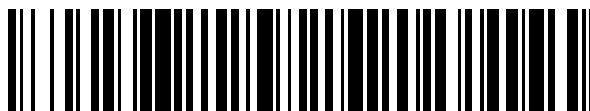


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 786 002**

51 Int. Cl.:

B01J 8/00 (2006.01)

B01J 8/22 (2006.01)

C07C 249/04 (2006.01)

C07C 251/44 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.04.2012 PCT/EP2012/057746**

87 Fecha y número de publicación internacional: **15.11.2012 WO12152600**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.04.2012 E 12719334 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.03.2020 EP 2707128**

54 Título: **Reactor de amoximación para la producción de ciclohexanona oxima**

30 Prioridad:

09.05.2011 CN 201110209393

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

08.10.2020

73 Titular/es:

**VERSALIS S.P.A. (100.0%)
Piazza Boldrini, 1
20097 San Donato Milanese (MI), IT**

72 Inventor/es:

**DEL SEPPIA, ALESSANDRO y
GHIRARDO, ELENA**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 786 002 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 de amoxicación para la producción de ciclohexanona oxima

La presente invención se refiere a un reactor de amoxicación.

5 Más en particular, la presente invención se refiere a un reactor de amoxicación tal como se define en la reivindicación 1 para la producción de ciclohexanona oxima que comprende: (a) un recipiente de reactor dotado de un agitador; (b) un sistema de filtración interno; (c) un serpentín de evaporación de amoniaco líquido interno; (d) un distribuidor toroidal de amoniaco gaseoso interno; (e) un distribuidor toroidal de ciclohexanona externo; (f) un distribuidor toroidal de peróxido de hidrógeno interno; (g) un tubo de tiro cilíndrico interno; (h) una camisa de enfriamiento externa.

10 Dicho reactor de amoxicación permite obtener un mejor mezclado de los componentes de la reacción de amoxicación. Además, dicho reactor de amoxicación permite maximizar los coeficientes de transferencia de calor y los coeficientes de transferencia de masa. Además, dicho reactor de amoxicación permite aumentar el tiempo de empaquetamiento del catalizador usado en la reacción de amoxicación en el sistema de filtración (es decir, los fenómenos de taponamiento) para evitar la necesidad de llevar a cabo los retrolavados con nitrógeno. Además, dicho reactor de amoxicación puede usarse de manera continua durante un tiempo prolongado sin la necesidad de detener la producción de ciclohexanona con el fin de realizar intervenciones externas (por ejemplo, limpiezas mecánicas). Además, dicho reactor de amoxicación no requiere unidades de separación aguas abajo externas para separar el catalizador de la mezcla de reacción obtenida de la reacción de amoxicación. En consecuencia, gracias a las características anteriores, dicho reactor de amoxicación permite tanto obtener una alta reducción de los costes de producción como mantener altos niveles de productividad.

20 Tal como se sabe, la ciclohexanona oxima es un producto intermedio importante para la preparación de ϵ -caprolactama, que es el monómero usado en la producción de nailon 6.

25 Se conocen varios procedimientos para producir ϵ -caprolactama, partiendo de materias primas tanto aromáticas como no aromáticas. En los últimos años, las investigaciones se han centrado principalmente en el desarrollo de procedimientos para la producción de ϵ -caprolactama que permiten la reducción o incluso la eliminación de la formación de subproductos, en particular del sulfato de amoniaco.

Los procedimientos convencionales para la producción de ϵ -caprolactama comprenden generalmente cuatro etapas distintas: producción de ciclohexanona, producción de hidroxilamina, producción de ciclohexanona oxima a partir de los productos intermedios anteriores (es decir, ciclohexanona e hidroxilamina) y reordenamiento final de la ciclohexanona oxima obtenida (el denominado reordenamiento de Beckmann) con ácido sulfúrico para dar ϵ -caprolactama.

30 Puede producirse ciclohexanona partiendo de o bien ciclohexano (por medio de oxidación catalítica) o bien fenol (por medio de hidrogenación catalítica).

