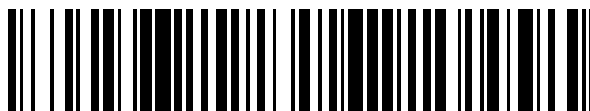


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 761 268**

51 Int. Cl.:

C01B 15/029 (2006.01)

B01J 19/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.08.2014 PCT/EP2014/002156**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.02.2015 WO15022062**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.08.2014 E 14772062 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.10.2019 EP 3038975**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para la realización de una reacción entre al menos dos reactivos**

30 Prioridad:

15.08.2013 DE 102013108832

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

19.05.2020

73 Titular/es:

**KARLSRUHER INSTITUT FÜR TECHNOLOGIE
(KIT) (100.0%)
Kaiserstrasse 12
76131 Karlsruhe, DE**

72 Inventor/es:

**KRAUT, MANFRED;
DITTMAYER, ROLAND y
VANKAYALA, BHANU**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 761 268 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

Procedimiento y dispositivo para la realización de una reacción entre al menos dos reactivos

La invención se refiere a un procedimiento y a un dispositivo para la realización de una reacción entre al menos dos reactivos según la primera, o bien cuarta reivindicación. Ésta se refiere también a la síntesis continua de productos básicos e intermedios químicos, en especial de síntesis directa de peróxido de hidrógeno H_2O_2 a partir de los eductos gaseosos oxígeno O_2 e hidrógeno H_2 , preferentemente con ayuda de procedimientos catalíticos.

En numerosas reacciones químicas, en especial en reacciones exotérmicas, como por ejemplo una síntesis directa de peróxido de hidrógeno H_2O_2 a partir de los eductos gaseosos oxígeno O_2 e hidrógeno H_2 , se presentan problemas fundamentales, que se deben considerar en una realización técnica, o limitan la misma. En especial se debe contar con reacciones secundarias no deseadas, que se fomentan por condiciones de concentración desfavorables, en especial inhomogéneas, de eductos y productos de reacción en el espacio de reacción. En el caso de síntesis directa de H_2O_2 , las citadas inhomogeneidades favorecen la formación de mezclas gaseosas explosivas, que conduce a estados de operación peligrosos en una instalación. Otro problema se basa en resistencias al transporte de sustancias en corrientes, en especial si se deben dosificar gases en líquidos. Debido al sistema, las influencias aumentan con el tamaño del volumen de reacción relacionado, empleado para la reacción en cada caso.

Partiendo de tales limitaciones y peligros, por ejemplo en [1] se describe un sistema de reactor en el que una mezcla previa y una reacción subsiguiente se dividieron en una variedad de micromezcladores, o bien microrreactores conectados en paralelo. Por consiguiente, los procesos en el sistema de reacción están divididos en unidades menores más controlables, con lo que no solo se puede realizar un control de temperatura en la reacción, y el circuito en paralelo produce un aumento de la conversión de reacción alcanzable, sino que también se puede reducir el peligro de una formación de inhomogeneidades y mezclas gaseosas explosivas citada anteriormente.

Además, en [2] se describe un reactor de microestructura en el que se conducen dos eductos en grupos de microcanales dispuestos en paralelo entre sí. En este caso se introduce de manera desplazada localmente, y de este modo también temporalmente, un educto a través de varios orificios de sobrecorriente dispuestos de manera consecutiva en la corriente del otro educto, produciéndose en la corriente en los microcanales una reacción gradual para dar una corriente de productos de reacción. La concentración de uno de ambos reactivos aumenta a lo largo de la longitud de la corriente de productos de reacción, mientras la de los otros reactivos desciende. La dosificación desplazada localmente, y de este modo también temporalmente, de un educto en la otra corriente de eductos posibilita aún una mejor controlabilidad de la reacción entre ambos eductos.

La síntesis directa para la producción de peróxido de hidrógeno a partir de los eductos H_2 y O_2 es un reto especial en el control de ensayo.

En [3] se da a conocer a modo de ejemplo tal síntesis directa para la producción de peróxido de hidrógeno, en la que se hacen reaccionar los eductos gaseosos H_2 y O_2 con un catalizador para dar H_2O_2 líquido. La reacción se realiza siempre en presencia de un disolvente, en el que está suspendido al menos un metal noble, en especial paladio, como catalizador. El peligro de explosión se atenúa limitándose la concentración de H_2 en la fase gaseosa como máximo a 5 %. El reactor descrito comprende un lecho fluidizado, en el que la saturación de la película líquida delgada sobre el catalizador sólido se consigue estando ésta en contacto abierto con la fase gaseosa.

Para la síntesis directa de peróxido de hidrógeno se propusieron reactores de membrana que distribuyen una introducción de los eductos en la reacción y aumentan la seguridad y la selectividad del procedimiento.

De este modo, en [4] se informa sobre el empleo de estas capas de membrana a partir de aleaciones de paladio, a través de las que se introdujo con dosificación el H_2 requerido para la reacción en un líquido saturado con oxígeno. En este caso, la reacción se efectuó en la superficie de la membrana de paladio del lado del líquido, sobre las que se aplicaron aún diversas capas a tal efecto para aumentar la selectividad de la reacción.

Además, por ejemplo en [5] se describen membranas porosas en las que se introdujeron paladio como catalizador en forma de nanopartículas metálicas, para la síntesis directa de H_2O_2 . En éste concepto se introduce con dosificación H_2 o O_2 sin burbujas a través de una membrana porosa en la disolución de reacción saturada con el otro educto en cada caso. La reacción se efectúa dentro de la capa cubriente de la membrana porosa, en la que se encuentra el catalizador.

Las variantes descritas en [5], en las que el hidrógeno o el oxígeno se añade con dosificación a través de membranas tubulares a lo largo de la zona de reacción, adolecen de una resistencia al transporte de sustancias relativamente elevada (transferencia de sustancias gas/líquido y difusión en la fase líquida) debida al diámetro interno relativamente grande de membranas habituales técnicamente. Además, en el procedimiento propuesto, el grado de conversión alcanzable en el paso a través del reactor está limitado por la solubilidad de gases bajo las condiciones en el saturador preconectado, de modo que se requiere una recirculación a presiones de sistema aceptables para llegar al intervalo de concentraciones de peróxido de hidrógeno interesantes técnicamente (>3 % en peso). Esto está relacionado por una parte con un gasto técnico relativamente elevado. Por otra parte se hace reaccionar solo una parte de oxígeno añadido con dosificación. El resto se pierde en el saturador en la

descompresión antes de la recirculación de la fase líquida, o se debería recuperar a partir de la corriente gaseosa con gasto considerable.

