(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 635 734**

(51) Int. Cl.:

C07C 249/04 (2006.01)
C07C 251/44 (2006.01)
B01J 8/20 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.08.2009** **PCT/EP2009/060536**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **11.03.2010** **WO10026031**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.08.2009** **E 09781839 (7)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.06.2017** **EP 2321263**

(54) Título: **Reactor con reciclaje de silicato de titanio**

(30) Prioridad:

08.09.2008 DE 102008041870

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
04.10.2017

(73) Titular/es:

EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE

(72) Inventor/es:

BAUMGARTEN, GÖTZ;
ROOS, MARTIN;
SCHÄFLEIN, STEPHAN y
AUGENSTEIN, ROLF

(74) Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 635 734 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

Reactor con reciclaje de silicato de titanio

La presente invención se refiere a una instalación para la puesta en práctica de reacciones químicas con al menos un reactor, cuyo espacio de reacción contiene peróxido de hidrógeno y silicato de titanio. Tal instalación es conocida por el documento EP 1 316 545 B1. La invención se refiere además a un empleo especial de esta instalación y a un procedimiento para la puesta en práctica de una reacción gracias a la instalación.

Numerosas reacciones químicas, llevadas a cabo industrialmente, tienen lugar en presencia de silicalita de titanio, que sirve como catalizador en este caso. Como ejemplo cítese la amoximación, es decir, la producción de oximas a partir de cetonas o aldehídos. Respecto a esta reacción se remite al documento EP 1 316 545 B1, así como al documento EP 1 191 017 B1, a cuyo contenido divulgativo se hace referencia por completo en este caso.

En el caso de la citada silicalita de titanio se trata de un catalizador a base de titanio, silicio y oxígeno; preferentemente en estructura zeolítica. Tales catalizadores se encuentran disponibles bajo el nombre de producto "TS-1" en Evonik Degussa GmbH.

Bajo las condiciones de reacción de amoximación, la fracción de SiO_2 contenida en la silicalita de titanio es soluble en el sistema. Por lo tanto, el catalizador se enriquece en SiO_2 debido a corrientes de SiO_2 insaturadas, de modo que en el espacio de reacción se producen partículas de TiO_2 insolubles, inertes, nanoescalares. Estas partículas mínimas cerámicas se dispersan en agua – que se produce, entre otras, mediante reacción de H_2O_2 y se deben extraer de la reacción -, se descargan del reactor, y debido a su tamaño reducido cargan las instalaciones de elaboración de aguas residuales post-conectadas. Es absolutamente necesaria una filtración eficaz de residuos de catalizador.

Las disoluciones de catalizador se precipitan frecuentemente con aparatos de separación clásicos, como por ejemplo filtración, centrifugado o hidrociclones. No obstante, debido a la fracción nanoescalar de catalizador activo, tales procedimientos no conducen a pérdidas de catalizador aceptables en el retentato, o bien en el flujo de depuración. A esto se añade el caracter discontinuo de este procedimiento, que se puede integrar en un control de reacción continuo solo con gasto correspondiente.

Por el documento DE 32 45 318 C3 separar y devolver continuamente a la reacción dispersiones de catalizador con el procedimiento de filtración en corriente transversal. No obstante, en ensayos de laboratorio se determinó que la filtración en corriente transversal con membranas de ultrafiltración cerámicas no se puede combinar sin más con una amoximación, ya que las partículas de TiO_2 nanoescalares producidas en este caso forman capas cubrientes sobre la membrana de ultrafiltración tras un tiempo breve, y conducen a un bloqueo irreversible del filtro:

La figura 1 muestra el descenso de flujo de permeato de una membrana de cerámica, cargada continuamente con una dispersión de catalizador TS-1 al 1,5 % bajo condiciones amoniacales (disolución de NH_3 al 5 %), con un límite de separación de 0,05 µm. Ya después de 150 horas, el flujo de permeato había descendido a menos de 25 kg/m^2h de manera irreversible. En este caso se habían seleccionado condiciones de operación habituales para la membrana. La presión transmembrana se situaba en 0,5 bar, y la velocidad de sobrecorriente se situaba en aproximadamente 4 m/s. El rendimiento de permeato se situaba por debajo de un 10 %, referido a la alimentación. Las imágenes de microscopio electrónico de barrido muestran que, bajo las condiciones de reacción, el SiO_2 se desprende del catalizador, el TiO_2 nanoescalar formado en este caso se añade a la membrana.

El documento US 7 408 080 B2 propone suprimir la disolución de silicalita de titano en la amoximación mediante adición de una fuente de silicio líquida. No obstante, los ensayos muestran que esta medida puede conducir a un bloqueo repentino de la membrana en condiciones de reacción desfavorables. Esto se puede atribuir a que la adición de la fuente de silicio líquida sobresatura la mezcla de reacción, lo que ocasiona a su vez una cristalización (precipitación) repentina de óxidos de silicio. Las partículas de cristal precipitadas se añaden a la membrana filtrante de manera abrupta.

El documento EP-A-1468986 da a conocer un procedimiento discontinuo para la producción de ciclohexanonoxima mediante amoximación, reciclándose el catalizador mediante filtración y añadiéndose el mismo a la mezcla de reacción.

Respecto a este estado de la técnica, la presente invención toma como base la tarea de perfeccionar una instalación de la especie citada inicialmente, de modo que sea posible una separación y recirculación continua del catalizador activo en el espacio de reacción con un período largo de aplicación de filtro.

