

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 572 773**

51 Int. Cl.:

**B01J 19/00** (2006.01)

**C07C 63/16** (2006.01)

**C07C 51/265** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.12.2000 E 05009314 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.03.2016 EP 1566212**

54 Título: **Dispositivo para refrigerar un gas de reacción caliente, por ejemplo en la producción de anhídrido ftálico**

30 Prioridad:

**30.12.1999 DE 19963869**

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

**02.06.2016**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
Carl-Bosch-Strasse 38  
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**WILKE, ALFRED**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 572 773 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

Dispositivo para refrigerar un gas de reacción caliente, por ejemplo en la producción de anhídrido ftálico

La presente invención hace referencia a un dispositivo para refrigerar un gas de reacción caliente a una temperatura de entrada determinada previamente en un separador, en particular para la utilización en la producción de anhídrido ftálico.

Como punto de partida de la presente invención se considera por ejemplo la producción de anhídrido ftálico (PSA) a través de la oxidación de o-xileno. En dicha producción, o-xileno y aire caliente se hacen reaccionar en presencia de un catalizador. El PSA así formado abandona el reactor en la mezcla con aire como gas de reacción caliente, y presenta una temperatura de unos 360°C. En el caso de instalaciones de PSA con reactores secundarios esa temperatura es algo inferior. En un separador dispuesto aguas abajo tiene lugar la separación en PSA bruto y aire. Antes del ingreso en el separador o en los separadores es necesario refrigerar el gas de reacción caliente a una temperatura deseada, determinada previamente, por lo general a una temperatura de 160 a 175° C.

Generalmente se utiliza para ello un refrigerador de gas complicado, de al menos dos etapas, con al menos dos colectores de vapor y suministros de medio refrigerante correspondientes. Debido a ello, el procedimiento de preparación del gas de reacción, posterior a la reacción propiamente dicha, es complejo e implica costes elevados.

La combinación de un reactor principal con un reactor secundario dispuesto aguas abajo, con o sin una refrigeración contenida en los mismos, ya ha sido descrita; por ejemplo en la solicitud DE-A 197 42 821 o en la solicitud DEA 198 07 018.

En la solicitud US 3,466,300 se describe un procedimiento de varias etapas (por ejemplo de 14 etapas) para la producción de PSA en base a o-xileno, donde la mezcla de o-xileno y aire introducida en la primera etapa se calienta previamente, de manera que la misma se utiliza para refrigerar el gas de reacción que abandona las cuatro primeras etapas de contacto. De este modo, se pretende alcanzar incrementos de la temperatura de 50 a 60°C en las primeras etapas; en las otras etapas de 5 hasta 15°C.

Por la solicitud GB 1,422,516 se conoce igualmente un procedimiento para producir PSA en base a o-xileno y aire, donde deben observarse determinadas condiciones (temperatura del baño de sal). Se considera también el aprovechamiento de la energía térmica que se produce (por ejemplo proveniente de intercambiadores de calor, de reactores secundarios, o de similares), pero no con una orientación exclusiva hacia el calentamiento del producto intermedio o de uno de los productos intermedios.

Por consiguiente, es objeto de la presente invención proporcionar un dispositivo optimizado para refrigerar un gas de reacción caliente, el cual posibilite una estructura más sencilla y económica de una instalación de reacción, con costes de mantenimiento más reducidos, el cual conduzca a una reacción de los eductos cualitativamente buena y cuantitativamente posible en cuanto al rendimiento, por ejemplo en un procedimiento para producir anhídrido ftálico.

Dicho objeto se alcanzará a través de un dispositivo para refrigerar un gas de reacción caliente a una temperatura de entrada determinada previamente con respecto a un separador, después de una reacción precedente en un reactor principal, y eventualmente en un reactor secundario dispuesto aguas abajo; el cual contiene

(a) un equipo para realizar la reacción principal,

(b) un equipo para el intercambio de calor,

(c) eventualmente un reactor secundario situado aguas arriba del equipo, eventualmente con un equipo para la refrigeración intermedia,

(d) un equipo para separar un producto de reacción y líneas de conexión hacia y entre los equipos.

Se prevé además que el equipo (b) y/o el refrigerador intermedio sea un intercambiador de calor de placas de gas/gas.

El intercambiador de calor reemplaza el refrigerador de gas, debido a lo cual toda la instalación de reacción obtiene una estructura simplificada y puede ser mantenida con una inversión reducida en cuanto a los costes.