También [6] y [7] dan a conocer reactores catalíticos para la síntesis directa de peróxido de hidrógeno con adición sucesiva de H_2 . Los objetivos de esta adición sucesiva son el cumplimiento controlado de una proporción de concentración O_2/H_2 a lo largo del reactor en un intervalo óptimo, y simultáneamente la minimización de la cantidad de O_2 no transformado, que se debe separar y recircular de nuevo a partir de la reacción. En el caso de adición sucesiva de H_2 respectivamente antes de un segmento de reactor de una cascada de reactores se produce el inconveniente de que no se pueden excluir mezclas gaseosas explosivas en los puntos de adición y corriente abajo.

Además, [8] y [9] describen conceptos de reactor que utilizan diversas membranas para la dosificación distribuida de dos eductos diferentes en microcanales, para optimizar su proporción de concentración a lo largo del eje del reactor para la reacción en una superficie catalíticamente activa. La dosificación distribuida se efectúa para ambos eductos en el mismo tramo del reactor a través de paredes permeables opuestas. No obstante, en estos conceptos no se efectúa una separación de eductos gaseosos. Mediante el empleo de microestructuras se reduce ciertamente el peligro de explosiones. No obstante, no se puede partir de una seguridad inherente, en especial a las presiones de sistema relativamente elevadas para la síntesis directa de peróxido de hidrógeno.

[11] describe además un procedimiento y un dispositivo para la producción de peróxido de hidrógeno, en el que se introducen hidrógeno y oxígeno mezclados en varias entradas respectivamente en una zona de reacción, y se descarga el producto de reacción a través de una salida. En relación con la zona de reacción, corriente abajo a las entradas se alimentan agentes de temperado para el temperado de la reacción de peróxido de hidrógeno.

Partiendo de ello, la tarea de la invención consiste en configurar un procedimiento y un dispositivo para la realización de una reacción entre al menos dos reactivos, en especial H_2 y O_2 en una zona de reacción, para dar un producto de reacción, en especial peróxido de hidrógeno H_2O_2 , de modo que los inconvenientes y limitaciones citados anteriormente se reduzcan al menos significativamente. En especial se reducirá el peligro de reacciones secundarias no deseadas, y en este caso se aumentará la velocidad de reacción.

La tarea se soluciona mediante un procedimiento y un dispositivo con las características de las reivindicaciones independientes 1, o bien 4. Las reivindicaciones subordinadas relacionadas con ello reproducen configuraciones ventajosas.

Para la solución de la tarea se proponen un procedimiento y un dispositivo para la realización de una reacción entre al menos dos reactivos (eductos) en al menos una zona de reacción para dar un producto de reacción. De modo preferente, en el caso de varias zonas de reacción, éstas están conectadas preferentemente de manera idéntica y en paralelo entre sí. La reacción se desarrolla continuamente en la zona de reacción bajo formación de un flujo de reacción hasta al menos un flujo, de modo preferente exactamente una descarga para el producto de reacción. En este caso se forma una zona de reacción a través de un canal, preferentemente un microcanal con dimensiones de sección transversal máximas (diámetro, longitud de canto, etc.) por debajo de 5 mm, preferentemente por debajo de 1 mm, sirviendo al menos un extremo de canal abierto como descarga. En este caso, la zona de reacción presenta entradas alternantes para los reactivos en la pared del canal a lo largo del flujo de reacción; los reactivos se introducen en el flujo de reacción a través de las entradas a través de la extensión de la zona de reacción. El flujo de reacción transcurre en la zona de reacción preferentemente a lo largo de un eje del reactor, que una preferentemente los puntos medios de sección transversal de la zona de reacción entre sí.

El flujo de reacción se forma a través de una disolución de reacción líquida que circula continuamente, es decir, comprende el sector de la zona de reacción, en el que tiene lugar una reacción de al menos dos, de modo preferente exactamente dos reactivos, o de un producto intermedio, para dar el producto de reacción. Se forma un producto intermedio, a modo de ejemplo, mediante reacción de reactivos en la zona de reacción como precursor para dar un producto de reacción. Los reactivos son líquidos o gaseosos. Los productos de reacción en el flujo de reacción son igualmente líquidos o gaseosos.

En la disolución de reacción, que puede estar saturada preferentemente con un reactivo, está suspendido o disuelto preferentemente un catalizador como partículas, gas o líquido. Además de catalizadores fijos (revestimiento de pared de canal, microlecho sólido), también se emplean partículas de catalizador suspendidas transportadas a través del sistema, o bien catalizadores disueltos de manera homogénea, con lo que se obtiene de modo ventajoso una presencia volumétrica de catalizador en el flujo de reacción total. Como catalizador se emplean sobre todo metales nobles, en especial oro y paladio, así como aleaciones, convencionalmente sobre diversos soportes. Preferentemente se emplea Pd sobre C, Pd sobre soportes de silicato, preferentemente sobre soportes zeolíticos, de modo más preferente sobre silicalita de titanio.

Una configuración alternativa prevé entradas separadas para el catalizador. La entrada de catalizador se efectúa preferentemente en el sentido del flujo de reacción antes de la entrada de al menos el reactivo introducido en último lugar, que participa en una reacción catalítica para dar el producto de reacción o un producto de reacción intermedio. De este modo se asegura de modo ventajoso que el reactivo introducido en el catalizador ya en el primer contacto de todos los reactivos que participan en una reacción entre sí, es decir, ya inmediatamente en la entrada para los

reactivos introducidos en último lugar, esté ya disuelto y/o suspendido, es decir, distribuido uniformemente en la reacción, y en este caso influya ya inmediatamente sobre la reacción.

