

339064



PATENTE DE INVENCION

O.Z. 24 189.

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento y aparato para mezclar gases y líquidos con un medio líquido"

==.==.==.==.==.==.==

Solicitante: BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Ludwigshafen/Rhein, República Federal Alemana.

==.==.==.==.==.==.==

En muchas reacciones químicas, en las que participan gases y líquidos, el proceso de mezcla es de importancia decisiva. Para este fin se emplean en tecnología generalmente agitadores mecánicamente accionados de construcción más diversa. Pero particularmente en las reac-

5.

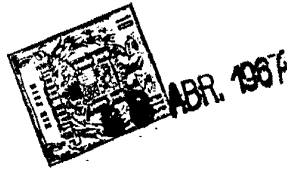
339064



- ciones llevadas a cabo a presión son inevitables fugas al árbol del agitador. Se emplean por eso preferentemente dispositivos que no contienen partes móviles. Así conviene dejar salir el gas, en dispersión fina, al fondo del recipiente y burbujearlo hacia arriba a través del líquido. Para obtener una cierta mezcla íntima del medio líquido, se trabaja en este caso frecuentemente según el principio de las bombas Mammot, con lo que se obtiene una circulación forzada por el hecho de que se dispone, por ejemplo, en un recipiente de reacción cilíndrico, un tubo concéntrico, en cuyo espacio interior el gas burbujea hacia arriba, lleva consigo en parte el medio líquido, mientras que al mismo tiempo en el espacio exterior, que se halla entre el tubo y la pared del recipiente, el medio líquido fluye hacia abajo. Esta circulación puede aumentarse por el hecho de que se introduce, con alto impulso, por medio de boquillas, líquido por ejemplo aportado hacia abajo en el espacio exterior (véase la patente alemana No. 926 846). Pero en este caso no tiene lugar una mezcla intensa y rápida de gases y líquidos con el medio de reacción líquido.
5. do del recipiente y burbujearlo hacia arriba a través del líquido. Para obtener una cierta mezcla íntima del medio líquido, se trabaja en este caso frecuentemente según el principio de las bombas Mammot, con lo que se obtiene una circulación forzada por el hecho de que se dispone, por ejemplo, en un recipiente de reacción cilíndrico, un tubo concéntrico, en cuyo espacio interior el gas burbujea hacia arriba, lleva consigo en parte el medio líquido, mientras que al mismo tiempo en el espacio exterior, que se halla entre el tubo y la pared del recipiente, el medio líquido fluye hacia abajo. Esta circulación puede aumentarse por el hecho de que se introduce, con alto impulso, por medio de boquillas, líquido por ejemplo aportado hacia abajo en el espacio exterior (véase la patente alemana No. 926 846). Pero en este caso no tiene lugar una mezcla intensa y rápida de gases y líquidos con el medio de reacción líquido.
10. do del recipiente y burbujearlo hacia arriba a través del líquido. Para obtener una cierta mezcla íntima del medio líquido, se trabaja en este caso frecuentemente según el principio de las bombas Mammot, con lo que se obtiene una circulación forzada por el hecho de que se dispone, por ejemplo, en un recipiente de reacción cilíndrico, un tubo concéntrico, en cuyo espacio interior el gas burbujea hacia arriba, lleva consigo en parte el medio líquido, mientras que al mismo tiempo en el espacio exterior, que se halla entre el tubo y la pared del recipiente, el medio líquido fluye hacia abajo. Esta circulación puede aumentarse por el hecho de que se introduce, con alto impulso, por medio de boquillas, líquido por ejemplo aportado hacia abajo en el espacio exterior (véase la patente alemana No. 926 846). Pero en este caso no tiene lugar una mezcla intensa y rápida de gases y líquidos con el medio de reacción líquido.
15. do del recipiente y burbujearlo hacia arriba a través del líquido. Para obtener una cierta mezcla íntima del medio líquido, se trabaja en este caso frecuentemente según el principio de las bombas Mammot, con lo que se obtiene una circulación forzada por el hecho de que se dispone, por ejemplo, en un recipiente de reacción cilíndrico, un tubo concéntrico, en cuyo espacio interior el gas burbujea hacia arriba, lleva consigo en parte el medio líquido, mientras que al mismo tiempo en el espacio exterior, que se halla entre el tubo y la pared del recipiente, el medio líquido fluye hacia abajo. Esta circulación puede aumentarse por el hecho de que se introduce, con alto impulso, por medio de boquillas, líquido por ejemplo aportado hacia abajo en el espacio exterior (véase la patente alemana No. 926 846). Pero en este caso no tiene lugar una mezcla intensa y rápida de gases y líquidos con el medio de reacción líquido.
20. do del recipiente y burbujearlo hacia arriba a través del líquido. Para obtener una cierta mezcla íntima del medio líquido, se trabaja en este caso frecuentemente según el principio de las bombas Mammot, con lo que se obtiene una circulación forzada por el hecho de que se dispone, por ejemplo, en un recipiente de reacción cilíndrico, un tubo concéntrico, en cuyo espacio interior el gas burbujea hacia arriba, lleva consigo en parte el medio líquido, mientras que al mismo tiempo en el espacio exterior, que se halla entre el tubo y la pared del recipiente, el medio líquido fluye hacia abajo. Esta circulación puede aumentarse por el hecho de que se introduce, con alto impulso, por medio de boquillas, líquido por ejemplo aportado hacia abajo en el espacio exterior (véase la patente alemana No. 926 846). Pero en este caso no tiene lugar una mezcla intensa y rápida de gases y líquidos con el medio de reacción líquido.