Si la utilización del dispositivo acorde a la invención se utiliza para la producción de PSA, o-xileno caliente como reactivo en presencia de un catalizador se hace reaccionar con aire caliente, como otro reactivo. El gas de reacción caliente que se produce a través de la reacción se compone esencialmente de PSA y aire. Puesto que el aire al

5 mismo tiempo es el medio de refrigeración para el gas de reacción caliente y - tal como se indicó más arriba - sale del intercambiador de calor con una temperatura considerablemente más elevada que lo posible en el estado del arte, el mismo es conducido directamente hacia el reactor. Otra ventaja reside en el hecho de que en el conducto que contiene el aire caliente, el o-xileno, el cual presenta una temperatura de aproximadamente 30°C, es conducido y al mismo tiempo es calentado sin ninguna otra inversión en cuanto a los aparatos y a la energía. No obstante, en el reactor principal o en el único reactor resulta una temperatura de entrada superior aproximadamente en 100°C en comparación con el estado del arte, lo cual conduce a una carga mejorada del catalizador y a una zona de calentamiento más reducida en el reactor.

10 A diferencia de ello, en el estado del arte anterior, se requería precalentar el aire mediante un precalentador de modo complicado y empleando gran cantidad de energía. A ese aire precalentado se suministraba o-xileno líquido precalentado en un intercambiador de calor separado, calentado con vapor. La mezcla de aire y o-xileno, sin embargo, no alcanzaba en el reactor la temperatura de entrada obtenida según el procedimiento acorde a la invención. Además, se ha comprobado que en el reactor, en el procedimiento acorde a la invención, puede generarse más vapor de alta presión.

15 Si bien se han descrito las ventajas del procedimiento acorde a la invención con respecto a la producción de PSA y sus ventajas en comparación con procedimientos conocidos para la producción de PSA en el estado del arte, la utilización del dispositivo necesario para refrigerar un gas de reacción caliente no se limita a la reacción química mencionada. El dispositivo puede emplearse en general para la refrigeración de gases de reacción caliente y para cualquier reacción química que se realice en un reactor a una temperatura elevada, en donde el medio de refrigeración del gas de reacción que sale del reactor se necesita en el intercambiador de calor al mismo tiempo como un reactivo o disolvente (líquido o gaseoso) durante la realización de la reacción química.

20 En formas de ejecución preferentes, el equipo (c) está diseñado de una o de varias piezas y desde el equipo (b) parte un conducto de derivación que eventualmente es controlado por temperatura.

Como intercambiador de calor se utiliza un intercambiador de calor de placas de gas/gas.

25 A continuación, la invención se explicará en detalle mediante ejemplos y formas de ejecución representados en el dibujo.

Las figuras muestran:

Figura 1: un diagrama de flujo del procedimiento conocido en el estado del arte para la producción de PSA;

30 Figura 2: un diagrama de flujo según una primera forma de ejecución de un procedimiento para la producción de PSA y del dispositivo adecuado para dicho procedimiento;

Figura 3: un diagrama de flujo según una segunda forma de ejecución de un procedimiento para la producción de PSA y del dispositivo adecuado para dicho procedimiento;

Figura 4: un diagrama de flujo según una tercera forma de ejecución de un procedimiento para la producción de PSA, incluyendo un conducto de derivación alrededor del intercambiador de calor, con un control de la temperatura;

35 Figuras 5 a, b: un diagrama de flujo según una cuarta forma de ejecución de un procedimiento para la producción de PSA (dos intercambiadores de placas, incluyendo conducto de derivación con reactor secundario);

Figura 6 a - c: formas de ejecución de los intercambiadores de calor con reactor secundario (de dos combinaciones);

Figura 7: una forma de ejecución sin primer intercambiador de calor.

40 En primer lugar, en la figura 1 se representa una instalación de reactor y se explica tal como la misma se conoce en el estado del arte para la producción de PSA. El PSA, de modo conocido, puede producirse a través de la oxidación de o-xileno en presencia de un catalizador. Al comienzo, el o-xileno utilizado presenta una temperatura de unos 30°C y es suministrado a un precalentador 3 mediante un conducto 1, el cual abandona con una temperatura de aproximadamente 135 a 180°C. A continuación se suministra al conducto 5. Mediante dicho conducto 5 se suministra aire que al comienzo presenta igualmente una temperatura de aproximadamente 30°C. El aire en el conducto 5 atraviesa primero un ventilador 7, se calienta a unos 80 a 90°C, alcanzando después un precalentador 9, el cual abandona nuevamente calentado a unos 150 a 200°C. En ese momento, el o-xileno que presenta una temperatura de aproximadamente 135 a 180°C se suministra al conducto 5. La mezcla de aire - o-xileno en el conducto 5 atraviesa una calefacción del conducto de cubierta 11, el cual se utiliza para mantener la temperatura de la mezcla de aire/ o -xileno a unos 160 a 175°C.

El reactor 13 representa un reactor tubular, en cuyos tubos se encuentra el catalizador requerido para esa reacción de oxidación, por ejemplo óxido de vanadio/titanio enriquecido con Cs, en un soporte como esteatita.

