En reactores de dimensiones ligeramente superiores ya es posible disponer de camisas, aunque normalmente estas se utilizan como sistemas de refrigeración. Esto es debido a la dificultad y la poca eficacia de calentar un líquido calefactor y a que es más fácil y factible aplicar el calor de manera más directo.
15

Los reactores que puedan trabajar a presión tienen que estar homologados por este fin y normalmente la presión es aportada por la propia reacción. La posibilidad de aumentar la presión externamente mediante otros gases no se da generalmente en
20 multireactores pero si en reactores individuales aptos para diferentes procesos, aunque las dimensiones de estos quizás los excluirían de nuestra definición de minireactor.

Existen algunos minireactores que permiten realizar reacciones bajo el control de alguno de las características anteriores (EP1580261B1) pero no se conoce ninguno que permita realizar procesos regulando la temperatura y la presión.
25

Verificación de fundamentos

Fundamentos teóricos

30

En el ámbito de las reacciones químicas, se tiene que varios factores son los responsables de regular el avance de estas obteniendo así una cantidad determinada de producto y de reactivo no reaccionado. La energía de activación, la temperatura, el estado de los componentes y el equilibrio son factores básicos para dicho avance. Es
35 necesario dotar al sistema reactivo de las características adecuadas para que la reacción se dé del modo adecuado para obtener los productos en la conversión y cantidad que se requiere y de forma óptima.

En las reacciones de polimerización tipo policondensación o destilación reactiva, es necesaria la extracción de producto para desplazar el equilibrio y así no caer en productos de poca conversión, no aptos para la mayoría de usos para los que se producen. Este hecho se demuestra por la ley de Le Chatelier, que postula que los sistemas tienden al equilibrio y por lo que dentro de un sistema en equilibrio en base a concentraciones, la retirada de uno de los productos propicia el avance o retroceso de la reacción para equilibrar dicho sistema. En casos en que alguno de los productos se desprende en forma gaseosa, éste puede ser extraído mediante succión, producida por vacío en el sistema.

Por otro lado, la temperatura es un factor muy importante en el medio en que se dan las reacciones químicas, aportando la energía necesaria para que estas se den, y aportando la energía necesaria para que estas avancen en situaciones más críticas.

15

Métodos de verificación y resultados

PROGRAMA TEÓRICO: Gracias al adecuado funcionamiento de un programa que simula el proceso de reacción de policondensación, con o sin extracción de producto, somos capaces de extraer los datos resultantes de éste proceso y representarlos gráficamente para seguir el desarrollo.

Para poder hacer una comparación de los resultados en función de las condiciones de trabajo y observar qué de estas condiciones son las óptimas para el proceso, se valorarán primero los resultados en función de la temperatura y más adelante en función de la presión, ya con una temperatura fijada como óptima o real de procesos de estas características.

Así pues, podemos observar en los gráficos 1 y 2 la evolución de un proceso de policondensación, la poliesterificación en concreto, primero en función de la temperatura y posteriormente en función de la presión de vacío (velocidad de aspiración) con una temperatura fijada. Las variaciones de concentración de cada producto se pueden expresar gráficamente en unidades de molaridad, en función del tiempo en unidades de segundo. Hay que notar que tanto los reactivos A y B, como los productos C y D, pueden quedar solapados sobre la misma línea de evolución debido a que se trabaja con concentraciones iguales para una reacción equimolar.

35

De los resultados anteriores visibles en los gráficos 1 y 2, se concluye que con velocidades de extracción de agua de la orden de 10-05 moles/segundo, es decir, 0,2 miligramos/segundo aproximadamente, trabajando en vacío, se llega a conversiones superiores al 99% en 6 horas. Con velocidades de extracción de agua más bajas o casi nulas los tiempos de reacción aumentan y se llega al equilibrio con conversiones mucho menores y no deseadas.

Descripción de la invención

Objetivo

10

El objetivo del solicitante es el diseño de la invención que aporte una alternativa a los procesos que requieran realizar reacciones químicas a pequeña escala, para reacciones únicas o aportando la posibilidad de realizar reacciones en paralelo simultáneamente, con la posibilidad de controlar independientemente la temperatura de cada reacción, con la posibilidad de controlar la presión del global del medio reactivo, con la posibilidad de controlar la presión de vacío del medio reactivo, con la posibilidad de realizar las reacciones a distintas presiones, con la posibilidad de controlar la posible entrada de gases deseados al medio reactivo y de realizar las reacciones en atmósferas de composición variable, y con la posibilidad de controlar el tiempo de funcionamiento de todos los elementos, e introducir los elementos necesarios para que dichas funciones se realicen correctamente y de forma segura.

15
20

Diseño de funcionamiento

25 Los elementos implementados aportaran al equipo en cuestión unas funciones características que deberán trabajar del modo para el que el equipo ha sido ideado.

Varias resistencias de forma helicoidal , tubular, en formato envolvente o de bloque, con o sin algún elemento disipador, se disponen de manera adecuada para calentar exteriormente las diferentes reacciones químicas que suceden paralelamente en recipientes separados tipo tubo de ensayo o vasija de tamaño reducido. El control de la temperatura de las resistencias se aplica de forma independiente en cada una para que de este modo, cada reacción química pueda ser realizada en condiciones de temperatura diferentes o deseadas.

30
35

Un soporte dotado de inserciones se diseña para albergar cada una de las resistencias con el correspondiente recipiente. Dicho soporte se cerrará

herméticamente mediante una cúpula la cual mantendrá en su interior un medio global uniforme para toda reacción química en cada recipiente.

5 La presión podrá ser controlada mediante uno o varios orificios en el soporte mencionado que relacionará el medio reactivo con el sistema de control de presión.

El sistema de control de presión constará de una válvula capaz de dirigir flujos de gases y unida a una bomba de vacío, una toma de gas deseado, y la base del regulador de señales y toma de decisiones.

10

Asimismo, para mantener todo el ensamblaje se dispone una estructura capaz de soportar los elementos de control, el soporte y cúpula creadores del medio reactivo y donde se dispondrá la interface para relacionar el control del equipo con el usuario.

15 En dicha estructura se disponen además el sistema de alimentación y el sistema de refrigeración interior del equipo para que este trabaje de manera óptima y segura, tanto para el usuario como para la vida del propio equipo.

20 Además, se requiere de un sistema de control capaz de analizar los señales obtenidos mediante sensores del medio (temperatura y presión), para tomar decisiones y activar o no los sistemas actuadores para regular dichas magnitudes en función de lo establecido por el usuario a través de una interface usuario-equipo.

Configuración de componentes (referencias a planos en figuras)

25 REACTOR

El reactor es la parte del equipo donde se lleva a cabo la reacción y el cual dispone de un propio ambiente acondicionado para este fin, disfrutando así de los parámetros a tener en cuenta determinados, la temperatura y la presión.