- 5 Es esencial un mezclado de reactivos alternante orientado en el flujo de reacción a través de entradas alternantes, con lo que, a través de la extensión total del flujo de reacción, se mantiene una reacción continua. Esto va acompañado de una dosificación distribuida alternativamente de al menos dos, de modo preferente exactamente dos reactivos gaseosos diferentes en tramos consecutivos de un aparato microestructurado, preferentemente a través de membranas porosas o microtamices, en el flujo de reacción. Como resultado de la dosificación reiterada distribuida alternativamente citada anteriormente y de la reacción se obtiene un perfil de diente de sierra de concentración de los reactivos disueltos en la fase líquida en la zona de reacción.
- 10 Las entradas se forman preferentemente mediante elementos de tamizado, membranas u otras resistencias de circulación, que impiden una entrada incontrolada a favor de una entrada por difusión de los reactivos. De este modo, en especial en el caso de una adición de reactivos gaseosos en una reacción líquida no solo se suprime eficazmente una formación de fracciones de gas en la reacción, sino que también el flujo de reactivos se limita ventajosamente a través de la capacidad de absorción de la reacción. La estequiometría de la reacción limitante se
- 15 mantiene.
- En especial en una síntesis de peróxido de hidrógeno H_2O_2 , ambos reactivos H_2 y O_2 son gaseosos antes de un mezclado, entran en contacto con el producto de reacción líquido en las entradas, y se difunden espontáneamente en éste. En la síntesis de H_2O_2 , el catalizador está suspendido preferentemente en la disolución de reacción.
- 20 Especialmente mediante la entrada alternante respectivamente de solo un reactivo a intervalos previstos en combinación con el consumo efectuado inmediatamente de reactivos en el flujo de reacción, en el caso de progreso continuo de la reacción se produce un perfil de concentración de tipo diente de sierra de los reactivos que aún no han reaccionado en un intervalo de concentración limitado especialmente ventajoso a lo largo del eje del canal, lo que favorece una reacción estequiométrica, y de este modo óptima. El intervalo de concentración se extiende preferentemente alrededor del valor de concentración en la estequiometría, y es inferior o se sobrepasa por uno de
- 25 los reactivos según dosificación. Las distancias entre dos entradas, la respectiva corriente volumétrica de reactivos a través de las entradas y el flujo de reacción, así como la velocidad de reacción en el flujo de reacción, influyen sobre el perfil de concentración, y de este modo la amplitud del intervalo de concentración citado anteriormente.
- En este caso se efectúa una entrada de uno de ambos reactivos en los puntos en el flujo de reacción en los que el perfil de concentración de tipo diente de sierra de estos reactivos presenta respectivamente un mínimo, y en este
- 30 caso se produce una subconcentración (defecto) recurrente de estos reactivos en la reacción. Una subconcentración frente a una estequiometría de reacción ocasiona ventajosamente una aceleración de reacción en el caso de una entrada de los reactivos subrepresentados, con la aproximación a la proporción estequiométrica. No obstante, ya que mediante el progreso de la reacción se presenta solo otro componente en exceso, éste se debe dosificar posteriormente de nuevo.
- 35 Es especialmente ventajosa una dosificación alternante de al menos dos reactivos en una pared a lo largo de la corriente de reacción de una zona de reacción. La dosificación y saturación de la disolución de reacción a través de los reactivos se efectúa en este caso de manera alternante a través del mismo lado, de modo que siempre se alcanza la denominada concentración de Henry (la presión parcial de un reactivo gaseoso es proporcional a la concentración de reactivos en el producto de reacción líquido) del gas de saturación en la entrada (preferentemente
- 40 en la membrana o en el elemento de tamizado), y esta concentración entra en la corriente de reacción como cola. La velocidad de reacción depende de la concentración de reactivos, por consiguiente es máxima con el mezclado inmediatamente en las entradas, es decir, de modo preferente en el caso de una saturación, y desciende con la reacción. La alimentación de un reactivo se alterna preferentemente siempre que la velocidad de reacción haya alcanzado un límite inferior, es decir, sea demasiado reducida.
- 45 Mediante las medidas citadas anteriormente aumenta la selectividad para el producto de reacción, como por ejemplo peróxido de hidrógeno, en la síntesis directa en el caso de grado de conversión elevado. Además, de este modo se obtiene tanto un control de procedimiento seguro, como también un rendimiento espacio-tiempo elevado. El rendimiento espacio-tiempo elevado favorece además una forma de construcción compacta, un empleo preferente de microcanales como volúmenes de reacción favorece una realización como instalaciones modulares.
- 50 La zona de reacción está configurada como microcanal, o bien variedad de microcanales. Las resistencias al transporte de sustancias en el sistema se mantienen reducidas fuera de las entradas a través de dimensiones laterales reducidas de los canales de circulación en combinación con una superficie de pared elevada por volumen de líquido (microcanales). Esto último permite una alimentación eficiente de eductos también en forma exenta de burbujas según el principio de un contactor de membrana.
- 55 La invención comprende, además de un dispositivo y un procedimiento para la puesta en práctica de una reacción entre al menos dos reactivos en una zona de reacción para dar un producto de reacción con todas o una parte de las características citadas anteriormente, también un empleo del dispositivo y del procedimiento, en especial para la producción de peróxido de hidrógeno a partir de hidrógeno y oxígeno.

La invención se explica más detalladamente a continuación por medio de formas de realización con las siguientes figuras. Muestran

5 Las Fig. 1a a c representaciones básicas de formas de realización con entradas opuestas desplazadas para la realización de una reacción entre al menos dos reactivos en una zona de reacción para dar un producto de reacción como pila de láminas en vistas de sección (a, c) y una representación en sección (b),

Las Fig. 2a y b posibles configuraciones de las entradas,

Las Fig. 3a a d representaciones básicas de formas de realización con entradas dispuestas alternativamente en un lado de la zona de reacción,

10 La Fig. 4 una representación de las concentraciones de productos de reacción A y B, así como de la velocidad de reacción a través de la extensión de la zona de reacción a lo largo del flujo de reacción.

15 La forma de realización del dispositivo representada en las Fig. 1a y b muestra de manera ejemplar una estructura de dispositivo como pila de láminas, en las que las entradas de ambos reactivos se encuentran en paredes opuestas de la zona de reacción. En una primera lámina 1, respectivamente en un avance se encuentra la zona de reacción 2, en la que se indica en cada caso el sentido del flujo de reacción con una flecha 3. En este caso, la flecha sigue el eje de reacción de la zona de reacción (eje de simetría de la zona de reacción, referido a la sección transversal de la zona de reacción). La zona de reacción está abierta en el sentido de la descarga de producto de reacción 4. La zona de reacción limita – como se representa en la Fig 1a. – a ambos lados en capas intermedias 5 con entradas 6 incorporadas como avances para dos flujos de reactivos 7 y 8 a partir de un canal distribuidor 9, o bien 10 respectivamente. Los canales distribuidores están incorporados a su vez como ranuras en las segundas láminas 11. 20 Las primeras láminas 1 y/o las capas intermedias 5 son colindantes directamente con la zona de reacción, y están fabricadas preferentemente a partir de un material catalizador.

25 Las láminas presentan respectivamente un grosor preferente de 0,2 a 3 mm, de modo más preferente entre 0,3 y 1,0 mm, además preferentemente entre 0,4 y 0,8 mm. Ya que la zona de reacción se forma como microcanal a través de un avance en la primera lámina, el espesor de lámina corresponde a una dimensión de sección transversal lateral de la zona de reacción.

30 La disposición representada en la Fig. 1a muestra un plano del módulo de reacción con un volumen de reacción y respectivamente solo un canal distribuidor para los reactivos. Una configuración según la Fig. 1c prevé una integración de varios planos del módulo de reacción en la pila de láminas citada anteriormente. Los canales distribuidores para los reactivos se reúnen preferentemente entre dos volúmenes de reacción 1 para dar canales distribuidores comunes 12, a partir de los cuales las entradas desembocan a ambos lados en un volumen de reacción respectivamente.