Este problema se soluciona mediante una instalación para la puesta en práctica de reacciones químicas, que presenta al menos un reactor, cuyo espacio de reacción contiene peróxido de hidrógeno y silicalita de titanio,

- conteniendo el espacio de reacción una fuente de silicio sólida,
- comprendiendo la instalación un conducto de extracción de agua, que está configurado para evacuar agua del espacio de reacción junto con componentes disueltos y/o dispersados en la misma,
- conduciendo el conducto de extracción de agua a un filtro que separa componentes disueltos y/o dispersados en el agua,
- comprendiendo la instalación un conducto de recirculación que está configurado para devolver al espacio de reacción los componentes separados por medio del filtro, y
- estando asignado al reactor un separador líquido/líquido, que separa el agua descargada del espacio de reacción junto con
- componentes disueltos y/o dispersados en la misma de los demás componentes líquidos que se encuentran en el espacio de reacción.

La presente invención toma como base el conocimiento de que, con ayuda de la dosificación de un sistema de sacrificio de silicio sólido, se consigue detener eficazmente el proceso de disolución de catalizador al nivel de partículas de catalizador nanoescalares, evitar la producción de TiO_2 inerte, prevenir eficazmente la formación de capas cubrientes irreversibles sobre membranas de filtración, y aumentar con ello en último término el período de aplicación del filtro.

La adición del sistema de sacrificio de Si sólido posibilita la puesta en práctica efectiva de la reacción en presencia de silicalita de titanio y peróxido de hidrógeno en la instalación según la invención, en el que la separación de catalizador y/o sus residuos se efectúa por medio de un filtro, que está unido al conducto de extracción de agua, o bien al conducto de recirculación con el espacio de reacción, y de este modo permite un reciclaje de la silicalita de titanio suspendida con el agua de reacción excedente. Por regla general, en el caso del agua citada no se trata de H_2O pura, sino de una fase acuosa de reacción que contiene componentes disueltos, dispersados o, en especial, suspendidos. Por lo tanto, el concepto “conducto de extracción de agua“ se entiende generalmente como corriente de substancias dominada de la fase de reacción acuosa en sentido del filtro. Por lo tanto, no es forzosamente necesario realizar el conducto de extracción de agua como conducto tubular: en su lugar, una instalación según la invención puede configurar dentro de sus órganos un perfil de circulación definido, que comprende una vía de circulación, a lo largo de la cual discurre la corriente másica de agua de reacción. Esto se explicará más detalladamente a continuación.

Respecto al empleo de la fuente de silicio sólida, la invención del documento se diferencia del sistema de sacrificio líquido mostrado en el documento US 7 408 080 B2. El problema de la precipitación repentina de cristales de silicio a partir de disolución sobresaturada no se presenta en el caso de empleo del producto sólido, ya que éste se disuelve casi siempre en el sistema solo en la proporción que permite su solubilidad presente. Casi tiene lugar una dosificación de silicio de alta precisión, autoreguladora, que no se puede obtener con la construcción técnica para la dosificación de la adición de una fuente de silicio líquida: incluso si se añadiera silicio líquido solo gota a gota, en el entorno inmediato de la gota se produciría una sobresaturación local con silicio en la mezcla de reacción, que podría ocasionar una reacción de precipitación. La adición del producto sólido reduce claramente el gasto técnico de dosificación con una mejora de la exactitud de dosificación.

Como sistema de sacrificio de Si son apropiados una pluralidad de productos sólidos que contienen silicio. Es especialmente preferente el empleo de ácido silícico precipitado, ya que éste – comparado con el catalizador – es económico y, por lo tanto, se puede sacrificar.

El espacio de reacción en el que se lleva a cabo la reacción no se debe extender forzosamente a un único reactor. Es concebible configurar la instalación con una cascada de reactores, es decir, con una multiplicidad de diferentes reactores conectados en serie, alimentándose cada reactor sucesivo desde el rebose de su precedente. El conducto de descarga de agua para el primer reactor se entiende entonces como una vía de circulación a lo largo de los reboses a través de los reactores sucesivos hasta el filtro.

En tanto la reacción sea polifásica, la extracción del agua de reacción requiere regularmente una separación previa de la fase acuosa. La separación de fases puede tener lugar en el propio espacio de reacción, a modo de ejemplo mediante desconexión del mecanismo de agitación, en tanto las fases se separen entre sí sucesivamente. Si éste no es el caso, o se pretende un control de procedimiento continuo, se puede asignar al reactor un separador líquido/líquido, que separa el agua a descargar del espacio de reacción junto con componentes, disueltos y/o dispersados en la misma, de los demás componentes líquidos contenidos en el espacio de reacción. La reacción y la separación de fases se efectúa entonces en diferentes órganos de la instalación. En este contexto, el conducto de extracción de agua se entiende como una vía de circulación del reactor al separador, y de éste al filtro.

De este modo, si la separación de fases se efectúa en el propio reactor, el filtro se puede incorporar ventajosamente al reactor. Un conducto tubular para la extracción de agua es entonces parcialmente prescindible, en su lugar una sección discurriría como vía de circulación a través del propio espacio de reacción, mediante lo cual se ahorran costes. El filtro puede estar realizado entonces, a modo de ejemplo, como parte de la pared del reactor.

Una forma especialmente ventajosa de realización de la invención prevé realizar el filtro como tubo filtrante, que rodea el mecanismo agitador presenten en la mayor parte de reactores a modo de camisa. El flujo a través del filtro se mantiene entonces por el mecanismo agitador. Por consiguiente, tal constelación permite el ahorro de una bomba adicional.

En el caso del filtro se trata preferentemente de un filtro de membrana con membrana cerámica, ya que tal unidad de separación es resistente frente a la disolución acuosa, amoniacal, que contiene H_2O_2, a aproximadamente 85 hasta 95ºC, como se extrae del espacio de reacción por medio del conducto de extracción de agua y se conduce a través del filtro en la amoximación.