30 La reacción en si se da dentro de tubos de ensayo intercambiables en cada operación u otro tipo de vasijas, el cual se somete a este medio característico que aporta el equipo. (1)

El soporte está dotado de inserciones donde colocar cada tubo de ensayo y estas, a la vez, disponen de un sistema de calefacción aislada para cada una. Se dispone de rebabas levantadas (8) para evitar derramamientos de producto al exterior o hacia el conducto de aspiración central. También se puede ver a su perímetro la inserción donde disponer la junta tórica y guía para el cierre con la cúpula. El número de

ES 2 568 303 B1

inserciones puede variar desde una (25) hasta 50 (26), modificando el espacio de las inserciones y la magnitud del soporte. (2)

5 Los calefactores en sí son resistencias helicoidales o de formato similar dispuestas dentro de una camisa de latón o similar, o no, que actúa como disipador de calor. (3) La potencia de estas resistencias para conseguir las temperaturas deseadas y con el tiempo de arranque deseado será de 300W recomendablemente. Los diámetros internos pueden variar para adaptarse a tubos de ensayo de diferentes dimensiones u otras vasijas, y gracias a un sistema específico de conexión, estos pueden ser
10 intercambiados para satisfacer las necesidades del usuario. (24)

Para no contaminar el sistema con el calor de cada calefactor, estos se disponen dentro de aislantes cerámicos que actuarán entre el apoyo y el calefactor. Así mismo aportarán también la función de adaptación de las diferentes dimensiones de
15 calefactores dentro de un mismo apoyo. (4)

Una cúpula transparente de material resistente al calor permitirá dotar el sistema de la estanquidad requerida sin anular el contacto visual entre el usuario y el contenido interno. Esta será capaz de soportar la diferencia de presiones entre el interior y el
20 exterior debido a su material, la forma y el grueso de pared. Su tamaño será acorde a las dimensiones del soporte según el número de inserciones. Su grosor será más del doble del calculado para soportar las diferencias de presión entre el exterior y el interior. (5)

25 Una junta tórica será necesaria para asegurar la perfecta adaptación de esta cúpula sobre el apoyo. (6)

Ahora bien, para dotar de subpresión el reactor será necesaria una o varias salidas de gases, que será controlada y accionada por otros elementos en la base y al exterior.
30 La posición de la o las salidas de gases será central, lateral o en cualquier posición del soporte que no interfiera el resto de los componentes. (7)

BASE Y COMPLEMENTOS (CARCASA)

Esta parte consta de la estructura que sujeta el reactor y que alberga los
35 complementos necesarios para interconectar éste con los elementos de trabajo de los cuales depende. En un primer término la base consta de la carcasa y pieza estructural del equipo, que mantendrá a lugar el reactor y en el interior de la cual se dispondrán

otros elementos. (9) En la parte inferior se disponen las patas y soportes adherentes antideslizantes. (22)

- 5 Para aislar el soporte y la estructura del equipo, se dispone de una pieza cerámica con las inserciones adecuadas para tener las conexiones y aperturas que se requieren. (10)

10 Los sistemas de conexión para las resistencias calefactoras se encuentran integrados en este elemento, la conexión hembra de las resistencias, de donde se redirigen hacia el sistema de control de temperatura. (11) La forma de este componente debe mantener el formato interior de conexión con el conector macho procedente de la resistencia, el cual puede variar pero siempre manteniendo la relación con la parte hembra de la conexión. La forma exterior puede adoptar formas cúbicas, tetragonales, 15 prismáticas, cilíndricas entre otras. De dicho componente saldrán los terminales capaces de aportar la energía al componente.

También se lleva a cabo aquí, la unión del conducto de aspiración con el propio sistema de regulación de vacío mediante un conector macho normalizado o espiga 20 (12). En la parte exterior posterior se disponen también las espigas para entrada de gas deseado a la válvula de tres vías y para extracción de gas por vacío. (23) Las uniones de espigas a otros elementos se realizan mediante tubos, tuberías u otros conductos.

25 También se encuentra en esta parte la apertura con filtro para el sistema de refrigeración (13) y la conexión y soporte del sistema de alimentación. (14)

SISTEMAS DE CONTROL Y INTERFACE

30

Los sistemas de control de los que requiere el proceso son el de temperatura y presión, aparte de integrar un control temporal y los propios sistemas de control en la alimentación y la refrigeración.

35 Estos sistemas tienen que ser controlados y manipulados por un usuario, que gracias a una interfaz sencilla e intuitiva, será capaz de llevar a cabo las tareas en cuestión. Se pueden encontrar el botón de encendido (15), botones de control (16), pantalla de control (17) y el temporizador con controles independientes o no, capaz de desactivar

los otros sistemas en función de la necesidad de la operación previamente establecida. (18)

5 Para empezar, el sistema de control de temperatura actuará sobre esta magnitud mediante un regulador que comparará la señal obtenida por un sensor de temperatura en el medio objetivo con la señal de consigna establecida por el usuario. Es entonces cuando un relé es activado o desactivado para regular la potencia entrante a la resistencia eléctrica y así obtener el margen entre señales establecido como permisible. El regulador mencionado puede ser un microprocesador o un regulador
10 en sí.

En cuanto a la presión, el sistema de control consta de una electroválvula de tres vías, una válvula de dos vías u otro elemento capaz de regular el flujo de aire o gas, (21) capaz de regular el caudal de aspiración entre dos vías, o dar la posibilidad de entrada de un gas inerte por una vía restante. El control se llevará a cabo de igual manera que
15 en el caso de la temperatura, comparando la señal de un sensor con la consigna establecida y accionando la válvula o no para conseguir la presión deseada.

SISTEMA DE REFRIGERACIÓN DE LA BASE

Debido a la necesidad de mantener todos los elementos integrados dentro de la base a una temperatura idónea para su funcionamiento e integridad, es necesario dotar el
20 equipo de un sistema de refrigeración. Éste será activado en función de la orden establecida por el controlador, dada por la variación de márgenes entre la señal del sensor de temperatura y la señal de consigna establecida como límite para los componentes.

25 Por lo tanto, este sistema estará formado por un ventilador generador de la refrigeración por aire, un motor accionador de éste, el sistema de control y la protección y filtro a la apertura de la base al exterior. (19)

SISTEMA DE ALIMENTACIÓN

30 Una red eléctrica doméstica será suficiente para abastecer al equipo en cuestión de la energía necesaria para funcionar, pero debido a las características de los elementos integrados, será necesario un transformador para adecuar las características de la corriente eléctrica.