35 Puede producirse hidroxilamina con diferentes métodos tales como, por ejemplo: método de sulfato de hidroxilamina (método de HSO o método de Raschig), método de reducción con óxido nítrico (método de NO), método de fosfato de hidroxilamina (método de HPO). Sin embargo, dichos métodos pueden mostrar algunos inconvenientes tales como, por ejemplo, producción de sulfato de amoniaco, que es un subproducto de bajo valor en el caso del método de HSO; producción de óxido de nitrógeno (NO_x) que no solo son perjudiciales, sino también la causa principal de problemas medioambientales tales como, por ejemplo, el efecto invernadero en el caso del método de NO; dificultades técnicas y operativas en el caso del método de HPO.

40 Con el fin de superar los inconvenientes notificados anteriormente, se conoce el uso del procedimiento de nitrosación fotoquímica que sortea las etapas intermedias de preparación de hidroxilamina y permite obtener ciclohexanona oxima directamente a partir de ciclohexano, mediante reacción con cloruro de nitrosilo y peróxido de hidrógeno. Dicho procedimiento, no obstante el ahorro de costes gracias a la eliminación de unidades del procedimiento (es decir, la eliminación de la unidad relativa a la preparación de la hidroxilamina), requiere altos consumos de energía eléctrica y costes adicionales debido a las intervenciones de mantenimiento en los equipos de producción, en particular en los reactores, que son a menudo necesarias con el fin de mantener altos niveles de productividad.

45 Se han hecho ya esfuerzos con el fin de superar los inconvenientes notificados anteriormente.

El documento CN201596496 U da a conocer un reactor adecuado para la producción de ciclohexanona oxima que comprende:

- un recipiente de reactor dotado de un agitador;
- 50 • un sistema de filtración interno;
- una evaporación de amoniaco líquido interna instalada en el fondo del recipiente de reactor;

- un distribuidor toroidal de amoníaco gaseoso interno directamente conectado al extremo de salida del serpentín de evaporación;
- distribuidores implícitamente adecuados para alimentar ciclohexanona y peróxido de hidrógeno;
- una camisa de enfriamiento externa.

5 El documento US 3.721.530 A da a conocer un reactor con un tubo de tiro interno y dos distribuidores de reactivos toroidales, es decir un distribuidor externo con difusores y un distribuidor anular interno con el fin de mejorar el control del procedimiento de reacción.

10 Por ejemplo, se han dado a conocer procedimientos para producir ciclohexanona oxima que comprenden la reacción de amoximación de ciclohexanona con peróxido de hidrógeno y amoníaco en presencia de silicalita de titanio como catalizador en las patentes estadounidenses US 4.745.221, US 4.794.198, US 5.227.525, US 5.312.987 o en la solicitud de patente europea EP 1674449. Dichos procedimientos no requieren neutralización de ácido sulfúrico con amoníaco, que se requiere normalmente en un método de óxido de sulfato de hidroxilamina convencional (método de HSO o método de Raschig) notificado anteriormente, y tiene también la ventaja de que la separación del catalizador de la mezcla de reacción obtenida a partir de la reacción de amoximación es fácil porque es un procedimiento de reacción de catalizador sólido.

15 Además, aparte de la reducción de los costes del procedimiento debido a la eliminación de las etapas de formación de hidroxilamina, dicho procedimiento no implica la producción de sulfato de amonio, al contrario que la mayoría de las demás tecnologías comerciales.

20 Recientemente, Sumitomo ha comercializado un reactor de reordenamiento de Beckmann de lecho fluido que no requiere el uso de óleum (ácido sulfúrico) en la producción de ϵ -caprolactama evitando así la producción de sulfato de amonio. La combinación del procedimiento para producir ciclohexanona oxima que comprende la reacción de amoximación de ciclohexanona dada a conocer anteriormente con el reordenamiento de Beckmann de lecho fluido de Sumitomo permite eliminar la formación de sulfato de amonio en el procedimiento de producción de ϵ -caprolactama completo.