Los filtros de membrana de corriente transversal son especialmente apropiados como filtros, ya que son capaces de separar con seguridad los catalizadores por una parte, y obtienen un alto rendimiento filtrante continuo por otra parte, y se pueden integrar de este modo en un proceso industrial fluido.

La instalación según la invención se emplea preferentemente para la puesta en práctica de una amoximación, en especial de dos fases. No obstante, las ventajas obtenidas según la invención se pueden utilizar también en otras reacciones, cuyo sistema disuelve habitualmente silicalita de titanio.

La puesta en práctica de una reacción llevada a cabo en presencia de silicalita de titanio se efectúa en la instalación según la invención como sigue:

- se extrae de la reacción agua con la silicalita de titanio disuelta y/o dispersada en la misma,
- se separa del agua la silicalita de titanio extraída a través del filtro, y se devuelve la misma a la reacción,
- se añade una fuente de silicio sólida a la reacción.

En el caso de la fuente de silicio se trata preferentemente de ácido silícico precipitado, un producto sólido que es relativamente económico.

En una forma especialmente preferente de realización de la invención, la concentración de la fuente de silicio asciende al menos a la concentración del catalizador: la proporción de la masa de la fuente de silicio respecto a la masa de silicalita de titanio asciende a 1 : 1 en la reacción. Se obtienen los mejores resultados si la proporción asciende aproximadamente a 3 : 1, es decir, a la concentración triple de silicio frente al catalizador.

La extracción de agua y la recirculación del catalizador separado se pueden efectuar periódicamente, esto es, tras desconexión previa de la instalación de agitación del reactor, de modo que se formen en el reactor fases separadas espacialmente, que simplifican la extracción de la fase acuosa. Sin embargo, es más rentable un control de procedimiento continuo; éste se consigue con ayuda de un separador líquido/líquido, que separa la fase acuosa de la reacción fuera del reactor.

El procedimiento según la invención es extraordinariamente apropiado para la puesta en práctica de reacciones alcalinas, sobre todo para la puesta en práctica de una amoximación bifásica.

La presente invención se debe explicar más detalladamente ahora por medio de un ejemplo de realización preferente con ayuda de las figuras adjuntas. A tal efecto muestran:

la figura 1: descenso de flujo de permeato en la separación de suspensión de catalizador TS-1 con membrana de cerámica sin adición de ácido silícico (estado de la técnica);

la figura 2: como la figura 1, pero con adición de ácido silícico (según la invención);

la figura 3: diagrama de circuito de una instalación con reactor aislado y filtro separado (primera forma de realización);

la figura 4: diagrama de circuito de una instalación con reactor aislado y filtro insertado en su pared (segunda forma de realización);

la figura 5: diagrama de circuito de una instalación con reactor aislado y tubo filtrante (tercera forma de realización);

la figura 6: diagrama de circuito de una instalación con cascada de reacción y separador separado (cuarta forma de realización);

la figura 7: modificación de la conversión de CDON en la instalación con y sin adición de ácido silícico.

El ensayo correspondiente a la figura 1 se describió anteriormente para la explicación del problema que motiva la invención.

Por el contrario, la figura 2 muestra como medida del rendimiento de filtración de la membrana el desarrollo de flujo de permeato tras adición de un 1,5 % de producto sólido "Sipernat 320" (un ácido silícico precipitado disponible en Evonik Degussa GmbH) a la dispersión de TS-1 (silicalita de titanio) al 1,5% bajo condiciones iguales por lo demás, como en el ensayo que sirve como base de la figura 1. Se puede identificar que el control de procedimiento según la invención ocasiona una aproximación asintótica a un flujo de permeato de Sockel casi constante, mientras que, sin adición de Sipernat, el flujo cesa a través de la membrana que se añade (véase la figura 1).

El rendimiento de separación fiable del filtro permite la construcción de una instalación para la puesta en práctica continua de una amoximación bifásica. Asimismo, también son objeto de la invención instalaciones accionadas periódicamente. En la figura 3 se representa simbólicamente una primera instalación accionada de manera periódica. Ésta comprende un reactor 1, en el que – como se enseña en el documento EP 1 316 545 B1 – se lleva a cabo una amoximación bifásica. En este procedimiento, en condiciones de (presión: 4 a 6 bar; temperatura: 95 a 105ºC) se forman en el espacio de reacción dos fases líquidas, una fase orgánica O y una fase acuosa A. La fase orgánica O se forma a partir del componente de partida ciclodecanona (abreviado: CDON) y el componente objetivo ciclododecanonoxima (abreviado: O-xim), ambos disueltos en el disolvente orgánico isopropilciclohexano (llamado: hidrocumol). La fase acuosa A contiene amoniaco disuelto (NH_3), peróxido de hidrógeno (H_2O_2), así como sales amónicas ($NH_4^+x^-$). En la fase acuosa están suspendidos silicalita de titanio (TS-1) y ácido silícico precipitado (Sipernat) con la concentración triple. El valor de pH de la fase acuosa asciende aproximadamente a 9 hasta 11. Debido a su fracción elevada en fracciones dispersadas, la fase acuosa tiene una consistencia pastosa, se habla de una suspensión. Como mediador de fases entre W y A pueden estar previstos agentes tensioactivos, como "Marlon PS 30" de Sasol Germany GmbH. En el funcionamiento de reacción normal – como se representa en la figura 3 - ambas fases O y A no están separadas espacialmente entre sí, sino que se mezclan con ayuda de un mecanismo agitador no representado en la figura 3.