Posteriormente, este sistema será conectado a los elementos del equipo de que
35 dependan mediante relés, que controlarán el acceso a la energía eléctrica en función de las órdenes recibidas de cada sistema de control. (20)

Valoraciones de diseño básicos. Diseño estructural (referencias a planos en figuras)

- 5 La estructura del equipo puede ser variable siempre que no anule la función de éste. La finalidad de la parte del reactor es aportar un medio adecuado para reacciones con extracción de producto (destilación reactiva), por lo que otras conformaciones podrían resultar efectivas. Soporte en forma de cuadrado, rectangular entre todas las formas posibles, con las respectivas modificaciones en consecuencia sobre la cúpula.
- 10 Además se da la opción de trabajar aportando un medio gaseoso deseado debido a la función de la válvula de tres vías, siendo posible también la instalación de una válvula simple de dos vías sin ofrecer dicha posibilidad.
- En el caso de las resistencias calefactoras, se dispone de múltiples alternativas capaces de ofrecer tal función. En cuanto a las resistencias eléctricas, se dispone de
- 15 ellas en forma helicoidal , tubular, en formato envolvente o de bloque, con o sin algún elemento disipador, que pueden ser utilizadas a criterio de la producción. Alternativamente, la aportación de energía puede darse en formato hidráulico, con intercambio de calor a través de un fluido al medio sólido de la vasija donde se produce la reacción, e incluso en formato de radiación.
- 20 Los sistemas aislantes pueden adoptar diferentes conformaciones, pero su finalidad será siempre la de separar medios a diferentes temperaturas. En este equipo es de vital importancia la separación de las resistencias del soporte, la separación del soporte que puede estar contaminado por calor de las resistencias con el elemento estructural de la carcasa y de los elementos eléctricos y de control, de tal manera que
- 25 no se ponga en peligro a los componentes del equipo ni al funcionamiento de éste. Los sistemas de control constaran siempre de sensores que aportaran una información a un regulador o microprocesador; éste valorará la diferencia de señal establecida entre dicha señal aportada por el sensor y una señal consignada por el usuario u otro elemento, y entonces se activará el componente capaz de modificar
- 30 dichas magnitudes, ya sea cada una de las resistencias calefactoras o el elemento similar, la válvula reguladora de presión o elemento similar, hasta que la diferencia entre señales quede dentro del rango establecido por el usuario u otro elemento. La tarea de comparación de señales la realizará un microprocesador en señal digital u otro tipo de regulador que estará configurado anteriormente o in situ en base a
- 35 criterios subjetivos o valoraciones de proceso, pudiendo adoptar la programación de estos elementos varios códigos diferentes y distintas configuraciones que aporten distintos modos de trabajo y distintas maneras de proceder en toma de decisiones.

El sistema de alimentación podrá adoptar diferentes configuraciones ya existentes en el mercado pero siempre deberá transformar la energía adecuándola a la potencia de funcionamiento de los elementos integrados en el equipo, asegurando así la funcionalidad de éstos, la seguridad y la vida de éstos.

- 5 El sistema de refrigeración debe aportar al sistema la temperatura adecuada de trabajo para los elementos integrados en la carcasa, en su mayoría elementos de control. Perdidas de calor del sistema reactivo pueden contaminar este habitáculo con consecuentes daños o fallas de funcionamiento en los elementos. Así pues, la refrigeración es controlada mediante un sensor de temperatura en un punto clave del interior del habitáculo, que transmite la señal a un regulador, como en el caso de los otros sistemas de control de temperatura de resistencias calefactoras, que compara la señal obtenida con la consignada por el usuario u otro elemento y activa la actuación de un ventilador actuado por un motor para reducir la temperatura mediante refrigeración por aire hasta el punto que la diferencia de señales sea aceptada por el sistema de regulación, ya sea microporcesador, regulador u otro elemento.

La carcasa debe aportar la función de sujeción y reposo de los elementos integrantes, ya sea en su exterior o interior. Debe disponer de las aperturas adecuadas para configurar los elementos y disponer de la formas adecuadas para insertar las piezas anexas. Por otro lado, su forma puede variar mientras no se afecte a la funcionalidad de los elementos, a la perfecta sujeción de componentes y a la estructura lógica de diseño.

Elección de materiales

25 A continuación se muestran los materiales seleccionados para cumplir con garantías las funciones para los que los componentes son diseñados. Es posible el uso de materiales similares si estos aportan las mismas garantías para realizar las tareas.

	Componentes	Material
Reactor	Tubo de ensayo	Vidrio Pyrex
	Soporte	Acero Inoxidable
	Resistencias	Níquel-Cromo-Cobre
	Aislantes de resistencias cerámicos	Cerámica técnica
	Cúpula	Vidrio Pyrex
	Junta Tórica	EPDM

Base	Carcasa Superior	Aluminio
	Carcasa Inferior	Aluminio
	Carcasa Frontal	Aluminio
	Soportes de patas	Caucho
	Tornillería	Acero
	Aislante inferior cerámico	Cerámica técnica
	Espigas de conexión neumático	Acero
	Racor neumático	Plástico
	Tubos	PVC/Poliuretano
	Cableado	Cobre Y PVC

Referencias numéricas y descripción de las figuras

Figura 1: Vista general del dispositivo

5 Figura 2: Dispositivo en vista de perfil con transparencias

Figura 3: Conformación del soporte con una inserción y salida de aspiración

Figura 4: Conformación del soporte con múltiples inserciones y salidas de aspiración

Figura 5: Ensamblaje del soporte, la cúpula y elementos intrínsecos

10

1- Tubo de ensayo o vasija

2- Soporte

3- Resistencia

4- Aislante

15

5- Cúpula

6- Junta

7- Salida de gases

8- Rebaba

9- Carcasas

20

10- Aislante interior

11- Conexión hembra de la resistencia

12- Espiga neumática interior

13- Filtro de la refrigeración

14- Conexión hembra de la alimentación

25

15- Botón de encendido

16- Botones de control

17- Pantalla de control

- 18- Temporizador con control independiente o no
- 19- Ventilador
- 20- Conexión macho de la alimentación
- 21- Válvula de control de presión
- 5 22- Patas y topes adherentes y antideslizantes
- 23- Espigas neumáticas exteriores
- 24- Conexión macho de las resistencias
- 25- Una sola inserción
- 26- Múltiples inserciones

10

Gráfico 1: Resultados del programa teórico de la evolución de la concentración de los componentes de la reacción (mol/dm³) {ordenadas} en función del tiempo (s) {abscisas} a una temperatura de 300 °C y sin extracción de agua ($v_e = 0$ mol/s).

15

Gráfico 2: Resultados del programa teórico de la evolución de la concentración de los componentes de la reacción (mol/dm³) {ordenadas} en función del tiempo (s) {abscisas} a una temperatura de 150 °C y una velocidad de extracción $v_e = 10 \cdot 10^{-5}$ mol/s de agua.