35 La Fig. 1b muestra una representación de sección en vista superior A-A (véase la Fig. 1a) a la altura del volumen de reacción 1. En este caso, varios de los volúmenes de reacción representados en la Fig. 1a están dispuestos en yuxtaposición, estando previstos canales de fluido 13 entre éstos para el temperado de los flujos de reacción. Un fluido temperado, preferentemente un fluido refrigerado, penetra en canales de fluido representados en la Fig.1b de modo preferente ortogonalmente al plano de la imagen, es decir, en corriente cruzada respecto a los flujos de reacción. La disposición según la Fig 1b es apropiada en principio también para varios planos de módulo de reacción, como se reproducen en la Fig. 1c.

40 En una configuración no representada explícitamente se reúne la primera lámina y una lámina intermedia para dar una lámina estructurada común.

45 Los avances representados en la Fig. 1a en las láminas intermedias están abiertos, pero en este caso recubiertos con una membrana (véase la Fig. 3b) o una rejilla 14 (véase la Fig. 2a), alternativamente un elemento de poros abiertos 15 (Fig. 2b), para evitar un reflujos de sustancias líquidas del flujo de reacción a los canales distribuidores 9 y 10 para los reactivos, preferentemente gaseosos. De modo preferente, el peligro de un reflujos se reduce adicionalmente mediante una tensión superficial presente entre fase gaseosa y líquida. Como se representa en la Fig. 2a, la rejilla 14 se aplica preferentemente en plano sobre la capa intermedia 5, y se une con un procedimiento de juntas (por ejemplo unión por difusión) para dar un bimaternal, antes de integrar éste en la pila de láminas que cubre el dispositivo. Por el contrario, la configuración según la Fig. 2b prevé elementos de poros abiertos 15 en las entradas, que se encajan como elementos en los avances de la capa intermedia, o son partes de la capa intermedia como zonas de poros abiertos. Membrana, rejilla o elementos de poros abiertos se producen preferentemente a partir de un material catalizador.

50 Por el contrario, las Fig. 3a a d representan realizaciones en las que las entradas para dos reactivos están dispuestas en serie y alternativamente en al menos una pared común de la zona de reacción.

55 Las Fig. 3a y b representan una realización en la que los canales colectores 9 y 10 (para primer, o bien segundo flujo de reactivos 7, o bien 8) a ambos lados de la zona de reacción 2 (no se encuentra en el plano de sección y se indica a trazos). De los canales colectores se ramifican dedos distribuidores 16, que se extienden sobre el volumen de

reacción 1 a través de las entradas 6. La Fig. 3b muestra en una sección transversal de manera ejemplar una disposición por capas de dos zonas de reacción 2 respectivamente en una primera lámina 1, así como a ambos lados de éstas, dispuestos respectivamente en una segunda lámina 11, dedos distribuidores 16 que desembocan respectivamente en uno de ambos canales colectores 9 o 10. La Fig. 3b muestra los planos de sección a través de
 5 dedos distribuidores, que están unidos a los canales distribuidores 9, mientras que los dedos distribuidores unidos a los canales distribuidores 10 dispuestos detrás se indican a trazos. Entre zonas de reacción y dedos distribuidores se encuentran las entradas, que están completamente cubiertas con una membrana 17 e impiden, o al menos obstaculizan una entrada libre de componentes gaseosos de los reactivos en el flujo de reacción líquido. Los canales distribuidores 9 y 10 se extienden en la Fig. 3b sobre la primera y segunda lámina, correspondiéndose fluidicamente
 10 los canales colectores entre sí, según reactivo, a través de orificios de transferencia 18 – como se representa de manera ejemplar – en el caso de una disposición de varios dispositivos superpuestos con una zona de reacción respectivamente.

La Fig. 3c muestra en una representación de sección en vista superior de un tramo de una realización con canales colectores lineales 9 y 10 (para primer, o bien segundo flujo de reactivos 7, o bien 8, no se encuentra en el plano de
 15 sección y se indica a trazos), que se extienden a través de una zona de reacción 2 moldeada en forma serpenteante (en el plano de sección). Las zonas de sección entre canales colectores y zona de reacción forman las entradas 6, preferentemente con un plano de rejilla o membrana intermedio.

La realización de la zona de reacción 2 moldeada en forma serpenteante representadas en la Fig. 3c se puede conectar en paralelo para el aumento de la capacidad, preferentemente en la pila de láminas, y precisamente en
 20 sentido horizontal y vertical al plano de sección o al plano de lámina. La Fig. 3d muestra una configuración correspondiente. En este caso, la Fig. 3d da a conocer de manera ejemplar una disposición paralela (horizontal) de las zonas de reacción 2 moldeadas en forma serpenteante en el plano de sección en yuxtaposición. Alternativamente se cita una realización no representada como figura, en la que las zonas de reacción moldeadas en forma serpenteante están dispuestas a ambos lados de los canales distribuidores, es decir, están dispuestas
 25 verticalmente al plano de sección y de lámina en paralelo. Ambas realizaciones muestran además una disposición ventajosa de entradas desplazadas dispuestas en los canales distribuidores en las zonas de reacción adyacentes respectivamente, es decir, las entradas de un canal distribuidor que actúan como sumideros de reactivos, no desembocan simultáneamente en dos sentidos, es decir, dos zonas de reacción.

Las entradas 6 mostradas en todas las figuras citadas anteriormente se representan de manera ejemplar no solo a
 30 una distancia constante, sino también del mismo tamaño para ambos reactivos. No obstante, tanto la distancia entre sí como también las secciones transversales de las entradas se determinan mediante la cinética de reacción en la zona de reacción. En un dimensionado de las medidas geométricas citadas anteriormente se desea preferentemente configurar el desarrollo de concentración en forma de diente de sierra, de modo que las concentraciones de reactivos en la zona de reacción adoptan lo antes posible un intervalo de concentración ventajosamente ajustado a
 35 lo largo del eje del canal, que representa la reacción estequiométrica.

Con el mezclado alternante de reactivos A y B en la corriente de reacción, las concentraciones de reactivos en la corriente de reacción – como se cita anteriormente – siguen un perfil de diente de sierra en la zona de reacción. La Fig. 4 dan a conocer este curso desplazado de concentraciones para los reactivos A y B (19, o bien 20) junto con la
 40 velocidad de reacción 21, así como la proporción de producto de reacción C (23) sobre la extensión de la zona de reacción a lo largo del flujo de reacción, es decir, a lo largo del eje de reacción 22 en mm. Las concentraciones de A y B se indican en % de la respectiva concentración de saturación en la mezcla de reacción, mientras que la concentración de producto C se indica respecto al reactivo A (eje izquierdo vertical de diagrama), la velocidad de reacción en mol/l.s (eje derecho vertical de diagrama).