Para eliminar del reactor el agua producida en la reacción, el mecanismo agitador se desconecta mientras tanto, de modo que las fases sedimentan una sobre otra como se representa. Acto seguido se bombea la suspensión del espacio de reacción con ayuda de una bomba 2 a lo largo de un conducto de extracción de agua 3, y se transporta a un filtro de membrana de corriente transversal 4. La temperatura de la fase acuosa A en el conducto de extracción de agua 3 asciende de aproximadamente 85ºC a 95ºC antes del filtro 4. La membrana filtrante cerámica del filtro de corriente transversal 4 separa de la fase acuosa los productos sólidos TS-1 y Sipernat derramados con el agua. El retentato R que contiene TS-1 y Sipernat se recicla en el reactor 1 como suspensión concentrada a lo largo de un conducto de recirculación 5. El permeato que contiene agua, amoniaco y sales amónicas llega ulteriormente a través de un conducto de permeato 6 a un destilador 7. Éste recupera amoniaco disuelto concentrado en agua; este último llega de nuevo a la reacción a través de un conducto de recirculación de amoniaco 8. El agua residual con las sales amónicas disueltas en la misma abandona la instalación a través de un conducto de descarga de agua 9. Una vez

concluido el ciclo de recuperación, se conecta de nuevo el mecanismo agitador y se continúa la reacción con agua mezclada. El cambio de estados de funcionamiento se efectúa periódicamente. Para guiar el proceso continuamente se debían conectar en paralelo dos reactores, de los cuales respectivamente uno se encuentra siempre en funcionamiento de reacción, mientras que el otro recicla.

La instalación representada en sección en la figura 4 alcanza un grado de integración más elevado. El filtro 4 está insertado en este caso en la pared del reactor 1, lo que ahorra conducto tubular. Una sección (muy corta) del conducto de extracción de agua 3 discurre como vía de circulación 30 dentro de la parte del espacio de reactor que toma la fase acuosa A. Una ventaja de esta configuración consiste en que, en ausencia de una sección de conducto tubular entre espacio de reacción y filtro no se produce prácticamente pérdida de presión; la presión de reacción (4 a 6 bar) carga directamente la membrana del filtro 4, lo que aumenta el flujo de permeato en comparación con la forma de realización mostrada en la figura 3. El conducto de recirculación 5 para retentato R puede ser entonces insuficiente.

En la forma de realización mostrada en la figura 5, frente a la instalación mostrada en la figura 4 se puede incluso evitar la bomba; esto se consigue por que el filtro está realizado en forma de un tubo filtrante cilíndrico 40, que envuelve el mecanismo agitador 10, necesario de por sí en el reactor 1. El mecanismo agitador 10 rotatorio coaxialmente respecto al tubo filtrante 40 genera, dentro del espacio de reacción, un perfil de circulación que comprende, a lo largo de una vía de circulación 30, una corriente másica de agua de reacción a través de la membrana del tubo filtrante 40. La corriente másica de retentato R vuelve directamente al espacio de reacción a través del tubo filtrante 40. De este modo, el conducto de recirculación 5 corresponde a una vía de circulación no canalizada.

Los ejemplos de realización explicados anteriormente muestran una separación limpia entre fase orgánica O y fase acuosa A dentro del espacio de reacción. Esto es deseable, ya que, por principio, el filtro 4 no es apropiado para la separación de fases. En tanto la reacción no tenga lugar entre fases separadas espacialmente, es necesaria una separación de fases, por ejemplo mediante desconexión periódica del mecanismo agitador 10. Este control de procedimiento discontinuo es poco rentable en la amoximación bifásica; se debe pretender un funcionamiento continuo, que permite la instalación mostrada en la figura 6:

El espacio de reacción de esta instalación está distribuido en tres reactores 1a, 1b, 1c, que están conectados en serie para dar una cascada. El reactor secundario y terciario 1b y 1c se alimentan respectivamente a partir del rebose 11 del precedente 1a, o bien 1b. La temperatura del reactor aumenta dentro de la cascada 1a, 1b, 1c de reactor a reactor, para acrecentar la solubilidad de la oxima en el hidrocumol. Las fases A y O no están separadas espacialmente entre sí dentro de los reactores 1a, 1b, 1c, sino que se mezclan continuamente entre sí. Si embargo, para poder extraer agua, al último reactor 1c está asignado un separador líquido/líquido 12, que efectúa la separación de fases fuera del espacio de reacción. El separador 12 detiene la circulación y presenta en su zona inferior una sección cónica, en la que sedimenta la fase acuosa más pesada A. Desde el vértice de la sección cónica, el conducto de extracción de agua 3 se realiza como conducto tubular; partiendo de la fase A distribuida espacialmente en la cascada hasta el citado vértice, el conducto de extracción de agua se entiende como vía de circulación 30 a través de los reactores 1a, 1b, 1c, a lo largo de sus reboses 11 hasta el separador 12. El conducto tubular 3 conduce ulteriormente el agua de reacción A a través de la bomba 2 hasta el filtro 4, donde se filtra el retentato R para el reciclaje del catalizador a través del conducto de recirculación 5. Por lo demás, la filtración del retentato se puede efectuar también antes de la separación de fases, entonces se puede disponer un separador líquido/líquido en el conducto de recirculación.