5 Una vez finalizada la reacción química, el gas de reacción abandona el reactor 13 mediante el conducto 15, a una temperatura de aproximadamente 350 a 375°C, donde el mismo se compone esencialmente de PSA y de aire; los componentes secundarios son por ejemplo ftalida y anhídrido maleico. Desde allí llega a un refrigerador de gas 17 de dos etapas, el cual presenta dos colectores de vapor 17', 17'', enfriándose hasta alcanzar una temperatura de aproximadamente 160 a 175°C. De este modo, el gas de reacción presenta una temperatura conveniente, determinada de forma previa, para ser conducido a un separador 21 mediante el conducto 19. Del separador 21 se extrae PSA bruto mediante el conducto 23 y, mediante el conducto 25, es suministrado el gas residual de una combustión o de una depuración.

Por otra parte, en la figura 2 se representa un procedimiento para la producción de PSA con un dispositivo adecuado acorde a la invención. Aquellas características del dispositivo que corresponden a las ya representadas en la figura 1 se indican con el mismo número de referencia, pero aumentado en 100.

15 Para realizar la reacción química, en lugar del refrigerador de gas de dos etapas se utiliza un intercambiador de calor de una etapa, en este caso un intercambiador de calor de placas gas/gas 127. Gracias a ello, el control de la reacción puede modificarse igualmente de forma múltiple, donde se considera por tanto ventajoso describir la realización de la reacción acorde a la invención partiendo del intercambiador de calor de placas de gas/gas 127.

20 Al intercambiador de calor de placas de gas/gas 127, mediante el conducto 115, se suministra gas de reacción que circula desde el reactor 113, con una temperatura de 350 a 375°C. Al mismo tiempo, mediante el conducto 129 circula un medio de refrigeración en forma de aire con una temperatura de unos 90°C, hacia el intercambiador de calor de placas 127. El aire - medio de refrigeración mencionado presenta en principio una temperatura de unos 30°C y es guiado mediante un filtro de aire 113, para a continuación ser calentado a una temperatura de 90°C mediante un ventilador 133 y un calentador de inicio 135. En el intercambiador de calor de placas 127 tiene lugar entonces un intercambio de calor entre el gas de reacción caliente y el aire - medio de refrigeración. A continuación, el gas de reacción abandona el intercambiador de calor de placas 127 mediante el conducto 137, con una temperatura de aproximadamente 160 a 175°C. De este modo, el gas de reacción presenta la temperatura conveniente, previamente determinada, para ser conducido al separador 121 y, seguidamente, ser separado del modo ya descrito en PSA bruto y gas residual. A través del intercambio de calor entre el gas de reacción caliente y el aire - medio de refrigeración, este último se calienta a unos 330°C, de manera que ahora, mediante el conducto 139, puede ser suministrado al reactor 113 como uno de los reactivos para la reacción química, donde el reactor se encuentra diseñado del mismo modo que en el estado del arte antes descrito.

35 Es decir que, en comparación con el procedimiento conocido hasta el momento, el medio de refrigeración - aire se calienta a mayor temperatura, aproximadamente en 150°, debido a lo cual es posible y conveniente su nueva utilización como un reactivo de la reacción química sin el precalentamiento con gran inversión de energía, necesario hasta el momento, de dicho reactivo, mediante un precalentador (por ejemplo 9).

Sin embargo, al mismo tiempo se suprime también el precalentamiento necesario hasta el momento del o-xileno mediante otro precalentador (por ejemplo 3).

40 El o-xileno que es suministrado mediante el conducto 101, llega directamente al conducto 139 que presenta el medio de refrigeración - aire caliente, formando la mezcla de o-xileno/aire necesaria para la reacción para producir PSA. A través del suministro del o-xileno que presenta aproximadamente una temperatura de 30°C, la mezcla de o-xileno/medio de refrigeración - aire se enfría hasta alcanzar unos 280°C. La temperatura mencionada, con la cual ingresa al reactor 113, se ubica sin embargo aún en 100°C más elevada que lo posible de acuerdo con el procedimiento conocido. Gracias a ello, el catalizador puede aprovecharse mejor en el reactor 113, de manera que puede generarse más vapor de alta presión. Puesto que se suprimen el precalentamiento de o-xileno separado mediante un precalentador y por ejemplo la calefacción de la cubierta 11 del conducto 5 que conduce al reactor en la figura 1, la estructura de la instalación se simplifica y se torna más conveniente en cuanto a los costes, lo cual aplica igualmente para el mantenimiento de la instalación.

50 En la figura 3 se representa otra forma de ejecución de un procedimiento para la producción de PSA y un dispositivo acorde a la invención adecuado para ello. De este modo, las mismas características del dispositivo de acuerdo con la forma de ejecución según la figura 2 se indican con los mismos números de referencia correspondientes, pero aumentados en cien; esa clase de números de referencia se mantiene en las otras figuras (por ejemplo números a partir de 200). La figura 4 muestra una disposición análoga a la figura 3, con un conducto de derivación 250, incluyendo un controlador de temperatura 251; mientras que en la figura 7 se muestra una disposición diferente a la figura 4, sin el refrigerador intermedio 243.