- También se ha recomendado ya introducir gas y líquido con boquillas verticalmente a la dirección del flujo del medio líquido en éste mismo. En la práctica, sin embargo, el medio de reacción líquido presenta sólo una mínima velocidad que no es suficiente para obtener una mezcla rápida e íntima, con tal que se trabaje sin agitador. En muchas reacciones, el espacio de reacción debe por eso escogerse muy alto a fin de obtener un largo tiempo de mezcla condicionado por la duración del bur
25. do del recipiente y burbujearlo hacia arriba a través del líquido. Para obtener una cierta mezcla íntima del medio líquido, se trabaja en este caso frecuentemente según el principio de las bombas Mammot, con lo que se obtiene una circulación forzada por el hecho de que se dispone, por ejemplo, en un recipiente de reacción cilíndrico, un tubo concéntrico, en cuyo espacio interior el gas burbujea hacia arriba, lleva consigo en parte el medio líquido, mientras que al mismo tiempo en el espacio exterior, que se halla entre el tubo y la pared del recipiente, el medio líquido fluye hacia abajo. Esta circulación puede aumentarse por el hecho de que se introduce, con alto impulso, por medio de boquillas, líquido por ejemplo aportado hacia abajo en el espacio exterior (véase la patente alemana No. 926 846). Pero en este caso no tiene lugar una mezcla intensa y rápida de gases y líquidos con el medio de reacción líquido.
30. do del recipiente y burbujearlo hacia arriba a través del líquido. Para obtener una cierta mezcla íntima del medio líquido, se trabaja en este caso frecuentemente según el principio de las bombas Mammot, con lo que se obtiene una circulación forzada por el hecho de que se dispone, por ejemplo, en un recipiente de reacción cilíndrico, un tubo concéntrico, en cuyo espacio interior el gas burbujea hacia arriba, lleva consigo en parte el medio líquido, mientras que al mismo tiempo en el espacio exterior, que se halla entre el tubo y la pared del recipiente, el medio líquido fluye hacia abajo. Esta circulación puede aumentarse por el hecho de que se introduce, con alto impulso, por medio de boquillas, líquido por ejemplo aportado hacia abajo en el espacio exterior (véase la patente alemana No. 926 846). Pero en este caso no tiene lugar una mezcla intensa y rápida de gases y líquidos con el medio de reacción líquido.

339064



bujeado del gas hacia arriba a través del líquido.

- Se ha descubierto ahora que al mezclar gases y líquidos con un medio líquido introduciendo gases y líquidos en un medio líquido por medio de boquillas, se
5. obtienen resultados particularmente ventajosos, si los gases y los líquidos, que dan una velocidad de 5 - 100 m/sec, se introducen mediante boquillas en una cámara intercambiadora de impulsos, que se halla en el medio líquido y que se extiende en la dirección de entrada del
10. líquido, y cuyo diámetro medio del orificio de entrada es de 2 hasta 20 veces el diámetro medio de la boquilla de líquido, y cuya longitud es de 3 hasta 30 veces su diámetro hidráulico.