Gracias a la adición de ácido silícico precipitado, la instalación ya explicada permite una puesta en práctica continua de una amoximación bifásica con una conversión de CDON casi constante:

De este modo se investigó la influencia de la adición de Sipernat sobre la reacción de CDON con NH_3 (al 25 %) y H_2O_2 (al 50 %) en suspensión de catalizador TS-1 en un sistema agua/hidrocumol para dar la oxima. La reacción de la corriente de alimentación de 1,82 kg/h de CDON se efectuó en un perfil de temperaturas creciente de manera escalonada de 90 a 105ºC en una cascada de tres reactores de caldera de agitación, respectivamente con 10 l de contenido de espacio de reactor, una subsiguiente separación de fases para la separación de producto en un decantador separado, y una subsiguiente filtración en membrana para la separación de la fase acuosa bajo recirculación de la suspensión de catalizador en la cascada de reactores. En el ejemplo según la invención se dispuso en el sistema una masa de catalizador TS1 de 1 kg, además de 2 kg de ácido silícico precipitado de tipo Sipernat.

En el ejemplo contrario se suprimió el Sipernat. Se descargaron del sistema respectivamente 900 ppm de SiO_2 aus con el agua amoniacal y de reacción con una corriente másica de 2,56 kg/h. Mediante esta descarga, el catalizador

sin sistema de sacrificio (ejemplo contrario) se había disuelto después de 700 h en tal medida, que la conversión de CDON se había reducido de originalmente un 98-99 % a un 40 %. Con la adición de una cantidad de ácido silícico precipitado, que es mayor que la cantidad de SiO_2 descargada del sistema (ejemplo según la invención), se obtiene el catalizador TS-1. La figura 7 ilustra el descenso de conversión de CDON sin adición de un sistema de sacrificio de Si en comparación con un sistema según la invención, al que se añadió el sistema de sacrificio de Si Sipernat.

REIVINDICACIONES

1.- Instalación para la puesta en práctica de reacciones químicas, con al menos un reactor (1), cuyo espacio de reacción contiene peróxido de hidrógeno y silicalita de titanio, caracterizada por que

a) el espacio de reacción contiene una fuente de silicio sólida,

b) la instalación comprende un conducto de extracción de agua (3), que está configurado para evacuar agua del espacio de reacción junto con componentes disueltos y/o dispersados en la misma,

c) el conducto de extracción de agua (3) conduce a un filtro (4) que separa componentes disueltos y/o dispersados en el agua,

d) la instalación comprende un conducto de recirculación (5) que está configurado para devolver al espacio de reacción los componentes separados por medio del filtro (4), y

e) al reactor (1) está asignado un separador líquido/líquido (12), que separa el agua descargada del espacio de reacción junto con componentes disueltos y/o dispersados en la misma de los demás componentes líquidos que se encuentran en el espacio de reacción.

2.- Instalación según la reivindicación 1, caracterizada por que, en el caso de la fuente de silicio sólida, se trata de ácido silícico precipitado.

3.- Instalación según la reivindicación 1 o 2, caracterizada por una pluralidad de reactores conectados en serie para dar una cascada (1a, 1b, 1c).

4.- Instalación según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por que el filtro (4) está integrado en el reactor (1), tratándose en el caso del conducto de extracción de agua, al menos por secciones, de una vía de circulación (30) dentro de un perfil de circulación formado en el reactor (1).

5.- Instalación según la reivindicación 4, caracterizada por que el filtro (4) está integrado en la pared del reactor.

6.- Instalación según la reivindicación 4, estando provisto el reactor (1) con un mecanismo agitador (10), caracterizado por que el filtro (4) está realizado como un tubo filtrante (40) que envuelve el mecanismo agitador (10).

7.- Instalación según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizada por que, en el caso del filtro (4), se trata de un filtro de membrana con membrana cerámica.

8.- Instalación según la reivindicación 7, caracterizada por que, en el caso del filtro (4), se trata de un filtro de corriente transversal.

9.- Empleo de una instalación según una de las reivindicaciones 1 a 8 para la puesta en práctica de una amoximación, en especial una amoximación bifásica.

10.- Procedimiento para la puesta en práctica de una reacción llevada a cabo en presencia de silicalita de titanio, caracterizado por que en control de procedimiento continuo se extrae de la reacción agua con silicalita de titanio disuelta y/o dispersada, por que la silicalita de titanio extraída se separa del agua a través de un filtro y se devuelve a la reacción, y por que se añade una fuente de silicio sólida a la reacción.

11.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizada por que, en el caso de la fuente de silicio sólida, se trata de ácido silícico precipitado.

12.- Procedimiento según la reivindicación 10 u 11, caracterizado por que la proporción de la masa de la fuente de silicio respecto a la masa de silicalita de titanio asciende a 1 : 1 o a un valor mayor, de modo preferente aproximadamente 3 : 1.

13.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 10 a 12, caracterizado por que la extracción de agua y la recirculación de la silicalita de titanio separada se efectúan continuamente.

14.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 10 a 12, caracterizado por que la reacción se lleva a cabo bajo condiciones alcalinas.

15.- Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado por que, en el caso de la reacción, se trata de una amoximación, en especial una amoximación bifásica.

16.- Empleo de una fuente de silicio sólida como sistema de sacrificio para la detención del proceso de disolución de un catalizador de silicalita de titanio.

17.- Empleo según la reivindicación 16, caracterizado por que, en el caso de la fuente de silicio sólida, se trata de ácido silícico precipitado.