En lo sucesivo se explican más detalladamente las ventajas de la invención citadas a continuación por medio de una
 45 síntesis directa ejemplar de H_2O_2 (producto de reacción C) a partir de los reactivos H_2 y O_2 (reactivo A, o bien B):

1. Prevención de reacciones secundarias no deseadas, que se favorecen debido a proporciones de concentración desfavorables en el espacio de reacción:

En la síntesis directa de H_2O_2 , los eductos gaseosos H_2 y O_2 se hacen reaccionar en catalizadores preferentemente
 50 sólidos para dar H_2O_2 . La reacción se realiza en presencia de un disolvente, preferentemente metanol o también sistemas acuosos, en caso dado con otros alcoholes y diversos aditivos, como por ejemplo bromuro, que aumentan la selectividad. La problemática de la selectividad de reacción resulta de que, además de la formación deseada de H_2O_2 , por vía paralela se forma también el H_2O favorecida termodinámicamente. Además, H_2O_2 no solo se forma en el catalizador, sino que también se descompone activamente en reacciones secundarias, observándose tanto la descomposición pura de H_2 y $\frac{1}{2} O_2$ como también la reducción con hidrógeno. Ésta última es relativamente rápida y,
 55 por lo tanto, posee significado especial para la selectividad integral. La velocidad de las reacciones individuales es dependiente de las presiones parciales de los eductos H_2 y O_2 en diferente medida (diferentes órdenes de reacción parciales). Además, la proporción de presiones parciales de H_2O_2 influye sobre el estado de oxidación de la superficie del catalizador, y también de este modo sobre la actividad y la selectividad. De ello resulta macroscópicamente el hallazgo de que la actividad y la selectividad son muy dependientes de las concentraciones, o bien presiones parciales de H_2 y O_2 , así como la proporción de ambos eductos en el espacio de reacción total, y, por
 60

lo tanto, una optimización de las proporciones de concentración a través del perfil de concentración en forma de diente de sierra deseado en la zona de reacción citada anteriormente conduce a una clara mejora de la selectividad y del rendimiento y de la potencia del reactor.

- 5 2. Prevención de estados de funcionamiento peligrosos mediante presencia o producción de mezclas gaseosas explosivas en determinadas zonas geométricas dentro de la instalación:

10 La síntesis directa de los elementos se considera una vía atractiva para la producción de H_2O_2 . Sin embargo, hasta la fecha no se efectuó una reacción técnica a escala industrial, ya que las mezclas de H_2 y O_2 son explosivas prácticamente en el intervalo total de composición. El intervalo explosivo a 1 bar se sitúa en 4-75 % en volumen de H_2 en aire y en 4-94 % en volumen en O_2 (véase, por ejemplo, [10]). Mediante una entrada desplazada de reactivos oxígeno e hidrógeno en la mezcla de reacción, H_2 y O_2 coinciden en concentración similar con frecuencia significativamente menor. Se efectúa una incorporación preferente de reactivos en la síntesis del producto de reacción H_2O_2 , antes de que los reactivos se puedan mezclar entre sí y puedan formar mezclas gaseosas explosivas.

- 15 3. Reducción de un bajo rendimiento espacio-tiempo mediante resistencias de transporte de sustancias, en especial en la fase líquida, y en caso dado en la transición a un catalizador sólido, así como mediante descenso de concentración a lo largo del eje del reactor.

20 El producto H_2O_2 es líquido bajo las condiciones de reacción de síntesis directa y se absorbe por un disolvente. Habitualmente se emplean disoluciones alcohólicas o acuosas. Debido a una solubilidad en gas relativamente baja de estos disolventes y a los bajos coeficientes de difusión en la fase líquida, se producen resistencias al transporte de sustancias considerables. Estas resistencias aparecen significativamente en especial en la transición en la zona de entradas de reactivos gaseosos en la fase líquida de la reacción, en la propia fase líquida, en la transición de la fase líquida o de la fase gaseosa a un catalizador sólido, y en caso dado también dentro del catalizador (poroso). Un catalizador disuelto y/o suspendido en los reactivos, pero preferentemente en el producto de reacción líquido, reduce significativamente las vías de difusión necesarias. El empleo de microcanales aumenta el rendimiento espacio-tiempo a través de la baja resistencia al transporte de sustancias en la capa límite, ya que el volumen de canal total consiste prácticamente en la capa límite.

Literatura:

- [1] DE 10 2005 015 433 A1
 [2] DE 100 44 526 A1
 30 [3] DE 196 42 770 A1
 [4] Choudhary et al.: Angew. Chem. Int. Ed.40 (2001) 1776-1779
 [5] WO 2007/028375 A1
 [6] US 7.067.103 B2
 [7] US 7.105.143 B2
 35 [8] Bortolotto et al.: Sep. Purif. Sci. 73 (2010) 51
 [9] Dittmeyer et al.: Appl. Catal. A: General 391 (2011) 311
 [10] Pashkova et al.: Chem. Eng. J. 139 (2008) 165-171
 [11] WO 2005/105 665 A2

Lista de signos de referencia

- 40 1 Primera lámina
 2 Zona de reacción
 3 Flecha (mezcla de reacción con sentido de flujo)
 4 Descarga de producto de reacción
 5 Capa intermedia
 45 6 Entrada
 7 Flujo de reactivos para primeros reactivos

ES 2 761 268 T3

	8	Flujo de reactivos para segundos reactivos
	9	Canal distribuidor para primeros reactivos
	10	Canal distribuidor para segundos reactivos
	11	Segunda lámina
5	12	Canal distribuidor total
	13	Canal de fluido
	14	Rejilla
	15	Elemento de poros abiertos continuos
	16	Dedo distribuidor
10	17	Membrana
	18	Orificio de paso
	19	Concentración de reactivo A
	20	Concentración de reactivo B
	21	Velocidad de reacción
15	22	Eje de reacción
	23	Concentración de producto de reacción
	24	Segunda zona de reacción