- En este caso, al entrar de los gases y líquidos
15. salientes de la boquilla en la cámara intercambiadora de impulsos, el medio líquido es aspirado y mezclado, dentro de fracciones de un segundo, con las substancias aportadas tan intensamente que ya al dejar la cámara intercambiadora de impulsos prácticamente ya no pueden reconocerse diferencia de concentración. El efecto de mezcla obtenido se manifiesta de una manera particularmen-
te evidente en la oxidación de hidrocarburos con un gas
20. en fase líquida que contiene oxígeno, donde ya elevadas concentraciones de oxígeno locales de corta duración originan formaciones de resinas. En el nuevo método de tra-
bajar, esta formación de resina prácticamente ya no ocu-
rre. Mientras que hasta ahora era necesaria una alta co-
luna de líquido para obtener una amplia absorción del
25. oxígeno en fase líquida, el nuevo método permite traba-
jar también con un bajo nivel de líquido, porque esta
- 30.



339064

- absorción prácticamente ya está terminada después de salir la cámara intercambiadora de impulsos. En el método de trabajar convencional sin cámara intercambiadora de impulsos, una irrupción de oxígeno ya se produce
5. en bajas cargas de gas, es decir al aportar pequeñas cantidades de gas por unidad de superficie de la sección transversal del reactor. El gas de descarga contiene entonces cantidades considerables de oxígeno. Como la fase de gas en la mayoría de los casos contiene al mismo tiempo vapores de sustancias orgánicas, hay el peligro de explosiones. Según el nuevo procedimiento, esta crítica irrupción de oxígeno tiene lugar sólo en cargas de gas mucho más elevadas.

- El nuevo procedimiento es generalmente apropiado para mezclar gases y líquidos con un medio líquido, particularmente llevando a cabo reacciones químicas entre gases y líquidos que requieren ser mezclados rápida e intensamente. En este caso, por medio líquido debe entenderse la mezcla de reacción que se forma por el gas y el líquido durante la reacción. Naturalmente, como gas y como líquido pueden emplearse no sólo sustancias puras, sino también mezclas de sustancias discretionales, mientras que por medio líquido generalmente debe entenderse una mezcla de sustancias, con lo que también puede tratarse de una mezcla líquido/gas. Ventajas particulares se obtienen en la oxidación de compuestos orgánicos con oxígeno o gases que contienen oxígeno, como aire, con lo cual la oxidación de hidrocarburos alifáticos, cicloalifáticos y aralifáticos tales como parafina, ciclohexano o xilol, es de importancia particular. Aplicando el
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

339064



- nuevo procedimiento en dichas reacciones de oxidación, las condiciones de reacción generales acostumbradas en este caso tales como catalizadores, presión, temperatura y grado de oxidación, no son alteradas. La mezcla más rápida y más intensa obtenida por el nuevo procedimiento puede, sin embargo, influir en la velocidad de reacción, con lo que conviene eventualmente determinar de nuevo, a base de la nueva velocidad de reacción más elevada, el grado óptimo de los parámetros del procedimiento tales como el tiempo medio de permanencia, el grado de la oxidación, la presión, la temperatura y la cantidad de catalizador, que han resultado como ser optimales al trabajar de una manera técnica. El nuevo procedimiento permite llevar a cabo muchas reacciones de oxidación a temperaturas algo más bajas dando así en muchos casos rendimientos más elevados en productos de reacción. El procedimiento según la invención es de importancia particular para procesos técnicos en los que deben mezclarse continuamente muy grandes volúmenes.
5. Una característica del nuevo procedimiento es una velocidad del líquido de unos 5 hasta 100 m/ sec, preferentemente de 10 hasta 30 m/sec. Velocidades de esta clase se obtienen por medio de inyección mediante boquillas, con lo cual se prestan por ejemplo boquillas con agujeros, boquillas con intersticios o también intersticios anulares. Gases y líquidos pueden salir comúnmente de una boquilla, con lo que la unión de las dos substancias puede efectuarse directamente delante de la boquilla o bien en un tren mezclador dispuesto delante de la boquilla. Gases y líquidos pueden, sin em-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

339064

- 6 -

8 ABR



bargo, también introducirse separadamente unos de otros mediante boquillas, con lo que la dirección de la entrada y la velocidad del gas pueden escogerse a voluntad. Esta última es generalmente de 3 hasta 30 m/ sec.