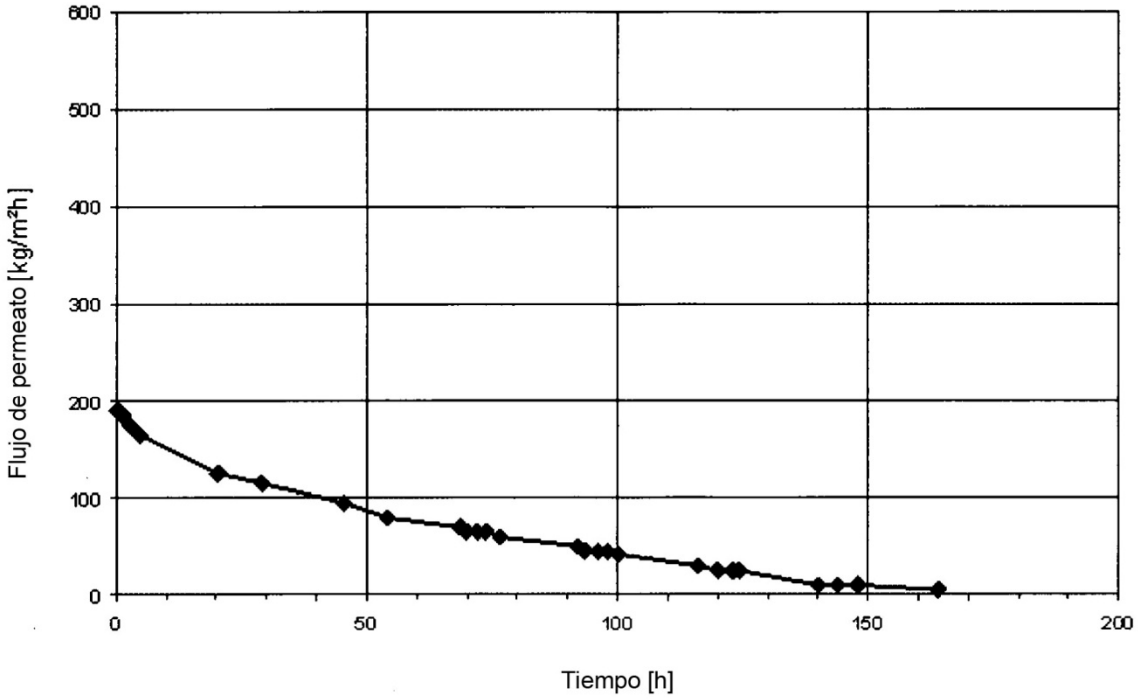
600
500
400
300
200
100
0
Flujo de permeato [kg/m²h]
0
50
100
150
200
Tiempo [h]

Fig. 1

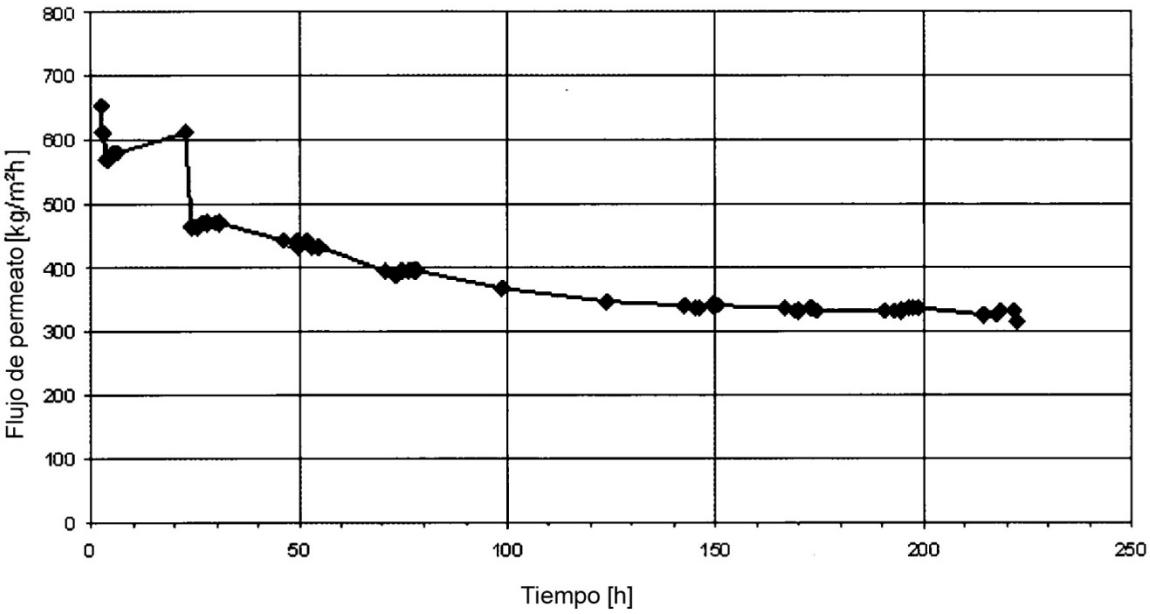
800
700
600
500
400
300
200
100
0
Flujo de permeato [kg/m²h]
0
50
100
150
200
250
Tiempo [h]