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la realización de una reacción entre al menos dos reactivos en una disolución de reacción líquida en al menos una zona de reacción (2) para dar un producto de reacción,
 - 5 a) efectuándose la reacción de manera continua respectivamente en un flujo de reacción (3) por zona de reacción (2) a lo largo de la extensión de al menos una zona de reacción (2), respectivamente hacia al menos en una salida de producto de reacción (4), estando configurada la zona de reacción, al menos una, como al menos un microcanal,
 - b) introduciéndose los reactivos (7, 8) respectivamente sobre la extensión de al menos una zona de reacción a través de entradas (6) en el flujo de reacción, así como
 - 10 c) descargándose el producto de reacción a través de la descarga de producto de reacción (4), al menos una, caracterizado por que
 - d) los reactivos (7, 8) son respectivamente gaseosos o líquidos,
 - e) las entradas (6) están recubiertas a través de elementos de tamizado (14, 15) o membranas (17), así como
 - 15 f) los reactivos se introducen de manera alternante en serie respectivamente en al menos dos entradas (6) sobre la extensión de la zona de reacción, al menos una, respectivamente en el flujo de reacción hasta una saturación en la disolución de reacción, produciéndose en el flujo de reacción un perfil de concentración de los respectivos reactivos de tipo diente de sierra, y efectuándose la introducción en puntos en el flujo de reacción, en los que el perfil de concentración de tipo diente de sierra presenta respectivamente un mínimo.
- 20 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que están previstos dos reactivos, siendo un reactivo hidrógeno y un reactivo oxígeno, y siendo el producto de reacción peróxido de hidrógeno.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que en la disolución de reacción líquida está disuelto o suspendido al menos un material catalizador.
4. Dispositivo para la realización de una reacción continua entre al menos dos reactivos (7, 8) en una disolución de reacción líquida en un flujo de reacción para dar un producto de reacción, que comprende al menos una zona de
 - 25 reacción (2) con una salida de producto de reacción (4) para la absorción del flujo de reacción (3) a lo largo de un eje del reactor, caracterizado por que los reactivos (7, 8) son respectivamente gaseosos o líquidos, las entradas (6) están recubiertas por medio de elementos de tamizado (14, 15) o membranas (17), así como la zona de reacción, al menos una, en al menos una pared a lo largo del flujo de reacción presenta entradas alternantes en serie respecto al
 - 30 eje del reactor (6) para los reactivos, formándose la zona de reacción (2), al menos una, a través de al menos un microcanal respectivamente con al menos un extremo abierto como salida de producto de reacción (4).
5. Dispositivo según la reivindicación 4, caracterizado por que, según reactivo, respectivamente está previsto al menos un canal distribuidor, que desemboca en varias entradas.
6. Dispositivo según una de las reivindicaciones 4 o 5, caracterizado por que los elementos de tamizado o membranas están previstos como capas o láminas planas en el dispositivo, que recubren completamente al menos
 - 35 la zona de reacción en su extensión.
7. Dispositivo según una de las reivindicaciones 5 a 6, caracterizado por que el dispositivo se forma mediante una pila de láminas con láminas individuales (1, 5, 11), formándose la zona de reacción y otras guías de fluido para los reactivos por medio de ranuras y/o avances de láminas individuales.