La forma de ejecución acorde a la figura 3 se diferencia de la forma de ejecución según la figura 2 en principio sólo debido a que un reactor secundario 241 se encuentra situado aguas abajo del reactor 213, con un catalizador idéntico o distinto al del reactor principal 213; un catalizador adecuado para el reactor secundario es por ejemplo un óxido de vanadio/titanio no enriquecido, en un soporte como carburo de silicio. Puesto que el reactor secundario 241 debe presentar una temperatura de entrada más reducida que el gas de reacción después de salir del reactor 213 propiamente dicho, un refrigerador intermedio 243 se encuentra dispuesto aguas arriba del reactor secundario 241. El refrigerador intermedio 243 puede estar diseñado como precalentador de agua usada para un refrigerador de baño de sal 245 que se encuentra asociado al reactor 213. Sin embargo, el mismo puede estar realizado como precalentador para el medio de refrigeración - aire, por ejemplo del tipo de otro intercambiador de calor de placas de gas/gas o de otro tipo de intercambiador de calor. Lo mencionado se representa en las figuras 5a y 5b, donde por ejemplo el medio de refrigeración - aire que abandona un intercambiador de calor de placas 243 (refrigerador intermedio) puede ser conducido al segundo intercambiador de calor de placas 227 como medio de refrigeración - aire (figura 5a) - o también en la secuencia inversa (figura 5b). De este modo, el refrigerador intermedio 243, el reactor secundario 241 y el intercambiador de calor de placas de gas/gas 227, en la forma de ejecución según la figura 3, se encuentran dispuestos en una carcasa común. Sin embargo, se ha comprobado que para optimizar los requerimientos de la reacción también puede ser conveniente disponer el refrigerador intermedio 243, el reactor secundario 241 y/o el intercambiador de calor de placas de gas/gas 227 en carcasas separadas unas de otras. De este modo, los tres dispositivos pueden estar dispuestos en carcasas respectivamente propias o respectivamente dos de los dispositivos mencionados pueden estar dispuestos juntos en una carcasa. Estas variantes se representan en la figura 6a (separación del refrigerador intermedio 243 del reactor secundario 241 y del intercambiador de calor 227), 6b (separación del intercambiador de calor 227 del refrigerador intermedio 243 y del reactor secundario 241) y 6c (como 6b sin conducto de derivación 250, pero con 243 como intercambiador de calor de placas de gas/gas), respectivamente con una conexión entre los componentes.

**REIVINDICACIONES**

1. Dispositivo para refrigerar un gas de reacción caliente a una temperatura de entrada determinada previamente con respecto a un separador, después de una reacción precedente en un reactor principal, y eventualmente en un reactor secundario dispuesto aguas abajo; el cual contiene
- 5 (a) un equipo para realizar la reacción principal (113, 213),
- (b) un equipo para el intercambio de calor (127, 227),
- (c) eventualmente un reactor secundario (241) situado aguas arriba del equipo (b), eventualmente con un equipo para la refrigeración intermedia (243),
- 10 (d) un equipo para separar un producto de reacción (121, 221) y líneas de conexión hacia y entre los equipos (a) a (d),
- caracterizado porque el equipo (b) y/o el refrigerador intermedio (241) es un refrigerador de calor de placas de gas/gas.
2. Dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado porque el equipo (c) está diseñado de una o de varias piezas.
- 15 3. Dispositivo según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque desde el equipo (b) parte un conducto de derivación (250) que conduce al reactor (113, 213) mediante una línea (139, 239), el cual eventualmente está controlado por temperatura (251).
4. Utilización del dispositivo según una de las reivindicaciones 1 a 3 en un procedimiento para producir anhídrido ftálico.

# FIG.1

(Estado del Arte)