20

Gráfico 3: Señales obtenidas del análisis por GPC de las muestras de los productos de reacción. (Producto con extracción de agua-línea continua vs Producto sin extracción de agua-línea discontinua) (Abscisas: Tiempo de salida (min), Ordenadas: Intensidad de señal (Relativo al calibrado))

25

EXPERIMENTACIÓN

30 Para verificar la funcionalidad del equipo ideado y corroborar que, tal y cómo se observa teóricamente, al retirar el producto agua de la reacción de poliesterificación, ésta avanza y llega a obtener los grados de polimerización deseados, se ha realizado un proceso experimental.

35 La experimentación que se ha llevado a cabo consta de realizar paralelamente un conjunto de reacciones de poliesterificación con o sin extracción de agua, a la misma temperatura de 150°C. Los reactivos que se han utilizado son el ácido succínico como ácido dicarboxílico y el 1,4-butanodiol como alcohol bifuncional.

En ambos casos se han dispuesto 4 tubos de ensayo por reactor con las mezclas de reactivos ya realizadas sobre un soporte previamente calentado y que mantiene una temperatura de 150°C. En el caso del reactor con extracción de producto, se ha introducido el mismo montaje dentro de un secador de vidrio el cual se ha preparado para aplicarle el vacío.

Una vez se han llevado a cabo las reacciones, los productos se analizan con un aparato de cromatografía GPC y del cual se pueden extraer los pesos moleculares de los diferentes componentes producidos según el calibrado del mismo aparato.

10 En el gráfico 3 se muestran superpuestos los resultados de dos productos que han reaccionado en diferentes reactores, el uno con extracción de agua y el otro sin.

Los resultados visibles en dicho gráfico 3 muestran el tiempo de salida de las diferentes moléculas de los productos en el eje de abscisas y la intensidad de señal obtenida en el eje de ordenadas. Por lo tanto, las moléculas que hay que valorar en nuestro caso, las de alto peso molecular, son las primeras al aparecer debido a que sus dimensiones no permiten la retención a la columna de separación.

Observamos que en el caso de los productos de reacción con extracción de agua (línea continua) existe un pico diferenciado entre los minutos 5 y 7, mientras que en los productos de reacción sin extracción de agua (línea discontinua) los picos quedan superpuestos. Por lo tanto, podemos concluir de esta observación que en el primer caso se han formado moléculas de mayor peso molecular, la conversión ha sido mayor.

REIVINDICACIONES

- 5
- 1) Un dispositivo para el desarrollo de reacciones químicas simultáneas en paralelo con control de temperatura independiente y control de presión global que comprende un cuerpo capaz de aportar el medio de reacción constituido por un soporte (2) y una cúpula (5), y una carcasa (9) que soporta el cuerpo anterior y alberga los componentes del dispositivo y la interfaz.
- 10
- 2) El dispositivo según la reivindicación 1), caracterizado porque el soporte dispone de una (25) a cincuenta (26) inserciones donde colocar las vasijas o tubos de ensayo, donde se insertarán los elementos calefactores y los aislantes, además dicho soporte dispone de conductos de comunicación para salida de gases que pueden ser situados en el centro o en cualquier de las partes del elemento de tal manera que comuniquen la parte superior con la inferior, además dicho soporte dispone de rebabas en sus bordes con la
- 15
- 3) El dispositivo según la reivindicación 1), caracterizado porque la cúpula tiene una forma tal que le permita ser insertada encima del soporte y guiada por las rebabas aportando así estanqueidad al sistema interior conseguido por la unión de estos dos elementos siendo el grosor de este elemento entre 1 milímetro y 5
- 20
- 4) El dispositivo según la reivindicación 1) , caracterizado porque dispone de una junta intermedia en contacto entre el soporte y la cúpula.
- 5) El dispositivo según la reivindicación 2) , caracterizado por disponer de elementos calefactores capaces de ser insertados en las inserciones que pueden ser resistencias de forma helicoidal , tubular, en formato envolvente o
- 25
- de bloque, con o sin algún elemento disipador, dichos calefactores también pueden ser de camisa hidráulica o radiación, siendo en cualquiera de los casos el número de calefactores a implementar igual o menor al número de inserciones en el soporte .
- 30
- 6) El soporte según la reivindicación 2), se constituye también por un elemento aislante entre el elemento calefactor (3) y el soporte (2).
- 7) El dispositivo según la reivindicación 1), caracterizado porque el soporte (2) y la cúpula (5) quedan aisladas térmicamente mediante un elemento aislante (4) del resto del dispositivo.
- 35
- 8) El dispositivo según la reivindicación 1), caracterizado porque la carcasa consta de un conjunto de elementos estructurales capaces de realizar la

función de habitáculo para elementos del dispositivo y con el objetivo además de soportar físicamente el sistema reactivo formado por el soporte y cúpula y sus elementos de todas las reivindicaciones anteriores.

- 5
- 9) El dispositivo según la reivindicación 8), caracterizado porque la carcasa dispone de un sistema de conexiones hembra en relación a la conexión macho de las resistencias calefactoras, la distribución de éstas se da de manera que con la posible variación de soportes con diferentes inserciones dentro de una relación de dimensiones con todos los elementos, estas puedan seguir realizando su función y abastecer de energía a los elementos relacionados como los calefactores.
- 10
- 10) El dispositivo según la reivindicación 9), caracterizado por disponer de un sistema de refrigeración.
- 11) El dispositivo según reivindicación 10), caracterizado por disponer de un sistema de alimentación de energía con transformador de potencia e intensidad.
- 15
- 12) El dispositivo según la reivindicación 11), caracterizado por tener un sistema capaz de regular la temperatura de cada uno de los elementos calefactores independientemente según la señal interpretada por cada uno de los sensores independientes de cada inserción.
- 20
- 13) El dispositivo según la reivindicación 12), caracterizado por tener un sistema capaz de regular la presión global dentro de la cúpula según la señal interpretada por el sensor situado en el interior de dicha cúpula.
- 25
- 14) El dispositivo según la reivindicación 13), caracterizado porque dispone de una válvula capaz de regular la presión global dentro del habitáculo soporte-cúpula y tiene la opción además de introducir un gas en la atmósfera que se crea en su interior.
- 30
- 15) El dispositivo según la reivindicación 13), caracterizado por tener un sistema capaz de regular la temperatura del interior de la carcasa mediante la refrigeración por aire o por intercambiador hidráulico, según la señal interpretada por un sensor de temperatura insertado en dicha carcasa.
- 35
- 16) El dispositivo según las reivindicaciones 12), 13) y 15), caracterizado por tener un sistema electrónico tipo microprocesador o regulador capaz de tomar decisiones en función de las señales recibidas y las de consigna establecidas por el usuario.
- 17) El dispositivo según la reivindicación 16), caracterizado por tener una salida de información en formato digital o analógico para ser direccionada a un sistema informático periférico.