Fig. 1a

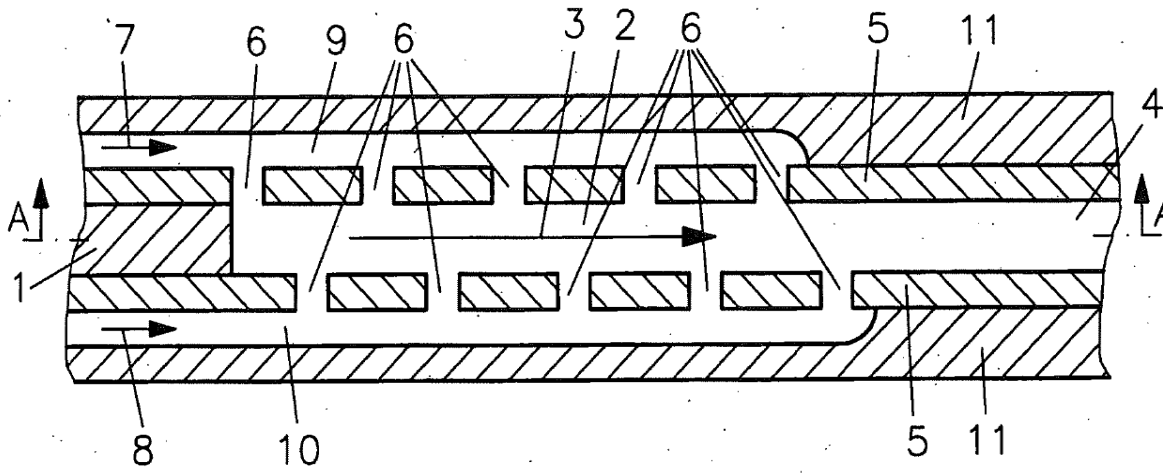


Fig. 1b

Sección A-A

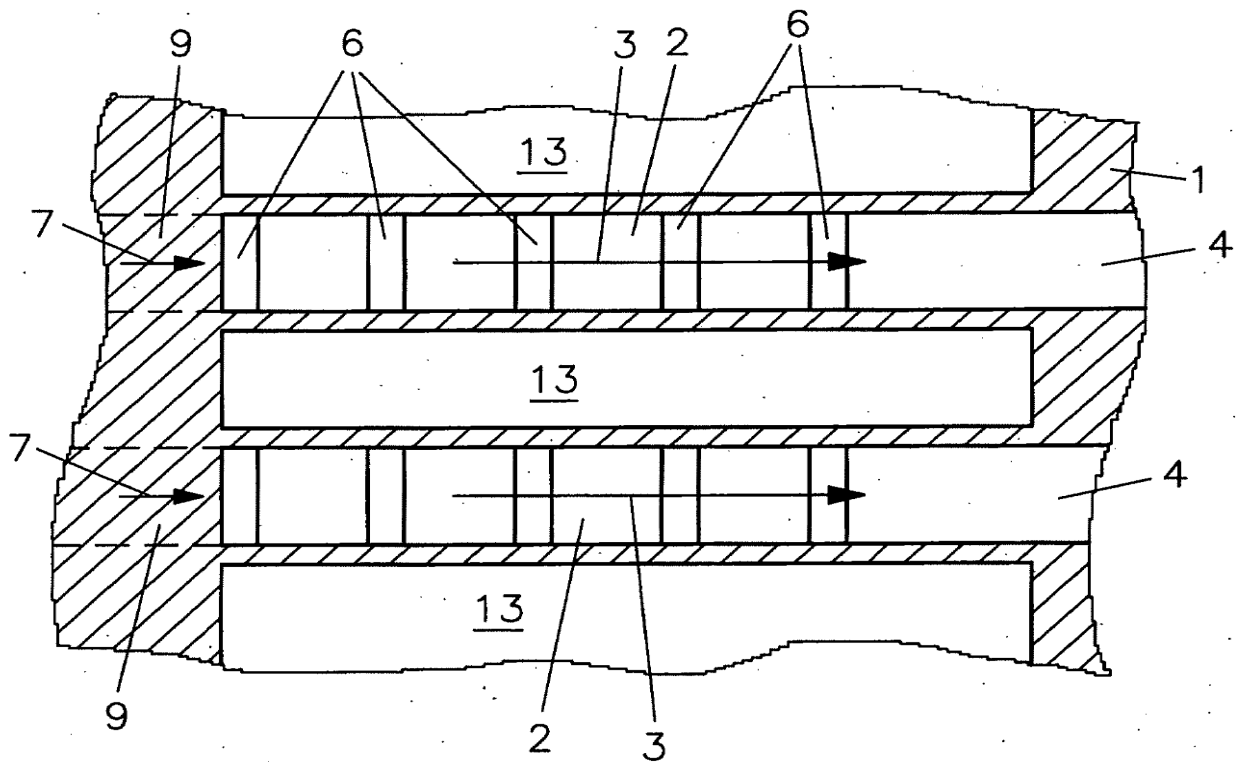


Fig. 1c

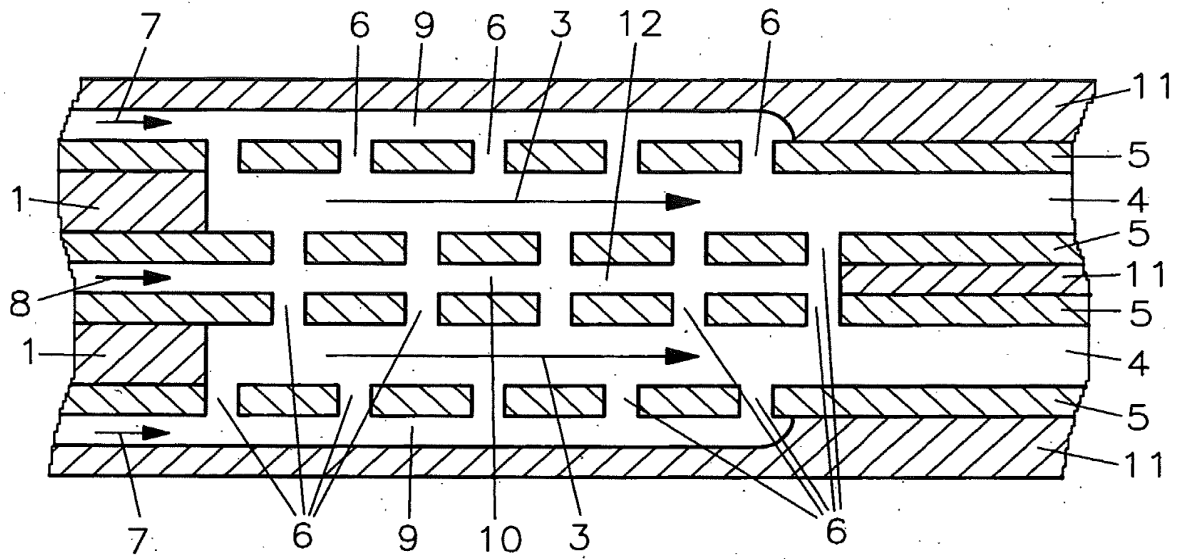


Fig. 2a

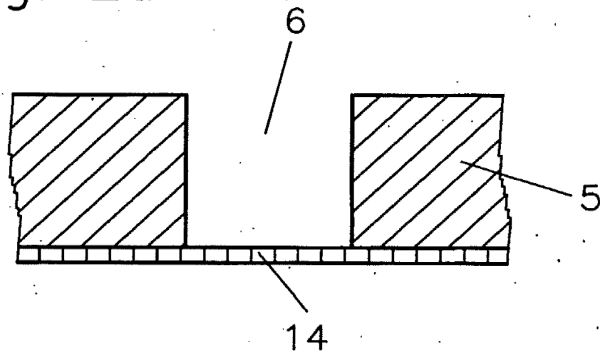


Fig. 2b