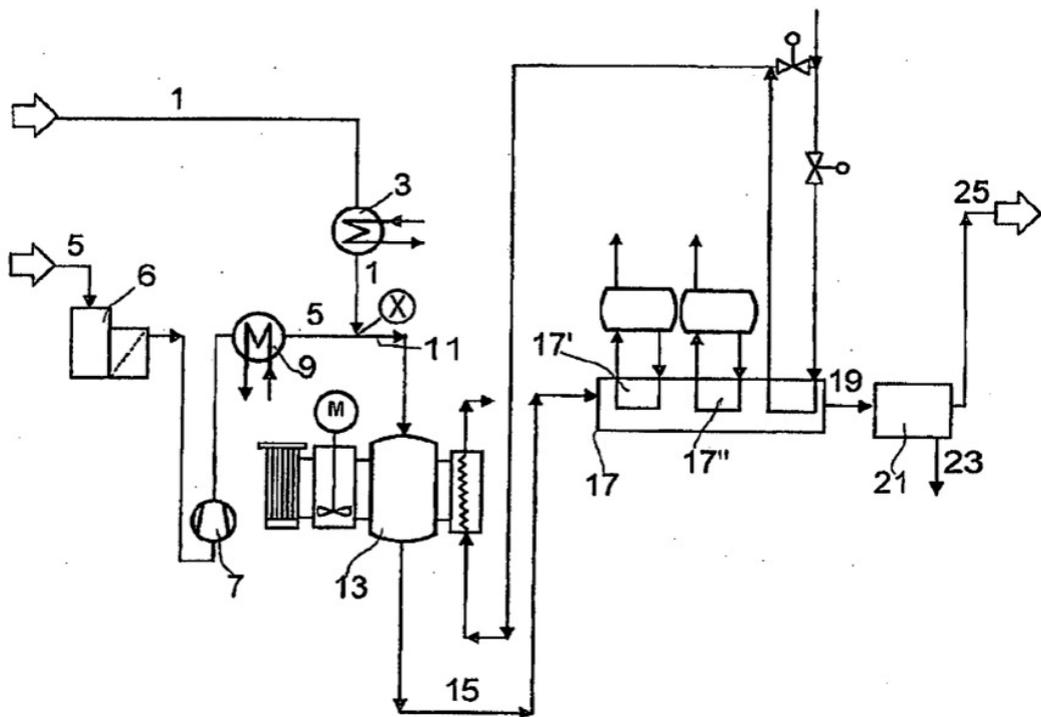


FIG.2

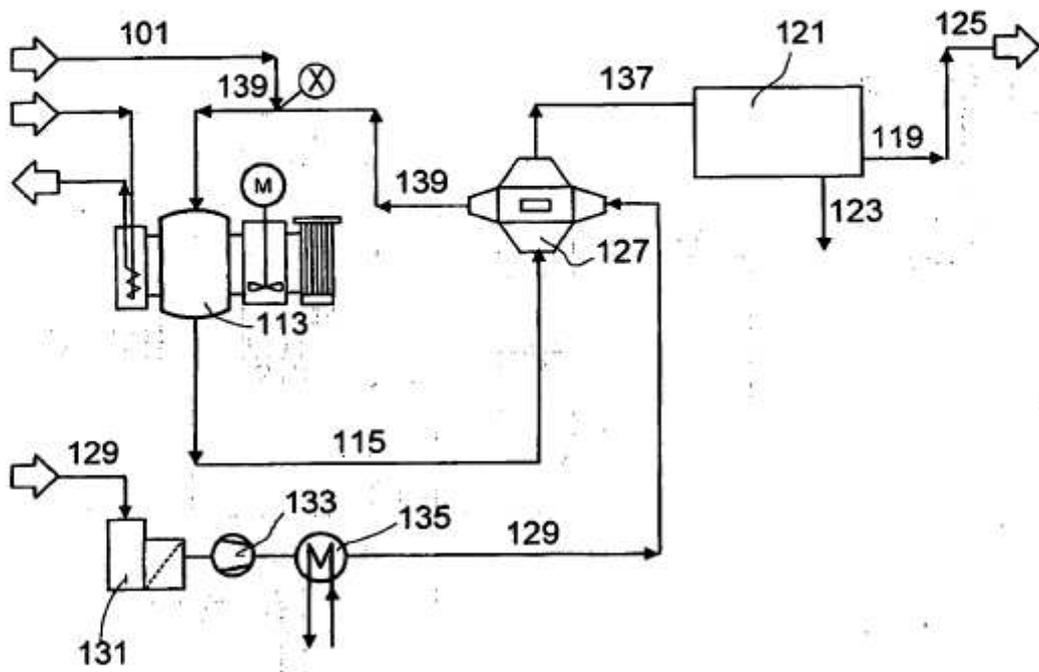


FIG.3