25 La reacción de amoximación dada a conocer anteriormente se lleva a cabo generalmente alimentando ciclohexanona, peróxido de hidrógeno y amoníaco a un reactor de amoximación, manteniendo bajo agitación la mezcla de reacción resultante, funcionando a una temperatura que oscila entre 50°C y 120°C, preferiblemente que oscila entre 70°C y 100°C, a una presión que oscila entre 2 barg y 4 barg, usando alcohol terc-butílico (TBA) como disolvente y silicalita de titanio como catalizador. La reacción de amoximación es fuertemente exotérmica y una de las características más críticas en el diseño del reactor de amoximación es el sistema de enfriamiento que tiene la función de mantener bajo control la temperatura de reacción.

30 Además, otro punto crítico de la reacción de amoximación es la eliminación del catalizador de la mezcla de reacción obtenida de la reacción de amoximación que se lleva a cabo normalmente transportando la mezcla de reacción obtenida en una instalación externa tal como se da a conocer, por ejemplo, en la solicitud de patente china CN 101747228.

35 Con el fin de superar los inconvenientes notificados anteriormente, ya se han hecho en la técnica algunos esfuerzos.

40 Por ejemplo, el modelo de utilidad chino CN 201596496 se refiere a un reactor de amoximación para la producción de ciclohexanona oxima que comprende un cuerpo de reactor dotado de un agitador, un filtro de membrana instalado dentro del cuerpo de reactor, un serpentín de evaporación de amoníaco líquido en el fondo, un distribuidor conectado a la salida del serpentín. Se dice que el reactor notificado anteriormente evita tanto el uso de filtros de membrana externos como del sistema de retrolavado, acortando el procedimiento, evitando el calor de la reacción de enfriamiento a través de un medio de enfriamiento, ahorrando energía y costes.

Sin embargo, todavía son de interés estudios dirigidos a un reactor de amoximación mejorado.

45 El solicitante se ha enfrentado al problema de encontrar un reactor de amoximación mejorado que además de superar todos los inconvenientes del reactor de amoximación conocido en la técnica, permita tanto obtener una alta reducción de los costes de producción como mantener altos niveles de productividad.

50 El solicitante ha encontrado que es posible obtener todas las ventajas anteriores mediante un reactor de amoximación que tiene un diseño interno específico, en particular que tiene un tubo de tiro cilíndrico dentro del recipiente de reactor. Dicho reactor de amoximación permite obtener un mejor mezclado de los componentes de la reacción de amoximación. Además, dicho reactor de amoximación permite maximizar tanto los coeficientes de transferencia de calor como los coeficientes de transferencia de masa. Además, dicho reactor de amoximación permite aumentar el tiempo de empaquetamiento del catalizador usado en la reacción de amoximación en el sistema de filtración (es decir, los fenómenos de taponamiento) para evitar la necesidad de llevar a cabo los retrolavados con nitrógeno. Además, dicho reactor de amoximación puede usarse de manera continua durante un tiempo prolongado sin la necesidad de detener la producción de ciclohexanona con el fin de realizar intervenciones externas (por ejemplo, limpiezas mecánicas). Además, dicho reactor de amoximación no requiere unidades de separación aguas abajo externas para separar el catalizador de

la mezcla de reacción obtenida de la reacción de amoximación. En consecuencia, gracias a las características anteriores, dicho reactor de amoximación permite tanto obtener una alta reducción de los costes de producción como mantener altos niveles de productividad.

5 Un objeto de la presente invención se refiere por tanto a un reactor de amoximación para la producción de ciclohexanona oxima según la reivindicación 1.

Para el objetivo de la presente invención y de las siguientes reivindicaciones, las definiciones de los intervalos numéricos comprenden siempre los extremos a menos que se especifique lo contrario.

Según una realización preferida de la presente invención, dicho agitador puede ser un agitador de alto rendimiento.

10 Dicho sistema de filtración interno comprende un conjunto de filtros tubulares (velas) dispuestos en dos coronas circulares concéntricas, estando los fondos de cada filtro tubular (vela) conectados entre sí formando dos tubos de conexión toroidales continuos. Preferiblemente, dichos filtros tubulares pueden estar hechos de acero inoxidable que puede seleccionarse, por ejemplo, de los siguientes tipos: AISI 316L, AISI 316, AISI 304. Preferiblemente, el número total de dichos filtros tubulares en cada tubo de conexión toroidal continuo puede oscilar entre 30 y 80, más preferiblemente entre 40 y 70. Preferiblemente, dichos filtros tubulares pueden tener una tasa de filtración que oscila
15 entre $1 \mu\text{m}$ y $10 \mu\text{m}$. La mezcla de reacción filtrada líquida obtenida de la reacción de amoximación se recoge y se recupera de los extremos de salida de dichos dos tubos de conexión toroidales continuos. Los filtros tubulares están conectados respectivamente al recipiente de reactor y al tubo de tiro cilíndrico a través de soportes.