- 18) El dispositivo según la reivindicación 16), caracterizado por disponer de un control temporal mediante temporizador capaz de controlar el tiempo de funcionamiento de cada uno de los elementos calefactores y de control de presión.

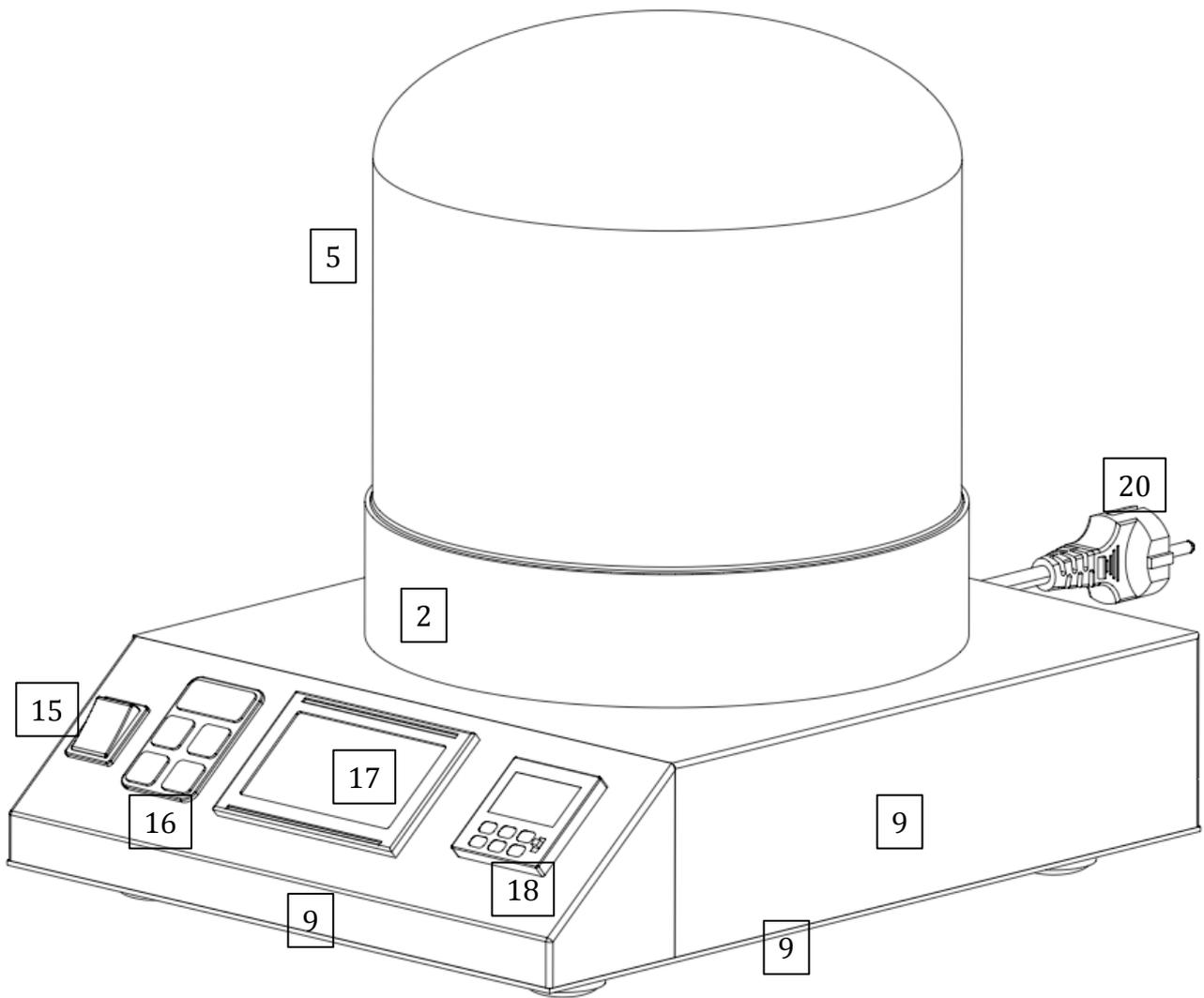


Figura 1

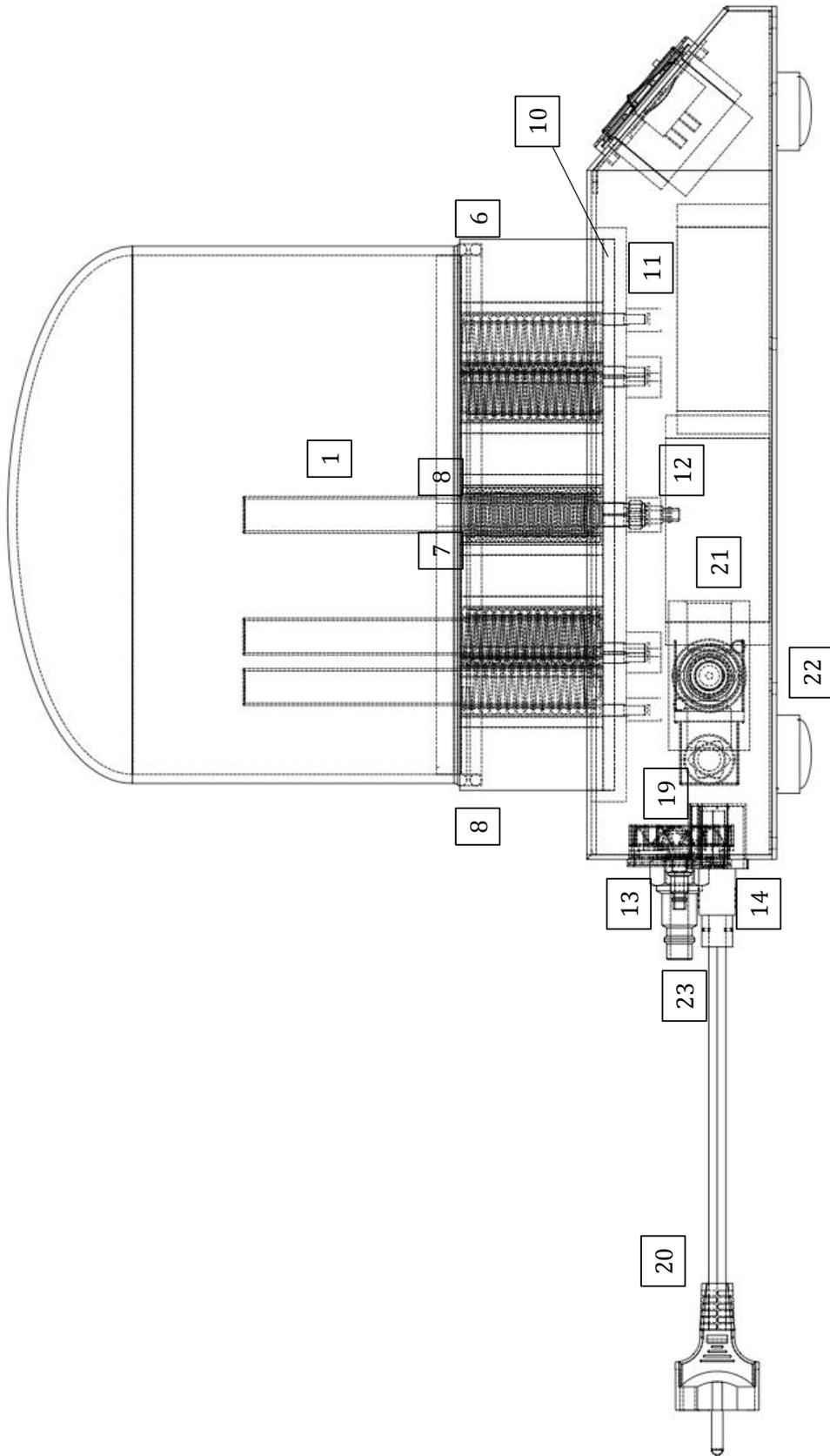


Figura 2

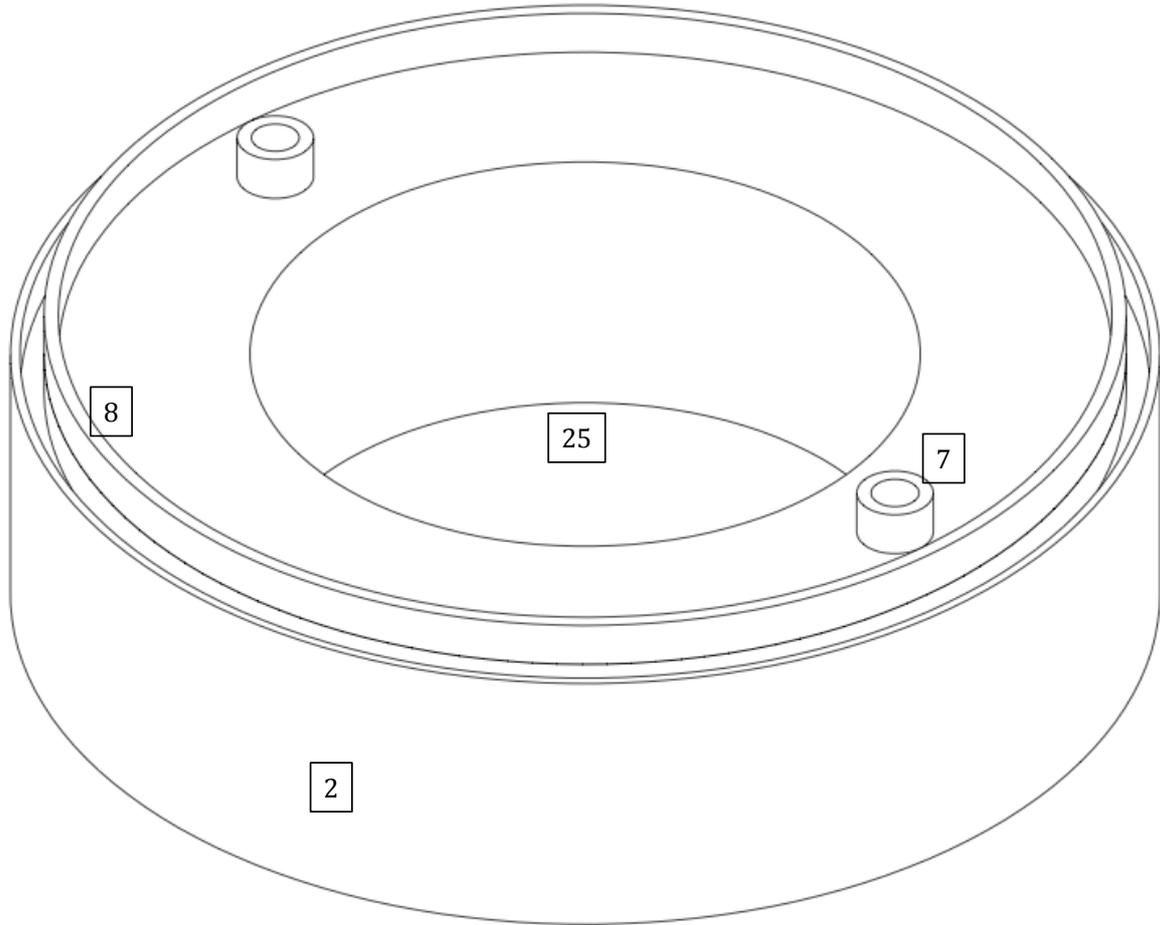


Figura 3

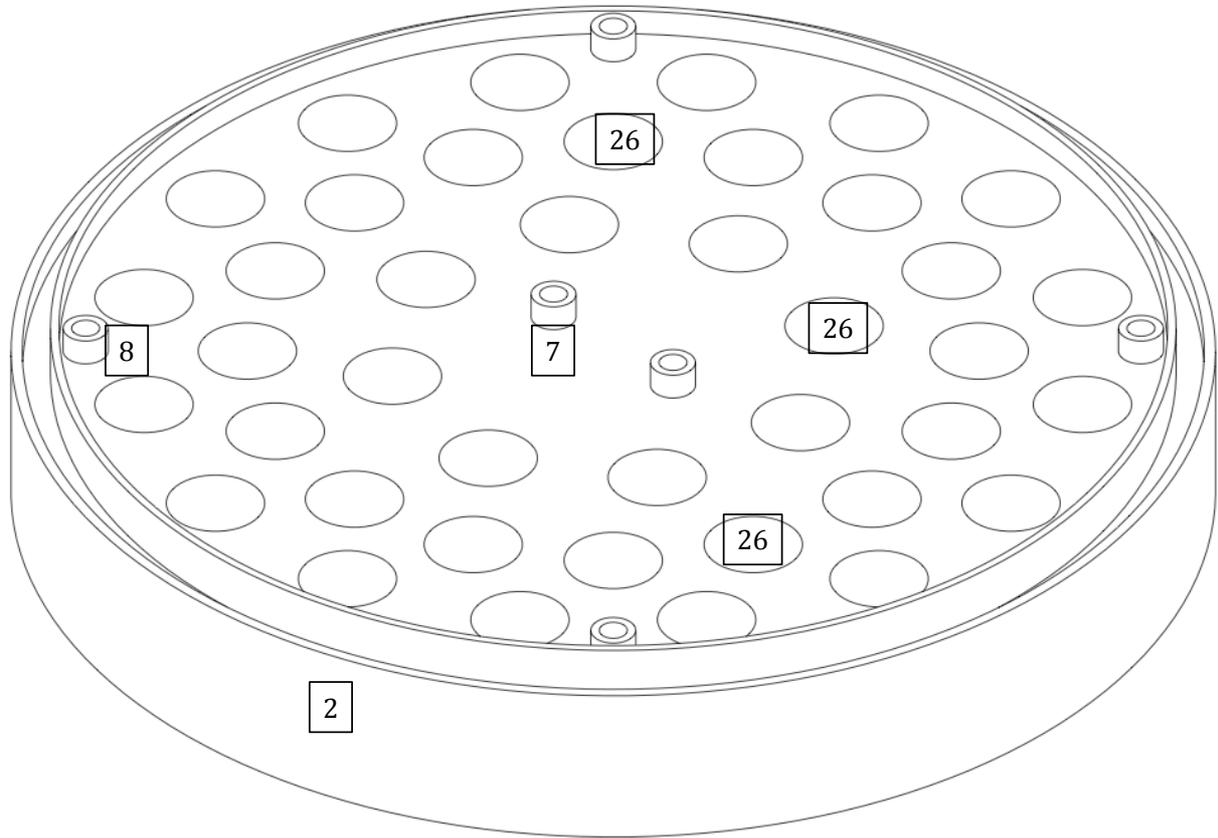


Figura 4

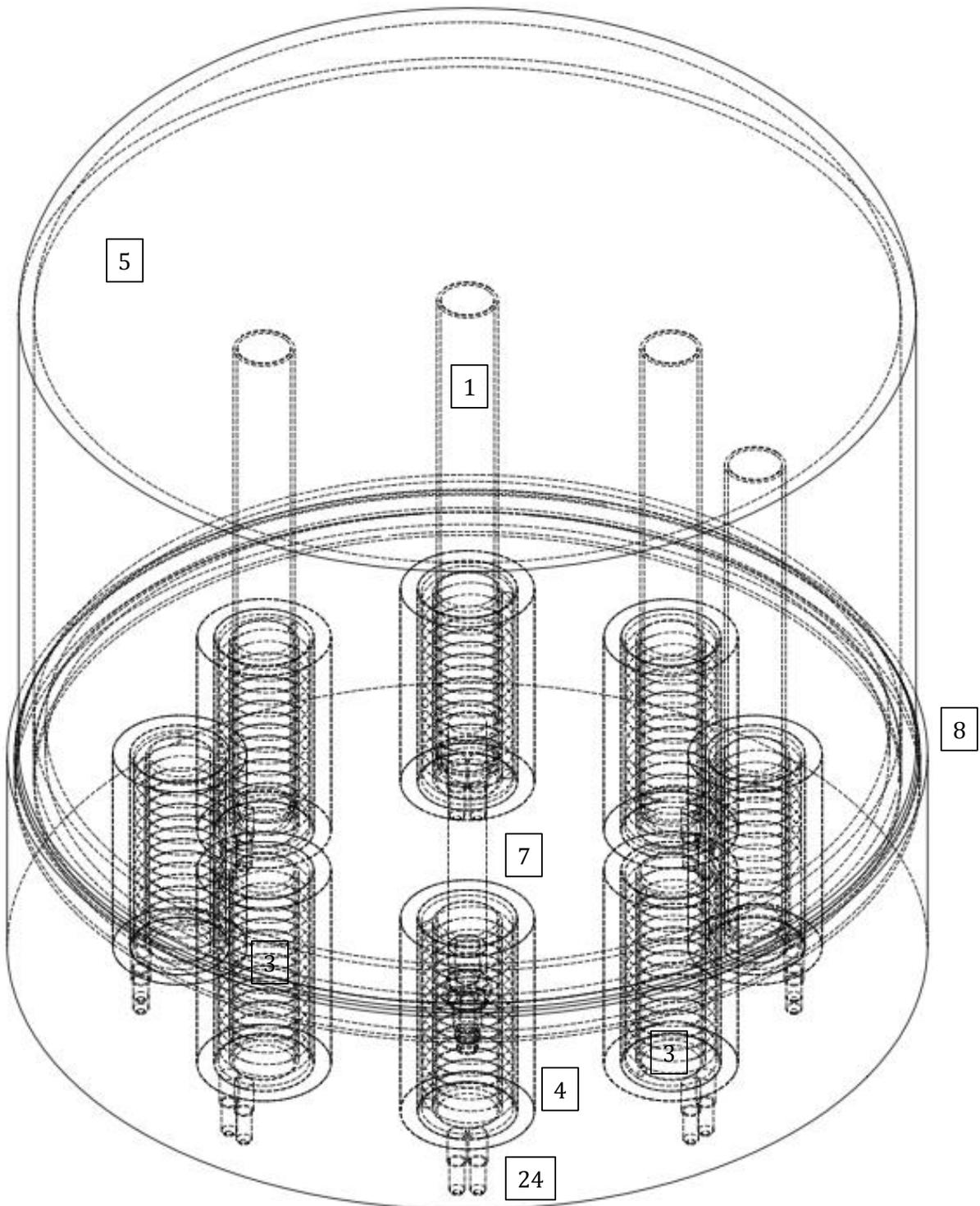


Figura 5

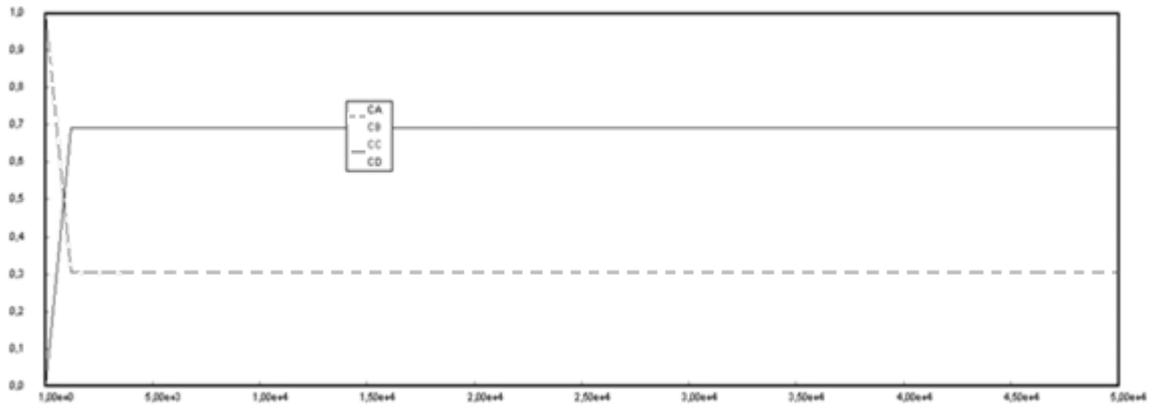


Gráfico 1 Figura 6

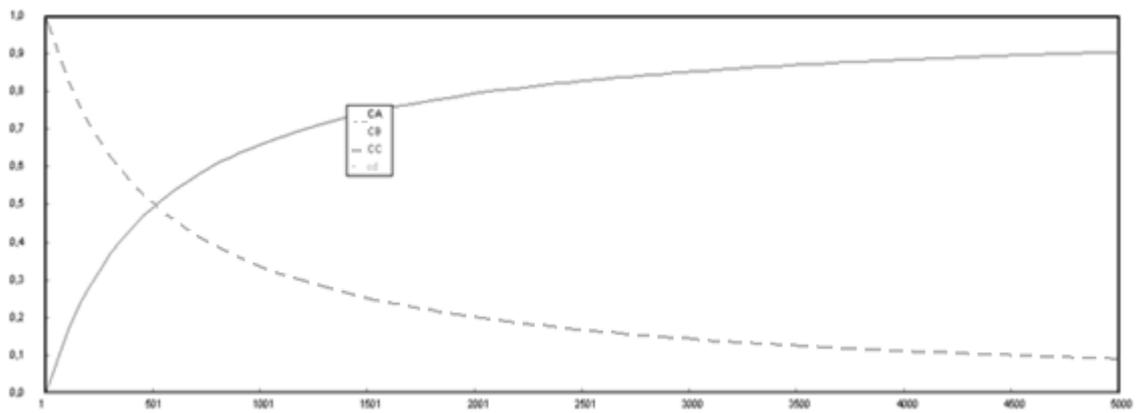


Gráfico 2. Figura 7

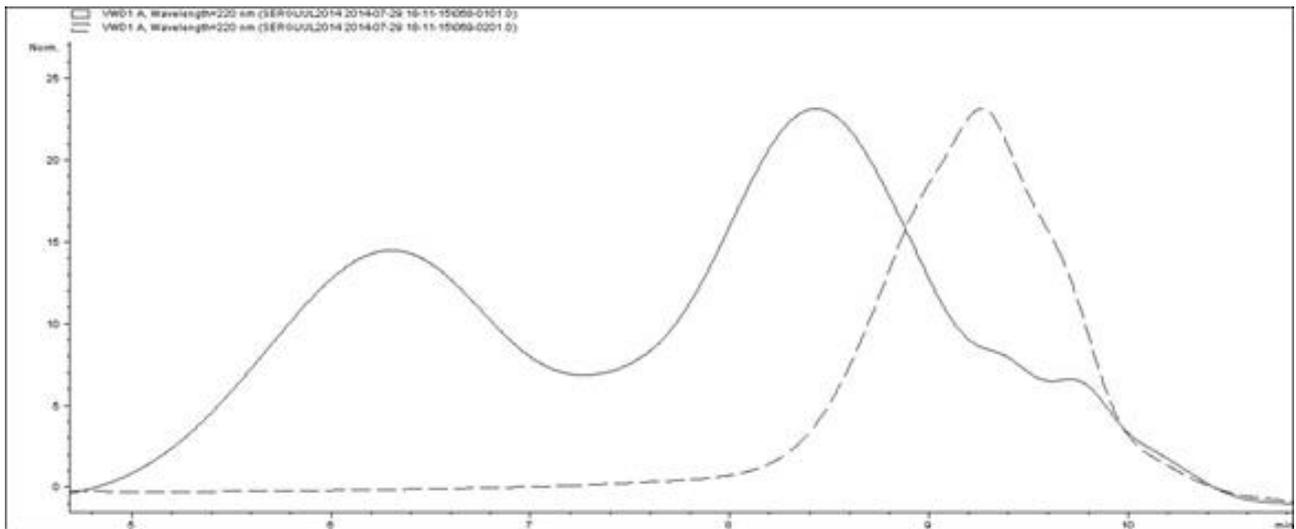


Gráfico 3 Figura 8



- ②① N.º solicitud: 201431575
 ②② Fecha de presentación de la solicitud: 28.10.2014
 ③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: **B01J19/24** (2006.01)
B01L99/00 (2010.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	US 6051439 A (ANTONENKO VALERY V et al.) 18.04.2000, columna 8, línea 20 – columna 15, línea 37; resumen; figuras.	1-18