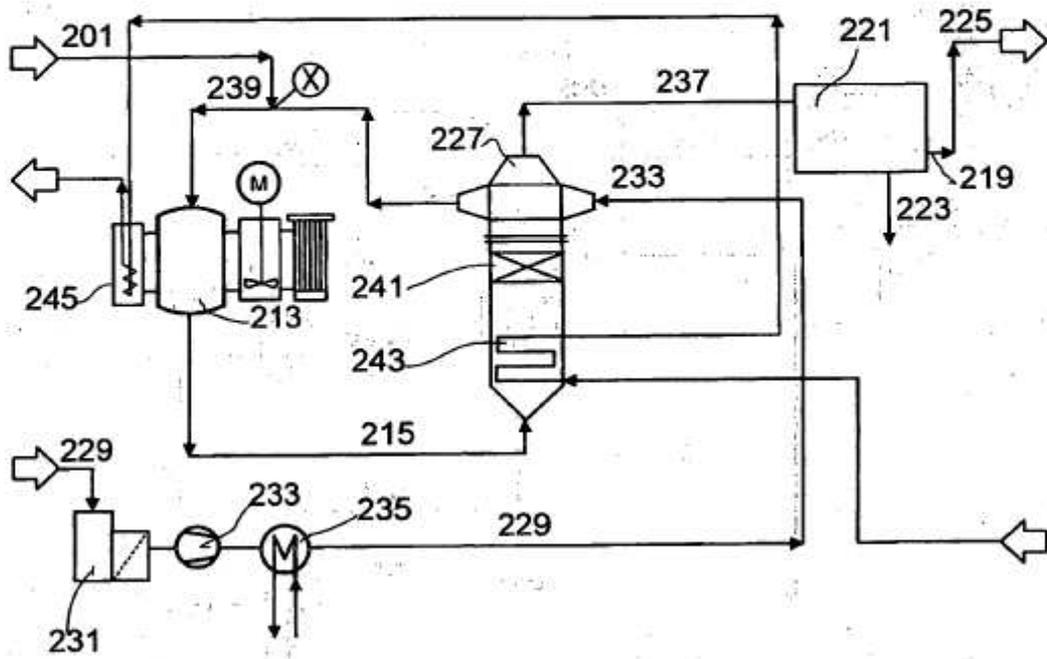


FIG.4

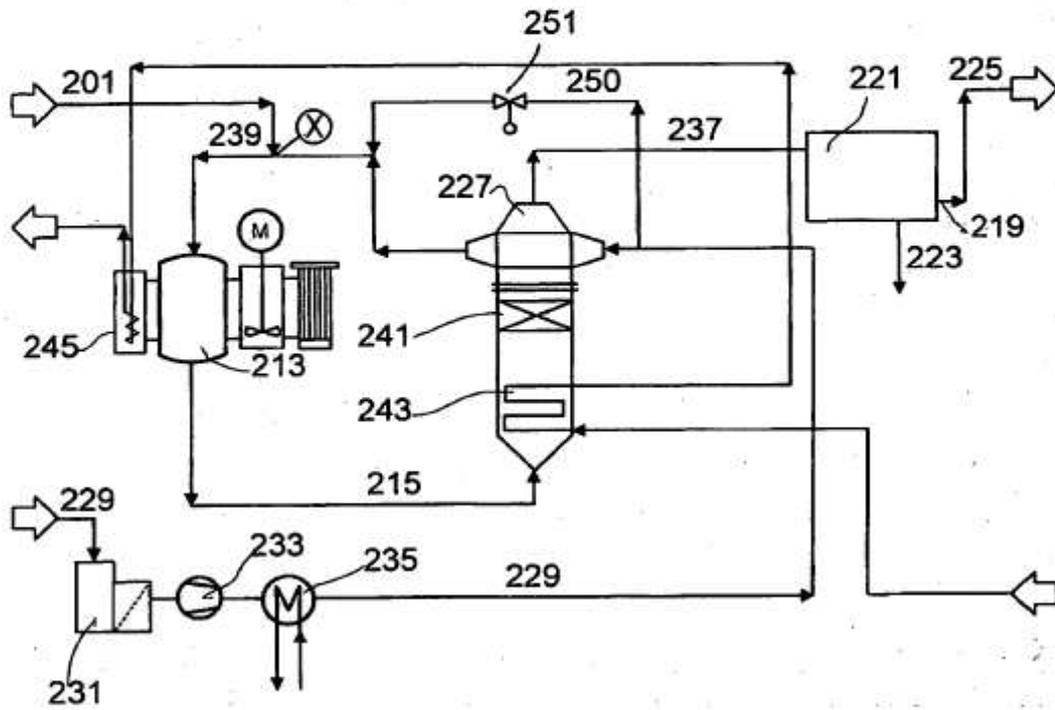


FIG.5A

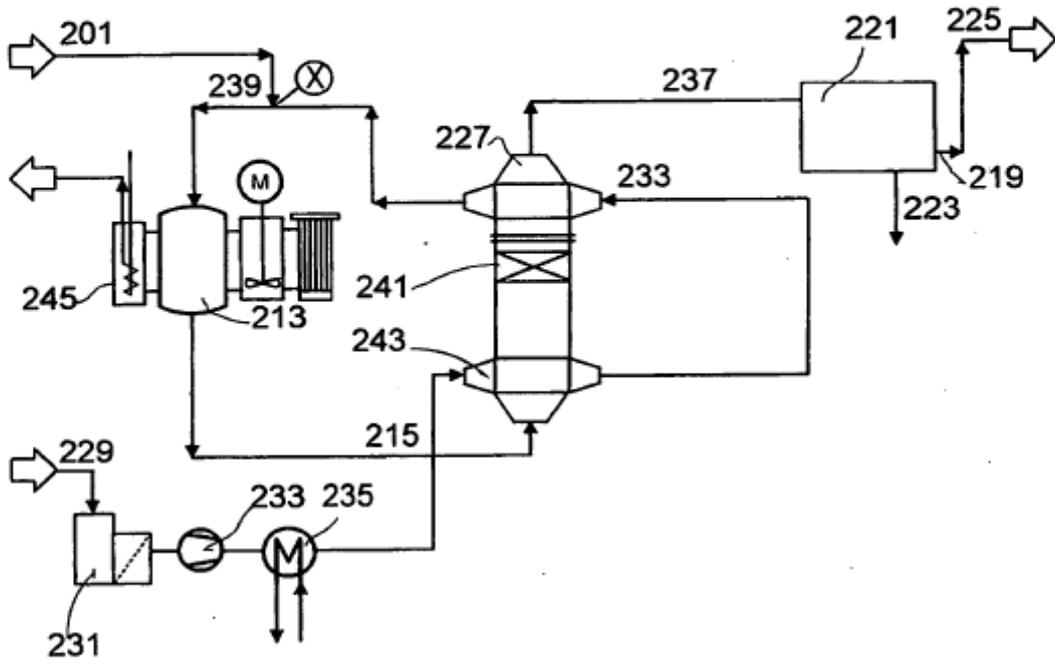