20 Ha de indicarse que dicho sistema de filtración interno permite que la mezcla de reacción filtrada líquida obtenida salga del reactor y que el catalizador usado en la reacción de amoximación permanezca dentro, evitando así la necesidad de las unidades de separación aguas abajo externas.

Dicho sistema de filtración tiene un área de filtración (metro cuadrado de la superficie de filtración de los filtros tubulares por cada metro cúbico por hora de la mezcla de reacción filtrada líquida obtenida) que oscila entre $0,7 \text{ (m}^2 \times \text{hora)/m}^3$ y $3 \text{ (m}^2 \times \text{hora)/m}^3$, preferiblemente entre $1,5 \text{ (m}^2 \times \text{hora)/m}^3$ y $2,5 \text{ (m}^2 \times \text{hora)/m}^3$.

25 Según una realización preferida de la presente invención, dicho serpentín de evaporación de amoniaco líquido puede tener forma de bucle o forma helicoidal. Alternativamente, dicho serpentín de evaporación de amoniaco líquido puede tener diferentes formas.

30 Según una realización preferida de la presente invención, dicho distribuidor toroidal de amoniaco gaseoso puede estar directamente conectado al extremo de salida del serpentín de evaporación. Preferiblemente, pueden estar dispuestos orificios de salida uniformemente en la parte inferior de dicho distribuidor toroidal de amoniaco gaseoso. Dicho distribuidor toroidal de amoniaco gaseoso está conectado al recipiente de reactor a través de soportes.

El distribuidor de ciclohexanona toroidal externo está equipado con boquillas de alimentación orientadas dispuestas circularmente.

35 Según una realización preferida de la presente invención, dicho distribuidor toroidal de peróxido de hidrógeno puede estar equipado con orificios dispuestos uniformemente en tanto su parte inferior como su parte superior. Dicho distribuidor toroidal de peróxido de hidrógeno está conectado al recipiente de reactor a través de soportes.

El tubo de tiro cilíndrico está suspendido, a través de soportes, en el centro del recipiente de reactor.

La razón entre el diámetro interno del tubo de tiro cilíndrico (D_c) y el diámetro interno de dicho recipiente de reactor (D_R) oscila entre 0,25 y 0,8, más preferiblemente entre 0,5 y 0,7.

40 Según una realización adicional preferida, la distancia (H_{DT}) entre el fondo del recipiente de reactor (T.L.) y el fondo de dicho tubo de tiro cilíndrico puede oscilar entre 10 mm y 800 mm, más preferiblemente entre 25 mm y 300 mm.

Según una realización adicional preferida, dicho tubo de tiro cilíndrico permite obtener en el reactor una velocidad de ascenso exterior de la mezcla de reacción que puede oscilar entre 0,5 m/s y 5 m/s, preferiblemente entre 1 m/s y 2,5 m/s.

45 Ha de indicarse que dicha velocidad de ascenso exterior permite maximizar tanto los coeficientes de transferencia de calor como los coeficientes de transferencia de masa. Además, ha de indicarse que dicha velocidad de ascenso exterior y dicha área de filtración específica permiten aumentar el tiempo de empaquetamiento del catalizador usado en la reacción de amoximación en el sistema de filtración (es decir, los fenómenos de taponamiento) para evitar la necesidad de llevar a cabo los retrolavados con nitrógeno. Además, ha de indicarse que, gracias a la presencia de tanto dicha velocidad de ascenso exterior como dicha área de filtración específica, dicho reactor de amoximación puede usarse de
50 manera continua durante un tiempo más prolongado de un año sin realizar intervenciones externas (por ejemplo, limpiezas mecánicas): en consecuencia, el factor de funcionamiento de dicho reactor de amoximación está sumamente aumentado.