Fig. 2

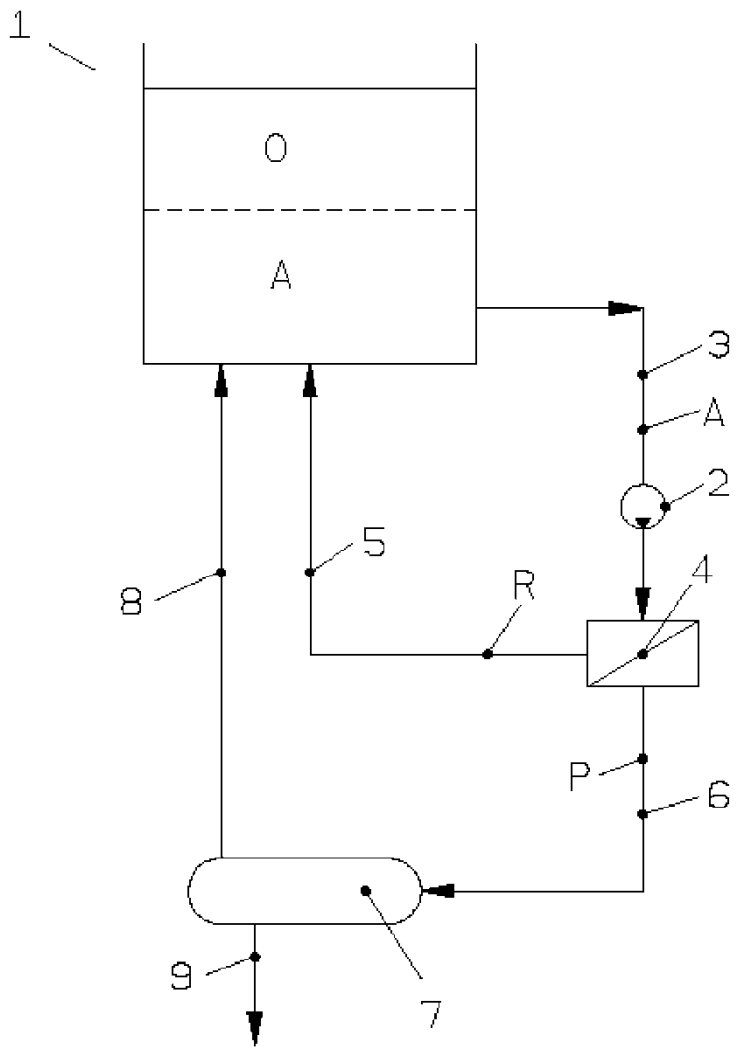

Fig.3

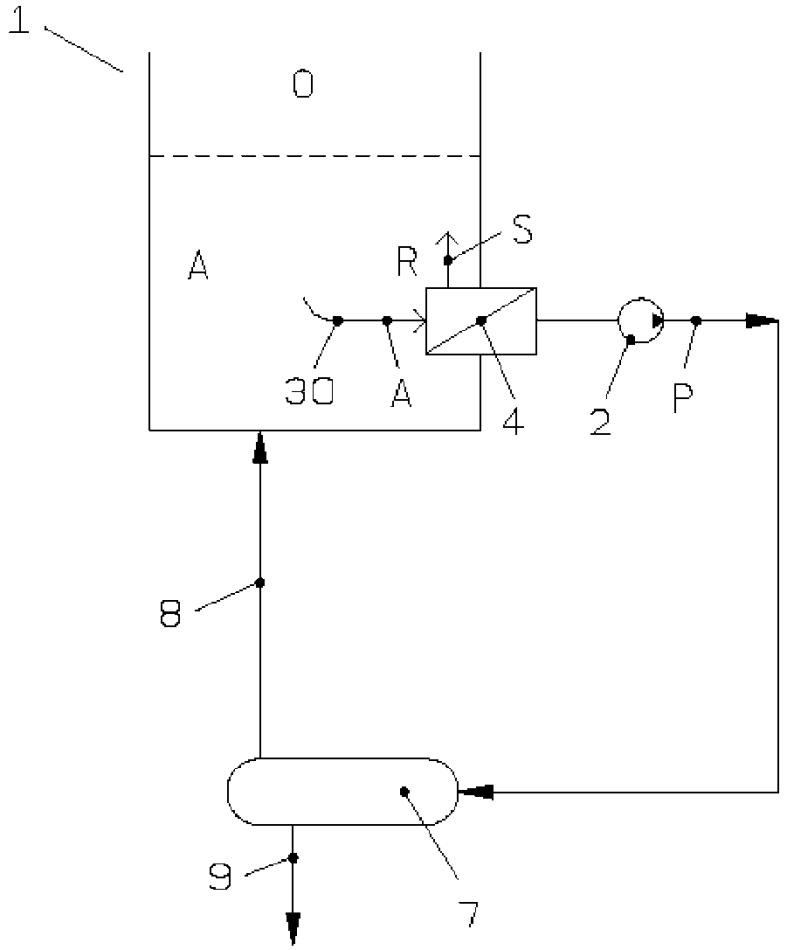

Fig.4

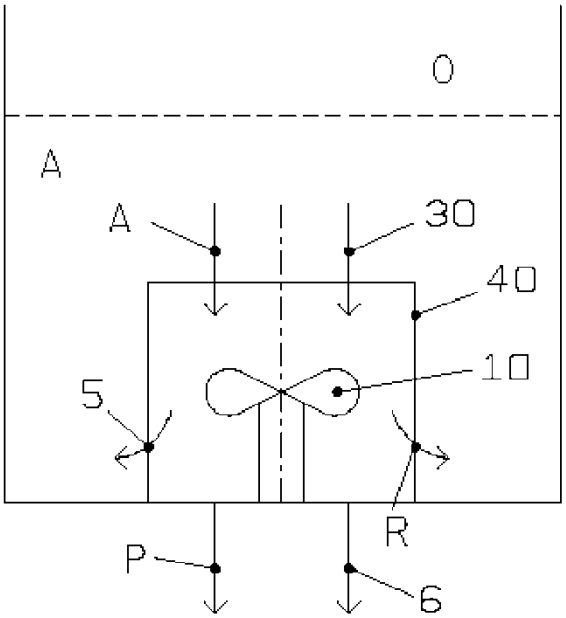

Fig.5

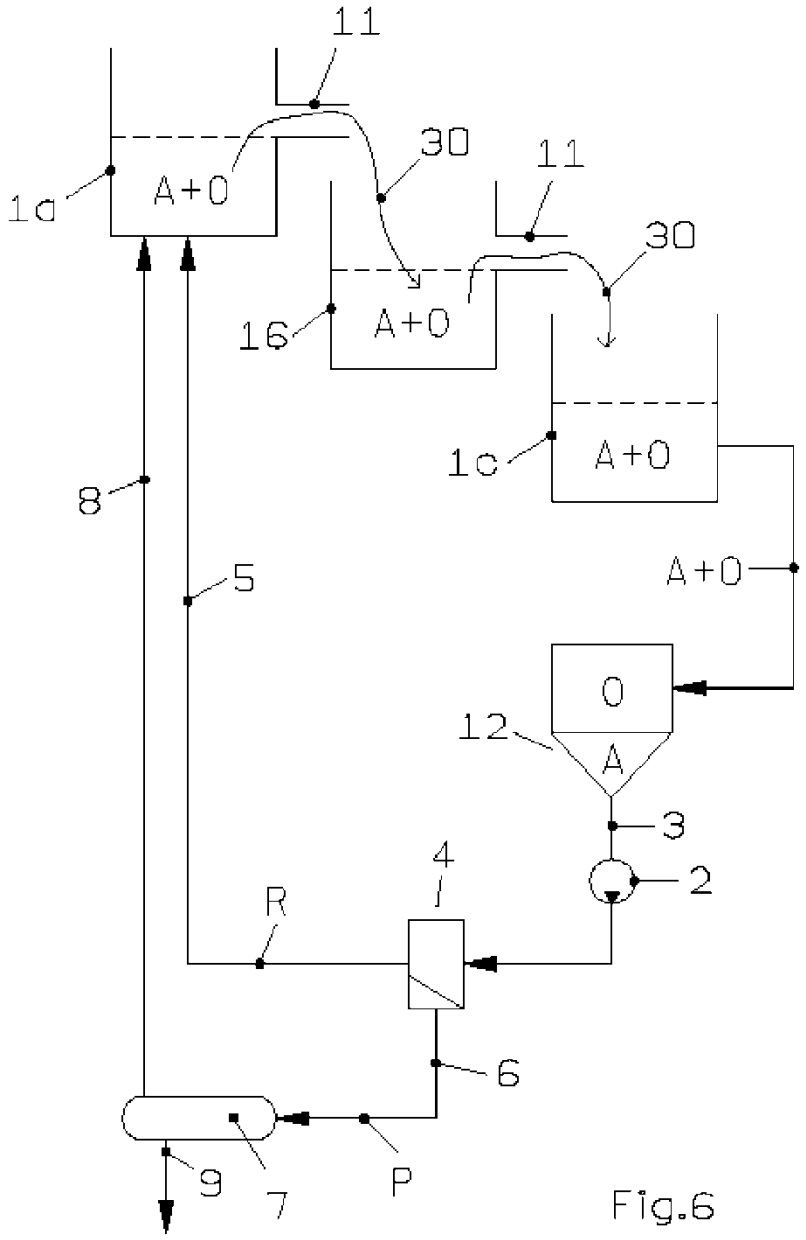