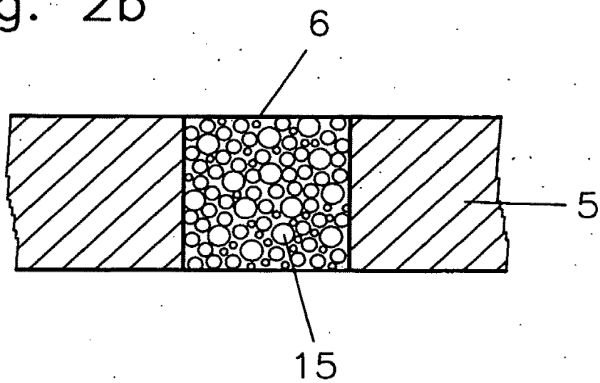


Fig. 3a

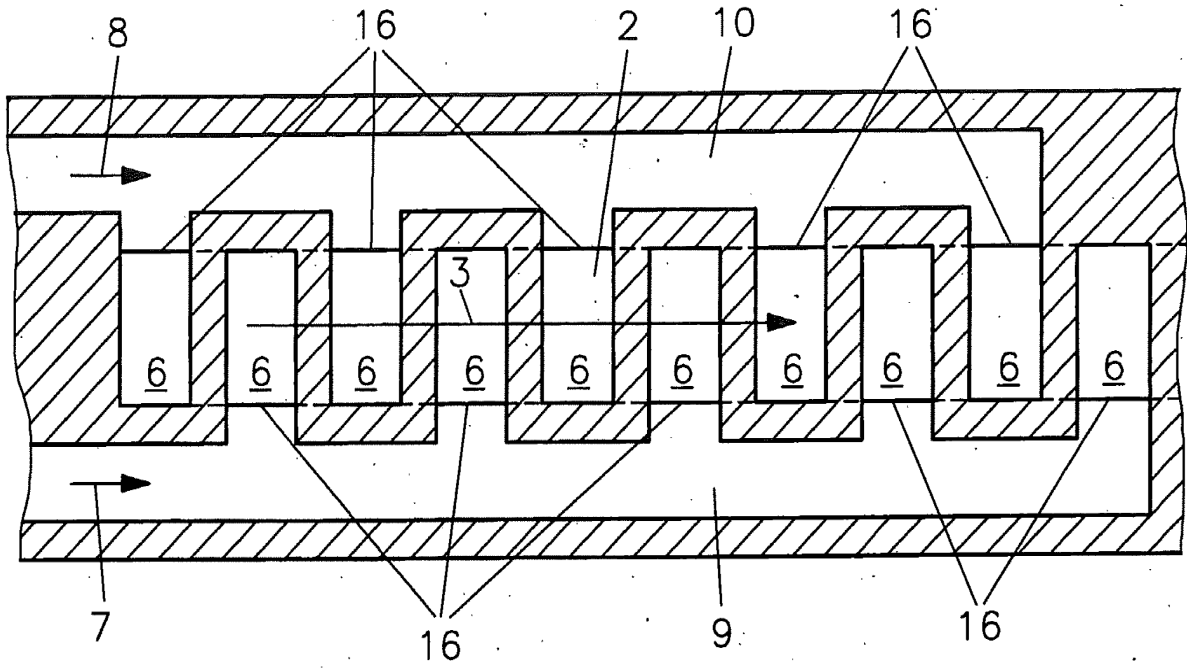


Fig. 3b

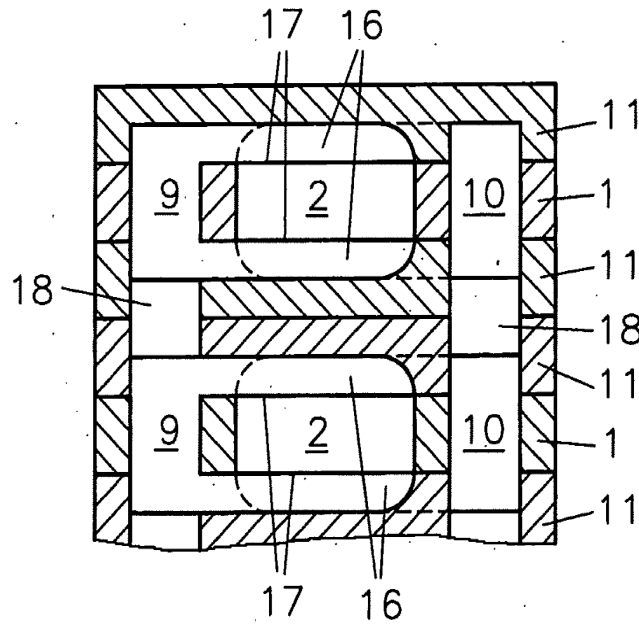


Fig. 3c

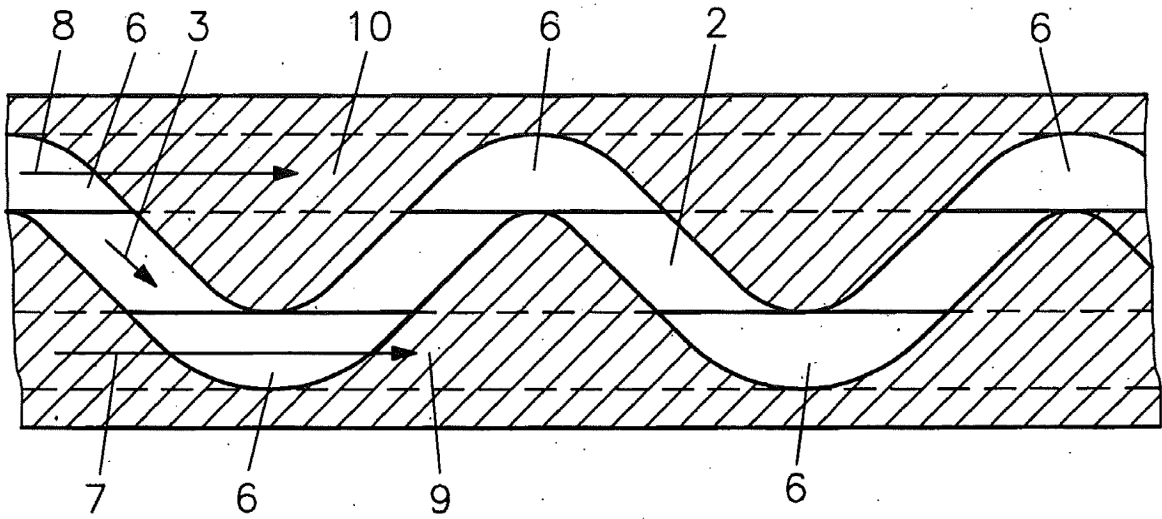


Fig. 3d

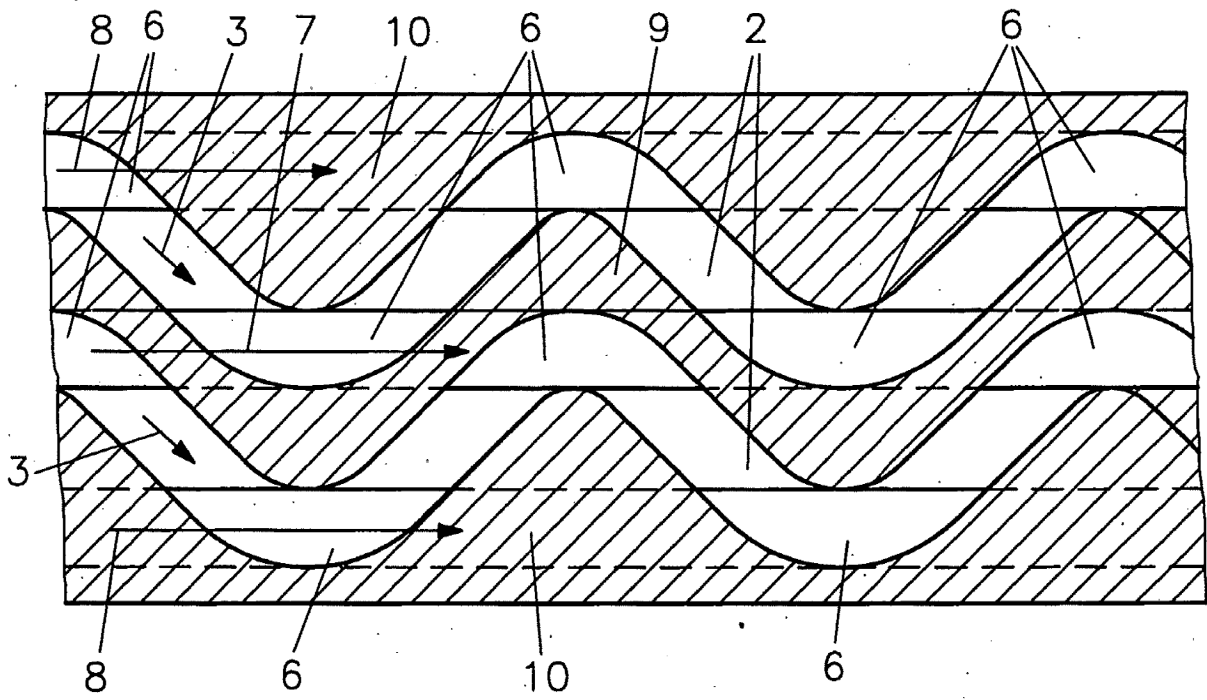


Fig. 4