5. El nuevo procedimiento se presta particularmente para procesos de mezcla, en los que la relación entre el volumen de líquido aportado y el volumen de gas aportado se halla entre 0,1 y 10.

10. La cámara intercambiadora de impulsos debe presentar un diámetro medio del orificio de entrada de 2- 20 veces, preferentemente de 2 - 10 veces el diámetro medio de la boquilla de líquido, y cuya longitud es de 3 - 30 veces, preferentemente de 5 - 15 veces su diámetro hidráulico. Por boquilla de líquido debe
15. entenderse el orificio de salida del líquido, respectivamente en caso de que gas y líquido se aportan mediante una boquilla común, el orificio de salida común. Por
20. diámetro medio debe entenderse el diámetro de un círculo que presenta la misma superficie como la sección transversal respectiva de la boquilla, respectivamente del orificio de entrada de la cámara intercambiadora de impulsos. La cámara intercambiadora de impulsos presenta generalmente una sección transversal constante, o una tal que se aumenta en la dirección del flujo.
25. La cámara intercambiadora de impulsos debe extenderse en la dirección de la entrada del líquido y puede construirse en formas diversas adaptando esta forma convenientemente a la forma empleada de la boquilla. En general se emplean tubos cilíndricos o segmentos cónicos.
30. Si la cámara intercambiadora de impulsos está construí-

339064



- da como tubo cilíndrico, su longitud debe ser de 3 -30 veces su diámetro. Si la cámara no presenta una sección transversal circular o a lo largo de su longitud no presenta una sección transversal constante, su longitud debe ser de 3 - 30 veces el diámetro hidráulico. Por diámetro hidráulico debe entenderse el diámetro de un tubo cilíndrico que, con igualdad de cantidades atravesadas y con igualdad de longitud, presenta la igual pérdida de presión como la cámara intercambiadora de impulsos respectiva.
- 5.
- 10.

- En lugar de una boquilla para los gases y líquidos aportados y una cámara intercambiadora de impulsos perteneciente puede también emplearse un haz de boquillas y un haz de cámaras intercambiadoras de impulsos cada vez pertenecientes, empleando en este caso convenientemente boquillas de dimensiones iguales. Las boquillas y las cámaras intercambiadoras de impulsos pertenecientes pueden también disponerse en cualquier posición recíproca en el recipiente de reacción y formar por ejemplo una estrella o una estrella esférica. También es posible reunir varias boquillas con una cámara intercambiadora de impulsos, con lo cual la sección transversal del orificio de entrada de la misma, al emplear n boquillas, debería corresponder a n veces la sección transversal requerida para una boquilla. Por ejemplo, al emplear varias boquillas dispuestas en forma de estrella, es apropiado como cámara intercambiadora de impulsos un intersticio anular dispuesto simétricamente a la rotación respecto al eje central de la estrella de boquillas. La misma cámara intercambiadora
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

- 8 -
339064



de impulsos con intersticio anular está indicada también al emplear boquillas con intersticios anulares ajustadas radialmente (véase figura 2).

- Prácticamente el volúmen de la cámara intercambiadora de impulsos representa sólo una parte mínima de la verdadera cámara de reacción, generalmente aproximado 1/100 hasta 1/1000 parte. Para obtener una buena convección en la cámara de reacción y para evitar depósitos en el fondo conveniente disponer la boquilla y la cámara intercambiadora de impulsos en el centro de la cámara de reacción perpendicularmente hacia abajo. En muchos casos se emplea adicionalmente el principio de las bombas Mammot, con lo cual en el centro del recipiente de reacción cilíndrico, un tubo cilíndrico concéntrico produce una circulación forzada de manera tal que en el espacio exterior (o interior) el medio líquido específicamente más ligero, debido al contenido en gas, fluye hacia arriba y, después de haber tenido lugar una amplia separación de la fase de gas y la del líquido, la última en el espacio interior (o exterior) fluye luego hacia abajo. En este caso se procura, convenientemente mediante chapas directrices en la cámara de reacción, que la mezcla que deja la cámara intercambiadora de impulsos, se conduce de manera tal que el principio de las bombas Mammot es favorecido y no disturbado, es decir conduciendo la mezcla que deja la cámara intercambiadora de impulsos sólo en el espacio exterior (o interior).