FIG.5B

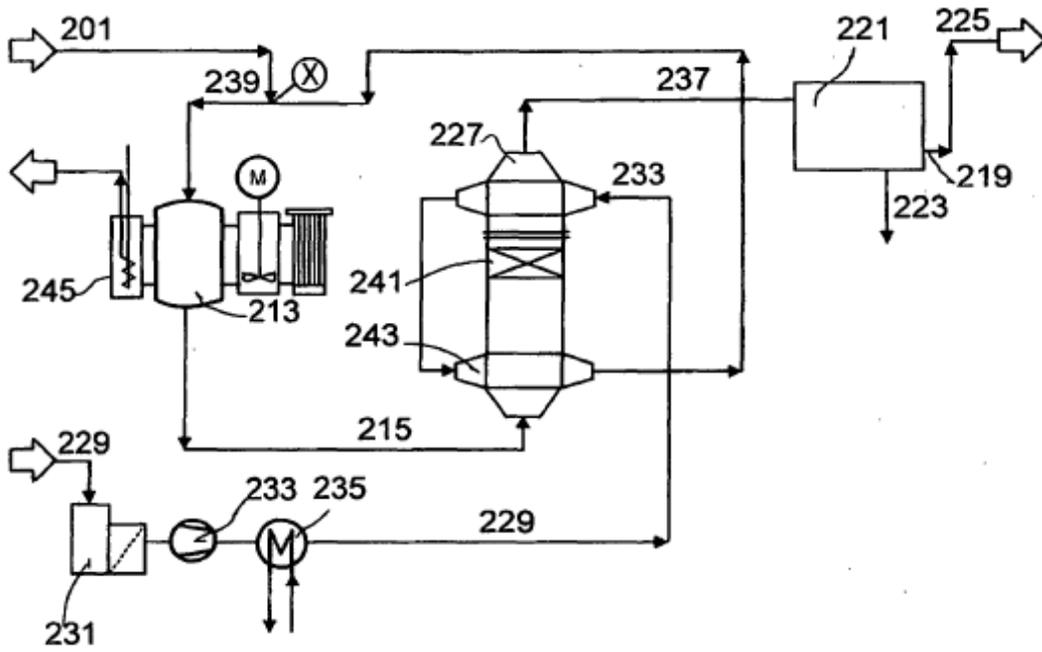


FIG.6A

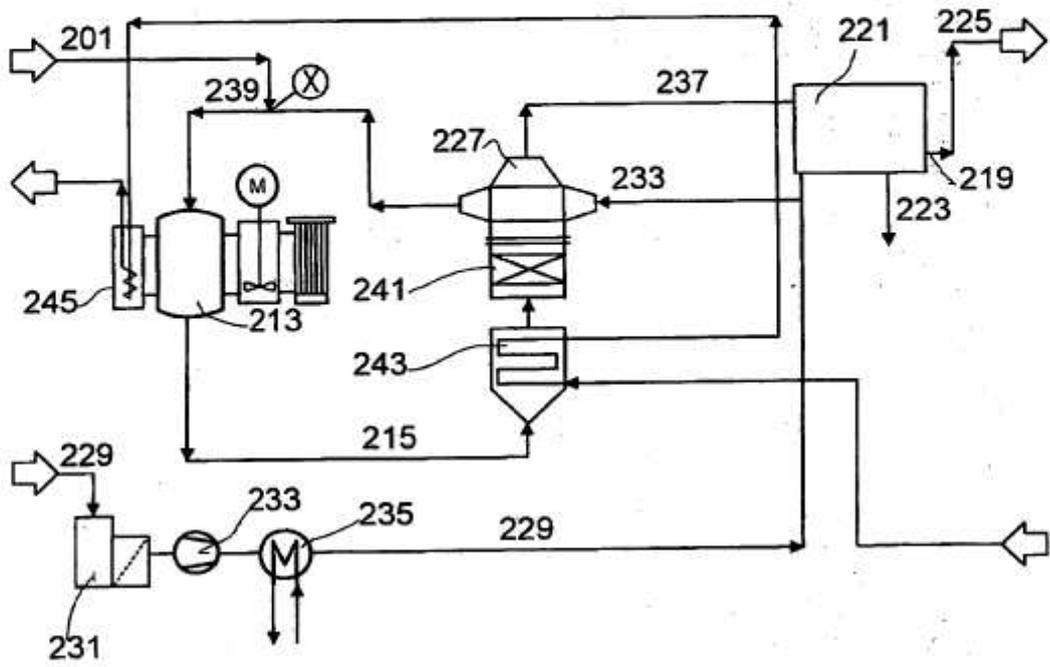