A	WO 02081076 A2 (SYMYX TECHNOLOGIES INC) 17.10.2002, página 8, línea 27 – página 32, línea 12; resumen; figuras.	1-18
A	WO 0105497 A1 (GEN ELECTRIC) 25.01.2001, página 6, línea 14 – página 15, línea 9; resumen; figuras.	1
A	US 2005013748 A1 (ROTH GREGORY PAUL et al.) 20.01.2005, párrafos [0025-0029]; resumen; figuras.	1

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia
 Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría
 A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita
 P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud
 E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
29.06.2015

Examinador
R. E. Reyes Lizcano

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

B01J, B01L, C12M

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 29.06.2015

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-18	SI
	Reivindicaciones	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-18	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	US 6051439 A (ANTONENKO VALERY V et al.)	18.04.2000
D02	WO 02081076 A2 (SYMYX TECHNOLOGIES INC)	17.10.2002

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

En relación a la reivindicación independiente 1, el documento D01 (columna 8, línea 20 a columna 15, línea 37; resumen; figuras) divulga un dispositivo para el desarrollo de reacciones químicas simultáneas en paralelo con control de temperatura y control de presión global que comprende un cuerpo capaz de aportar el medio de reacción constituido por un soporte y una cúpula, y una carcasa que soporta el cuerpo anterior y alberga los componentes del dispositivo y la interfaz.

La diferencia entre la reivindicación 1 y el documento D01 es que D01 no divulga que el control de temperatura sea independiente.

El efecto técnico de esta diferencia es que se consigue controlar la temperatura de cada reacción química de forma independiente.

El problema técnico objetivo que resuelve la invención podría definirse como “conseguir controlar la temperatura de cada reacción química de forma independiente en un dispositivo para el desarrollo de reacciones químicas simultáneas en paralelo con control de temperatura y control de presión global”.

En este sentido, se considera que controlar la temperatura de cada reacción química de forma independiente sería conocimiento común para un experto en la materia (ver documento D02).

Por lo tanto, la reivindicación 1 no implica actividad inventiva a la vista del estado de la técnica conocido según el art. 8.1 LP.

En relación a las reivindicaciones 2 a 18, dependientes de la reivindicación 1, a la vista del estado de la técnica conocido, se considera que no aportan ninguna característica técnica que implique actividad inventiva según el art. 8.1 LP ya que las características técnicas definidas en ellas serían conocimiento común para un experto en la materia.