- Las figuras explican el método de trabajar de la invención. Para facilitar la comprensión, sin



- 9 -

339064

embargo, en comparación con la cámara de reacción, se han representado fuertemente aumentadas las boquillas y la cámara intercambiadora de impulsos. Significan 1 el orificio de salida para el líquido, 2 el orificio de salida para el gas, 3 la cámara intercambiadora de impulsos, 4 el recipiente de reacción (recipiente de mezcla), 5 y 6 los dispositivos para aportar el líquido y el gas, 7 el tubo de circulación, 8 la aportación para el medio líquido conducido en círculo tomado a través de la bomba 9 y 10 la conducción de salida de la mezcla.

La figura 1 representa una cámara intercambiadora de impulsos tubular 3 dispuesta verticalmente de arriba abajo en el recipiente de reacción 4. El líquido a ser alimentado en el reactor se conduce a través del orificio de la boquilla 1, el gas a través del orificio 2, a la cámara intercambiadora de impulsos. Con ello se aspira mezcla de reacción, desde el recipiente de reacción, en la cámara intercambiadora de impulsos. La mezcla que se forma deja el reactor a través de la conducción de salida No.10.

La figura 2 representa una boquilla de intersticio anular ajustada radialmente en combinación con una cámara intercambiadora de impulsos de intersticio anular. La figura 3 representa boquillas dirigidas hacia abajo, con lo cual al mismo tiempo se toma medio líquido desde el recipiente de mezcla, y a través de la bomba 9 y de la conducción 8, junto con el líquido 5, se aporta al orificio de la boquilla 1. Este método de trabajar se recomienda particularmente

- 10 -
339064⁸



cuando deben mantenerse largos tiempos de permanencia, pero cuando al mismo tiempo debe mantenerse una mezcla intensa en el recipiente de reacción.

EJEMPLO

5. En un reactor (véase figura 3, pero ^{sin} 8 y 9) con una capacidad de 4 m^3 , en el cual está montado concéntricamente un tubo de circulación con una longitud de $\frac{2}{3}$ de la altura del reactor y un diámetro de 70 % del diámetro del reactor, se introducen por hora 9 m^3 de ciclohexano y 500 m^3 normales de aire. La presión es de 20 atms. abs., la temperatura es de 145°C . La oxidación se lleva a cabo en presencia de 3 ppm de cobalto como catalizador en forma de nafte-nato cobáltico. El diámetro de la boquilla de ciclohexano (1 en la figura 3) es de 13,5 mm, la velocidad de salida del ciclohexano al dejar la boquilla es de 20 m/sec. La cámara intercambiadora de impulsos tiene un diámetro de 80 mm y una longitud de 640 mm. El contenido en oxígeno en el gas de escape que deja el reactor a través de 10 es de 0,2 vol. %.
- 10.
- 15.
- 20.
25. Si se trabaja sin la cámara intercambiadora de impulsos a igualdad del resto de condiciones, el reactor puede estar cargado por hora sólo con 200 m^3 normales de aire, para que el contenido en O_2 en el gas de descarga no exceda el valor determinado por razones de seguridad de 0,2 vol. %. Si se carga el reactor con cámara intercambiadora de impulsos por hora con 200 m^3 normales de aire en condiciones por lo demás constantes, el rendimiento respecto a los productos deseados de ciclohexanona y ciclohexanol, referido
- 30.



ABR. 1967

339064

al ciclohexano transformado, es en un 2% más alto en comparación al método de trabajar sin cámara intercambiadora de impulsos.