Con el fin de eliminar parte del calor de reacción, dicho tubo de tiro cilíndrico puede someterse a flujo con agua de enfriamiento.

Dicha camisa de enfriamiento externa permite eliminar completamente el calor de reacción.

5 Tal como se indicó anteriormente, el reactor de amoximación objeto de la presente invención es particularmente útil para la producción de ciclohexanona oxima.

10 Dicha producción de ciclohexanona oxima implica un procedimiento de amoximación que comprende la reacción de ciclohexanona, amoniaco (NH_3), peróxido de hidrógeno (H_2O_2) para dar ciclohexanona oxima y agua, en presencia de alcohol terc-butílico (TBA) como disolvente y de silicalita de titanio como catalizador. Las condiciones de funcionamiento (por ejemplo, temperatura, presión, etc.), así como las cantidades de los diferentes componentes de la reacción de amoximación, se conocen en la técnica. Pueden encontrarse detalles adicionales, por ejemplo, en la solicitud de patente europea EP 1674449 mencionada anteriormente.

15 Según la presente invención, antes de entrar en el distribuidor toroidal de amoniaco gaseoso, el amoniaco líquido (NH_3) se alimenta, a través de una tubería, al serpentín de evaporación de amoniaco líquido instalado en el fondo del recipiente de reactor en el que se vaporiza usando parte del calor producido por la reacción de amoximación. El extremo de salida de dicho serpentín de evaporación está conectado directamente a dicho distribuidor toroidal de amoniaco gaseoso, en el que el amoniaco gaseoso, que pasa a través de orificios dispuestos uniformemente, se inyecta en la mezcla de reacción.

20 La ciclohexanona se alimenta, tangencialmente, al recipiente de reactor, por medio de un distribuidor toroidal de ciclohexanona externo equipado con boquillas de alimentación orientadas dispuestas circularmente que garantizan un buen mezclado de la ciclohexanona en la mezcla de reacción. Preferiblemente, dichas boquillas de alimentación pueden estar presentes en dicho distribuidor toroidal de ciclohexanona en un número que oscila entre 4 y 30, más preferiblemente entre 8 y 20.

El peróxido de hidrógeno (H_2O_2) se alimenta, a través de una tubería, al recipiente de reactor por medio de un distribuidor toroidal de peróxido de hidrógeno.

25 El catalizador (es decir, silicalita de titanio) y el alcohol terc-butílico (TBA) también se alimentan al recipiente de reactor. El recipiente de reactor se carga con catalizador nuevo antes del arranque de la reacción de amoximación y tiene lugar una reposición discontinua de catalizador nuevo a partir de una unidad de alimentación de catalizador dedicada. Una cantidad de catalizador correspondiente a la reposición se purga desde el fondo del recipiente de reacción, en un volumen definido de mezcla de reacción, y se alimenta a una unidad externa de filtración de catalizador dedicada.

30 La mezcla de reacción filtrada líquida obtenida de la reacción de amoximación se recoge y se recupera de los extremos de salida de dichos dos tubos de conexión toroidales continuos, ya que el catalizador se retiene dentro del recipiente de reactor por medio de dichos filtros tubulares.

Para una mejor comprensión del reactor objeto de la presente invención, se hará referencia al dibujo de la figura 1 adjunta, que representa una realización ilustrativa y no limitativa.

35 En particular, la figura 1 representa esquemáticamente una sección longitudinal de una realización del reactor de amoximación según la presente invención.

Según la figura 1, el reactor de amoximación (A) comprende:

- un recipiente de reactor (B) dotado de un agitador (F);
- 40 - un sistema de filtración interno (E) que comprende un conjunto de filtros tubulares (velas) dispuestos en dos coronas circulares concéntricas, estando los fondos de cada filtro tubular (vela) conectados entre sí formando dos tubos de conexión toroidales continuos, de los extremos de salida de dichos dos tubo de conexión toroidal continuos la mezcla de reacción filtrada líquida (I), obtenida de la reacción de amoximación, se recoge y se recupera;
- un serpentín de evaporación de amoniaco líquido interno (C) instalado en el fondo de dicho recipiente de reactor (B);
- 45 - un distribuidor toroidal de amoniaco gaseoso interno (D1) directamente conectado al extremo de salida del serpentín de evaporación (C);
- un distribuidor toroidal de ciclohexanona externo (no representado en la figura 1) con boquillas de alimentación orientadas dispuestas circularmente [(D2) representa una boquilla de alimentación] a través de las cuales se alimenta la ciclohexanona al recipiente de reactor (B);
- un distribuidor toroidal de peróxido de hidrógeno interno (D3);
- 50 - un tubo de tiro cilíndrico interno (G);

- una camisa de enfriamiento externa (L).

Tal como se indicó anteriormente, en la figura 1:

- (D_R) indica el diámetro interno del recipiente de reactor (B);
- (D_c) indica el diámetro interno del tubo de tiro cilíndrico (G);

- 5 - (H_{DT}) indica la distancia entre el fondo (T.L.) del recipiente de reactor (B) y el fondo del tubo de tiro cilíndrico (G).

La presente invención se ilustrará adicionalmente a continuación por medio de un ejemplo de aplicación, que se facilita para fines meramente indicativos y sin ninguna limitación de esta invención.

- 10 Los análisis de ciclohexanona y de ciclohexanona oxima se llevaron a cabo usando cromatografía de gases y, basándose en los resultados de análisis, se calcularon la conversión de ciclohexanona, la selectividad de ciclohexanona oxima y el rendimiento de peróxido de hidrógeno.

EJEMPLO 1

El reactor de amoximación usado en el ejemplo es tal como se muestra esquemáticamente en la figura 1.

Al recipiente de reactor (B) se le alimentaron de manera continua los siguientes componentes:

- 15 - amoníaco líquido (NH_3) (405 kg/hora) a través del serpentín de evaporación de amoníaco líquido (C) y el distribuidor toroidal de amoníaco gaseoso (D1);
- ciclohexanona (1300 kg/hora) por medio del distribuidor toroidal de ciclohexanona externo (no representado en la figura 1) a través de boquillas de alimentación orientadas dispuestas circularmente [(D2) representa una boquilla de alimentación];
- 20 - el 50% p/p de una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) (993 kg/hora) por medio del distribuidor toroidal de peróxido de hidrógeno (D3).

La reacción de amoximación continua se llevó a cabo, bajo agitación vigorosa, a una temperatura de 85°C, a una presión de 2,5 barg y a un tiempo de residencia que oscila entre 1,2 y 1,3 horas mientras se descarga de manera continua la mezcla de reacción filtrada líquida (I), obtenida a partir de la reacción de amoximación, de los extremos de salida de los dos tubos de conexión toroidales continuos.

- 25 El alcohol terc-butílico (TBA) se alimentó de manera continua al recipiente de reacción (B) con el fin de mantener su concentración igual al 55% en peso en la mezcla de reacción. Durante la reacción de amoximación, el catalizador (es decir, silicalita de titanio TS-1 de Polimeri Europa) estaba presente en el recipiente de reactor (B) en una concentración que oscilaba entre el 2% en peso y el 6% en peso en la mezcla de reacción.

- 30 La mezcla de reacción filtrada líquida obtenida (I), descargada de manera continua del recipiente de reacción (B), se analizó obteniendo los siguientes datos:

- conversión de ciclohexanona: 98,5%;
- selectividad de ciclohexanona oxima: 99,4%;
- rendimiento de peróxido de hidrógeno basándose en ciclohexanona oxima: 88,8%;
- concentración de amoníaco: 2%.

- 35 Los datos obtenidos muestran que el reactor de amoximación según la presente invención está provisto de altos niveles de productividad.

Con el fin de soportar la alta reducción de los costes de producción, se llevaron a cabo las siguientes pruebas.

El reactor de amoximación convencional necesita un retrolavado con nitrógeno cada mes, con una pérdida de productividad relativa equivalente a 10 horas/mes.