Fig.6

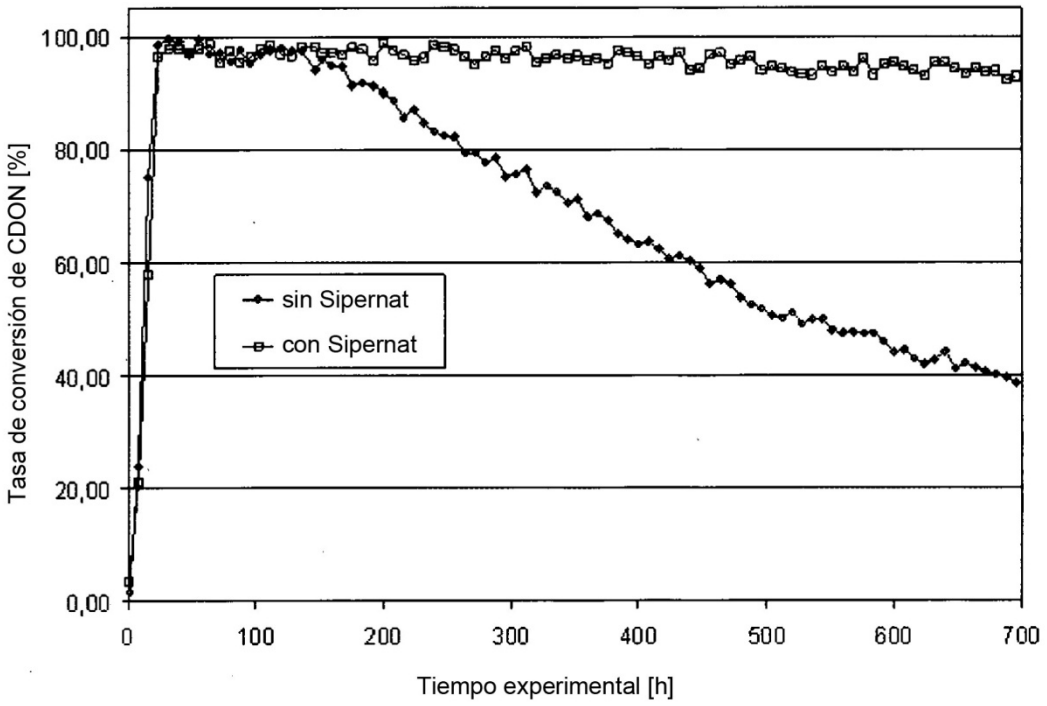
100,00
80,00
60,00
40,00
20,00
0,00
Tasa de conversión de CDON [%]
sin Sipernat
con Sipernat
0
100
200
300
400
500
600
700
Tiempo experimental [h]

Fig. 7