N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.
10. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Alemania con el número B 86 601 de 9 de abril de 1966, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita Patente de Invención por veinte años en España sobre:
" PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA MEZCLAR GASES Y LIQUIDOS CON UN MEDIO LIQUIDO", caracterizándose por lo siguiente:
- 15.
20. 1.- Procedimiento para mezclar gases y líquidos con un medio líquido, introduciendo, mediante boquillas, gases y líquidos en un medio líquido, caracterizado porque los gases y los líquidos, que presentan una velocidad de 5 - 100 m/ sec, se introducen, mediante boquillas, en una cámara intercambiadora de impulsos que se encuentra en un medio líquido y que se extiende en la dirección de la entrada del líquido, cuyo diámetro medio del orificio de entrada es de 2 - 20 veces el diámetro medio de la boquilla de líquido, y
- 25.
30. cuya longitud es de 3 - 30 veces su diámetro hidráulico.

339064



5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla que sale de la cámara intercambiadora de impulsos se conduce, mediante chapas directrices, en el espacio anular, que resulta del montaje de un tubo de circulación y que se encuentra por encima de la cámara intercambiadora de impulsos, o en el espacio interior del tubo de circulación, de manera tal que se produce una circulación del líquido según el principio de las bombas Mammüt.
10. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el gas es un gas que contiene oxígeno, y el líquido es un compuesto orgánico.
15. 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque el líquido es un hidrocarburo.
20. 5.- Aparato para realizar el procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende boquillas para aportar gases y líquidos en una cámara intercambiadora de impulsos que se extiende en la dirección de la boquilla del líquido y que se encuentra directamente delante de las boquillas, cuyo diámetro medio del orificio de entrada es de 2 - 20 veces el diámetro medio de la boquilla de líquido y cuya longitud es de 3 - 30 veces su diámetro hidráulico.
25. 6.- " Procedimiento y aparato para mezclar gases y líquidos con un medio líquido", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, y en el dibujo adjunto.
30. Esta Memoria consta de trece hojas, es-

- 13 -

339064



critas a máquina por una sola cara.

Madrid,

18 ABR. 1951

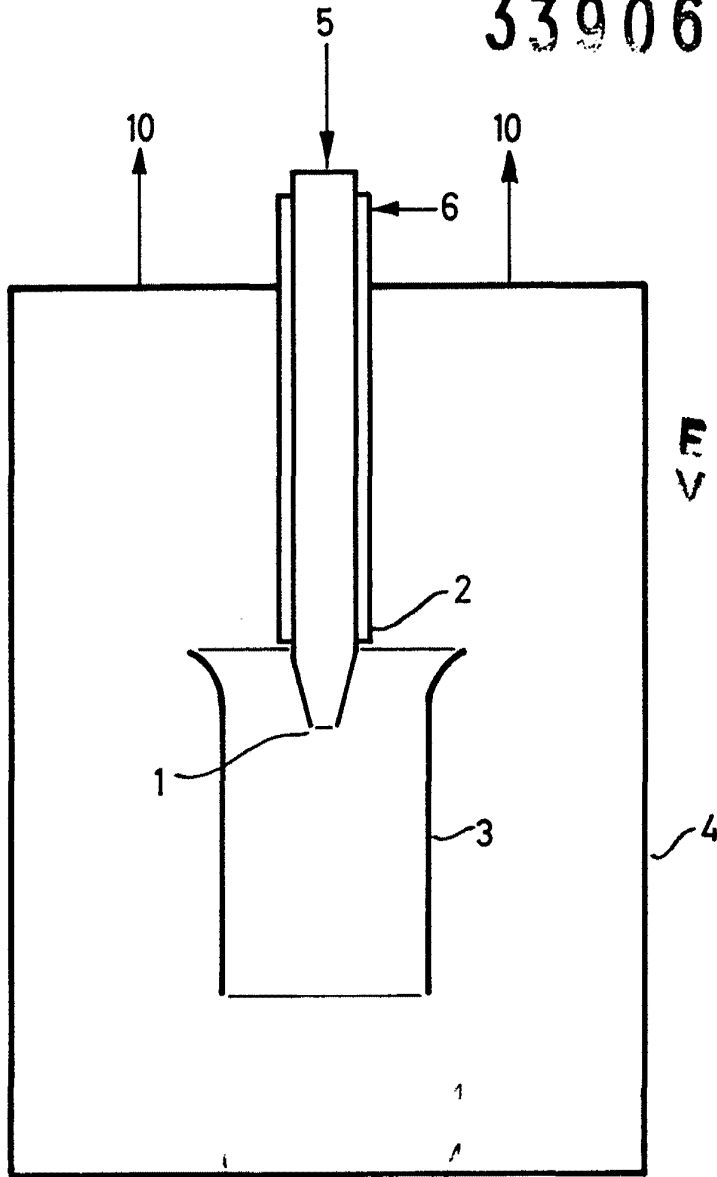
BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK
AKTIENGESELLSCHAFT.