- 40 Además, debido al empaquetamiento del catalizador en el sistema de filtración interno (es decir, los fenómenos de taponamiento) que aumenta con el tiempo, se requieren normalmente dos limpiezas mecánicas al año (una cada 6 meses) para el sistema de filtración interno, que implican normalmente periodos de parada de 10 días para cada limpieza, con una pérdida de productividad relativa equivalente a 480 horas/año. Como resultado, para un reactor convencional la pérdida de productividad global es equivalente a 600 horas/año.

- 45 Pruebas experimentales llevadas a cabo en el reactor de amoximación tal como se muestra esquemáticamente en la figura 1 han demostrado que las operaciones de retrolavado se eliminan completamente y el reactor de amoximación se

hizo funcionar de manera continua durante 1 año sin parar. Como resultado, la pérdida de productividad total disminuyó hasta 240 horas/año.

5 La diferencia (Δ) entre la productividad usando un reactor de amoxicación tradicional y la productividad usando el reactor de amoxicación según la presente invención era igual a 360 horas/año. Dicha diferencia (Δ), en una planta tradicional para la producción de ϵ -caprolactama que tiene una capacidad horaria nominal de 12,5 Mton/hora de ϵ -caprolactama, significa una diferencia (Δ) en la producción de ϵ -caprolactama igual a 4500 Mton/año. Suponiendo para la ϵ -caprolactama un margen de coste variable de 600 \$/Mton, el reactor de amoxicación según la presente invención puede permitir obtener un aumento de beneficio de 2,7 millones de \$ al año en comparación con la tecnología de reactor de amoxicación convencional.

10

REIVINDICACIONES

1. Reactor de amoxicación para la producción de ciclohexanona oxima, que comprende:
 - (a) un recipiente de reactor dotado de un agitador;
 - (b) un sistema de filtración interno;
 - 5 (c) un serpentín de evaporación de amoniaco líquido interno instalado en el fondo del recipiente de reactor;
 - (d) un distribuidor toroidal de amoniaco gaseoso interno conectado al extremo de salida del serpentín de evaporación;
 - (e) un distribuidor toroidal de ciclohexanona externo;
 - (f) un distribuidor toroidal de peróxido de hidrógeno interno;
 - (g) un tubo de tiro cilíndrico interno;
 - 10 (h) una camisa de enfriamiento externa;

estando dicho sistema de filtración interno dispuesto entre el tubo de tiro cilíndrico interno y el recipiente de reactor y comprendiendo un conjunto de filtros de vela tubulares dispuestos en dos coronas circulares concéntricas, estando el fondo de cada filtro de vela tubular conectados entre sí formando dos tubos de conexión toroidales continuos;

estando dicho distribuidor toroidal de ciclohexanona externo equipado con boquillas de alimentación orientadas dispuestas circularmente configuradas para alimentar ciclohexanona tangencialmente a dicho recipiente;

- 15 dicho sistema de filtración tiene un área de filtración (metro cuadrado de la superficie de filtración de los filtros tubulares por cada metro cúbico por hora de la mezcla de reacción filtrada líquida obtenida) que oscila entre $0,7 \text{ (m}^2 \times \text{hora)/m}^3$ y $3 \text{ (m}^2 \times \text{hora)/m}^3$;

estando dicho tubo de tiro cilíndrico interno suspendido, a través de soportes, en el centro del recipiente de reactor;

- 20 la razón entre el diámetro interno del tubo de tiro cilíndrico (D_C) y el diámetro interno de dicho recipiente de reactor (D_R) oscila entre 0,25 y 0,8;

los filtros de vela tubulares están conectados respectivamente al recipiente de reactor y al tubo de tiro cilíndrico a través de soportes.