FIG.6B

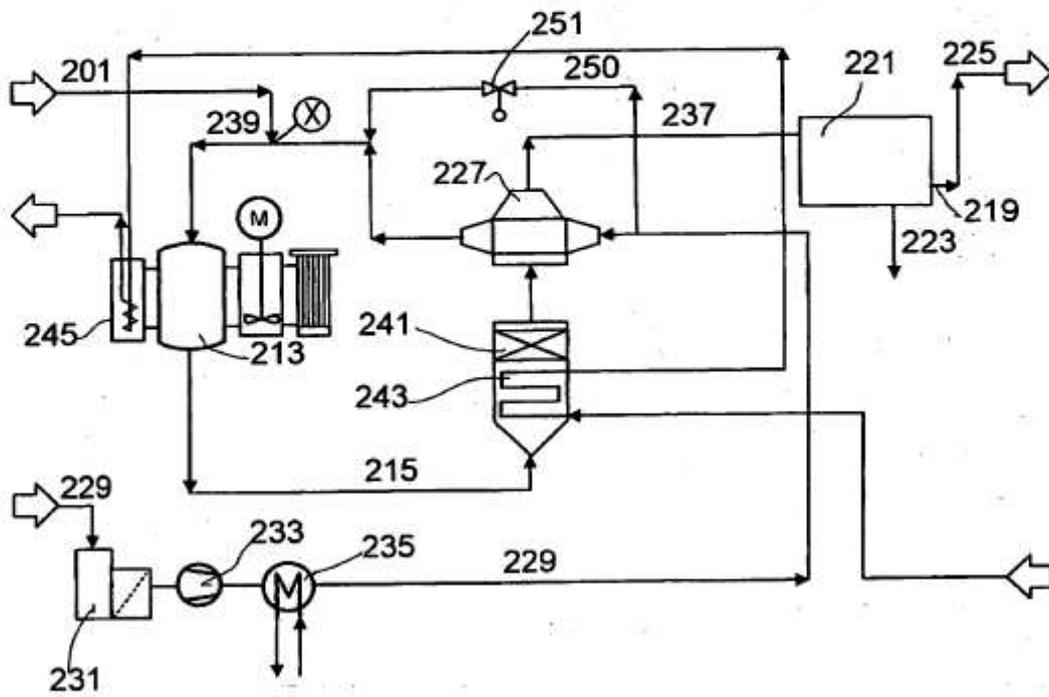


FIG.6C

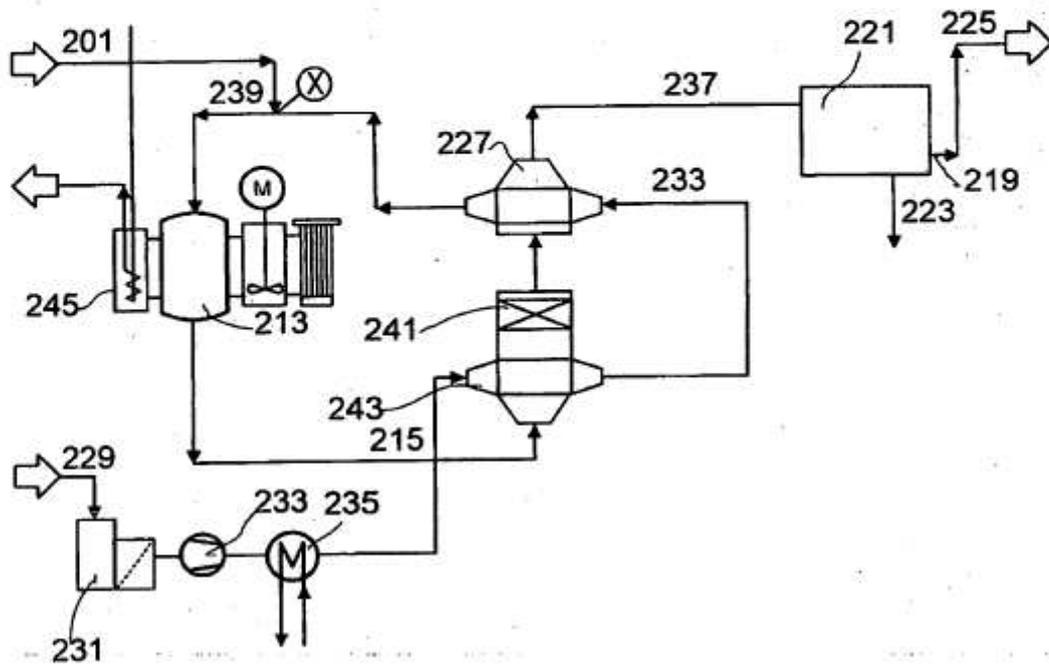


FIG.7