GOMEZ ACEBO Y MODET

Firmado: F. Hernández Ruiz

Fig. 1

339064 8 ABR. 1967



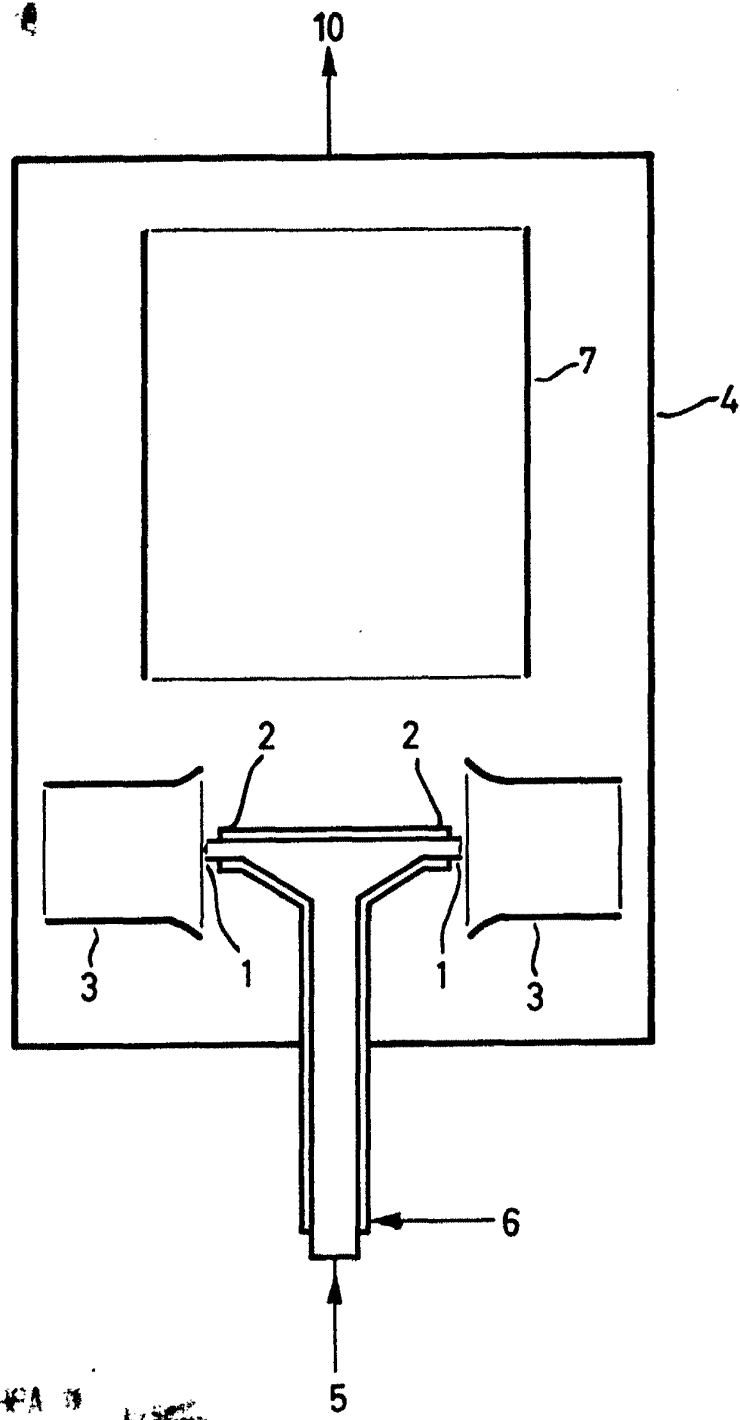
ESCALA
VARIABLE

8 ABR. 1967

Madrid

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
p. p. Encarg. E. Hernández Ruiz