- 25 2. Reactor de amoxicación según la reivindicación 1, en el que dichos filtros tubulares están hechos de acero inoxidable que se selecciona de los siguientes tipos: AISI 316L, AISI 316, AISI 304.
- 3. Reactor de amoxicación según la reivindicación 1 o 2, en el que el número total de dichos filtros tubulares en cada tubo de conexión toroidal continuo oscila entre 30 y 80.
- 4. Reactor de amoxicación según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dichos filtros tubulares tienen una tasa de filtración que oscila entre $1 \text{ }\mu\text{m}$ y $10 \text{ }\mu\text{m}$.
- 30 5. Reactor de amoxicación según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho sistema de filtración tiene un área de filtración (metro cuadrado de la superficie de filtración de los filtros tubulares por cada metro cúbico por hora de la mezcla de reacción filtrada líquida obtenida) que oscila entre $1,5 \text{ (m}^2 \times \text{hora)/m}^3$ y $2,5 \text{ (m}^2 \times \text{hora)/m}^3$.
- 6. Reactor de amoxicación según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho serpentín de evaporación de amoniaco líquido tiene forma de bucle o forma helicoidal.
- 35 7. Reactor de amoxicación según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho distribuidor toroidal de amoniaco gaseoso está directamente conectado al extremo de salida del serpentín de evaporación.
- 8. Reactor de amoxicación según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicho distribuidor toroidal de peróxido de hidrógeno está equipado con orificios dispuestos uniformemente en tanto su parte inferior como su parte superior.
- 40 9. Reactor de amoxicación según la reivindicación 1, en el que la razón entre el diámetro interno del tubo de tiro cilíndrico (D_C) y el diámetro interno de dicho recipiente de reactor (D_R) oscila entre 0,5 y 0,7.
- 10. Reactor de amoxicación según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la distancia (H_{DT}) entre el fondo del recipiente de reactor (T.L.) y el fondo de dicho tubo de tiro cilíndrico oscila entre 10 mm y 800 mm.
- 45 11. Reactor de amoxicación según la reivindicación 10, en el que la distancia (H_{DT}) entre el fondo del recipiente de reactor (T.L.) y el fondo de dicho tubo de tiro cilíndrico oscila entre 25 mm y 300 mm.

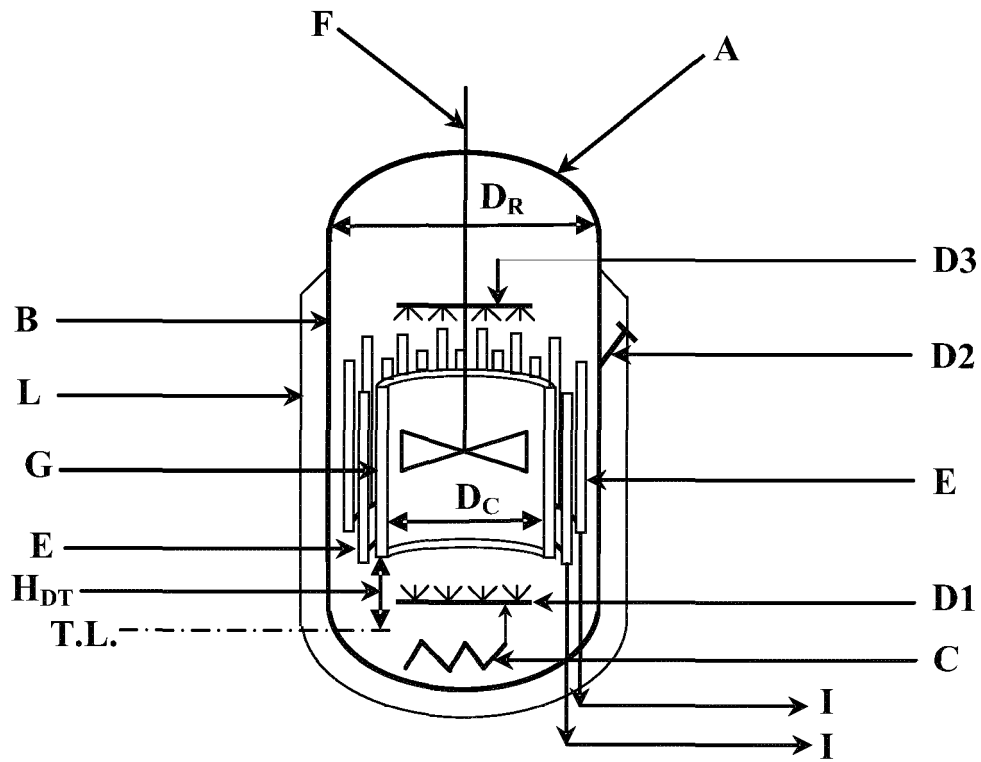


Fig. 1