Fig. 2



ANILIN- & SODA-FABRIK
AKTIENGESELLSCHAFT

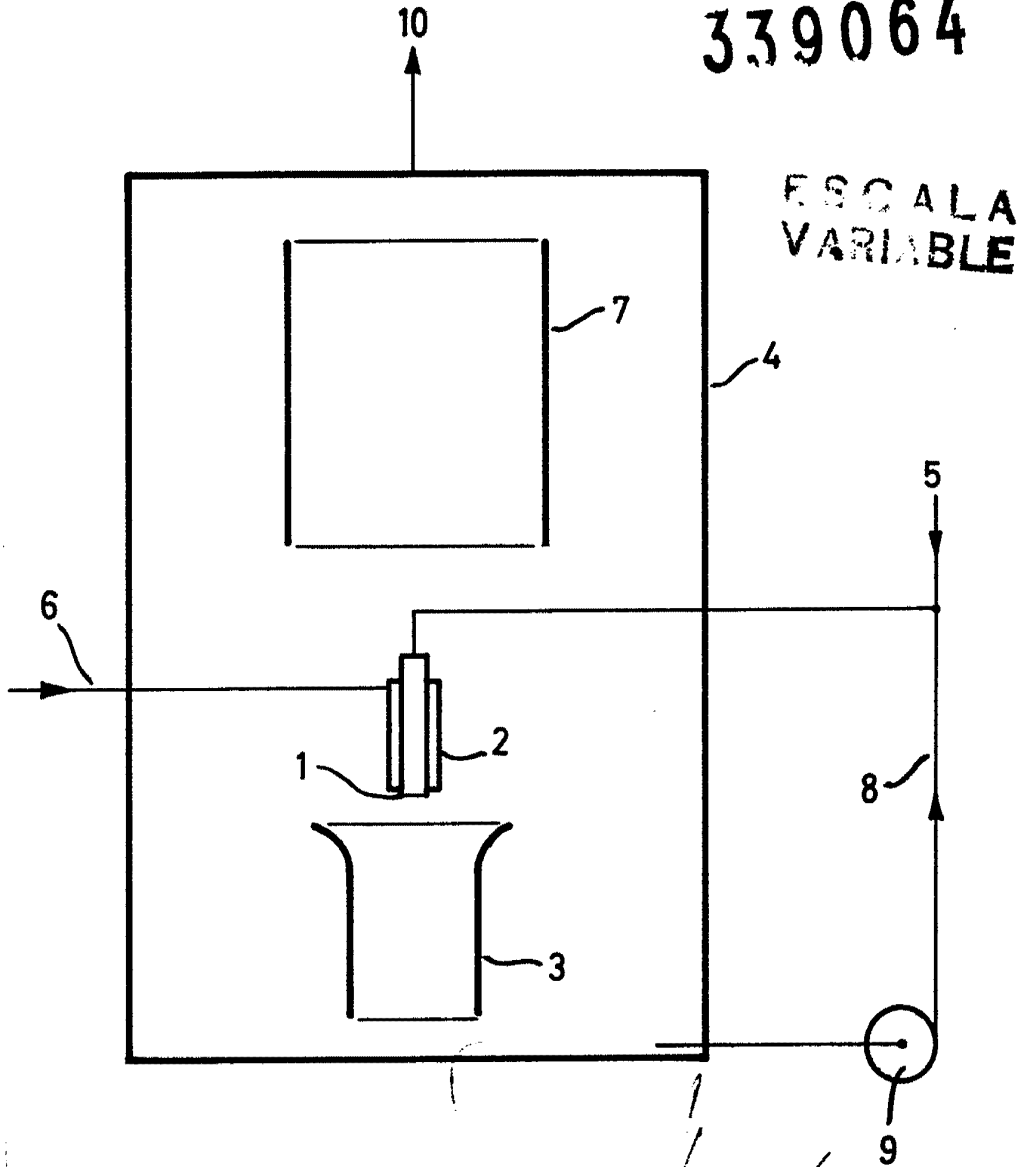
ANILIN- & SODA-FABRIK
AKTIENGESELLSCHAFT

ANILIN- & SODA-FABRIK
AKTIENGESELLSCHAFT

Fig. 3



339064



ESCALA
VARIABLE

8 ABR. 1967

Madrid

J. GÓMEZ ACERO Y MODEJ
c. a. Alameda de S. Fernando, 10