

170256



P A T E N T E
D E 170256
I N V E N C I Ó N

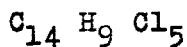
por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION, EN PROCESO DE FABRICACION CONTINUA, DE UN PRODUCTO POLICLORADO PARTIENDO DE ALCOHOL Y BENZOL", a favor de la razón social española: FABRICACION NACIONAL DE COLORANTES Y EXPLOSIVOS, S.A., domiciliada en Barcelona.

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

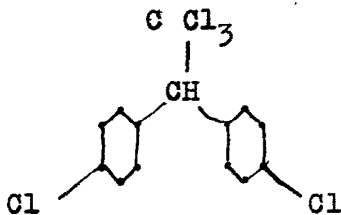
La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención, en proceso de fabricación continua, de un producto policlorado partiendo de alcohol y benzol.

5. El producto policlorado a que hace referencia la invención, es el dicloro-difenil-tricloroetano, que responde a la fórmula general



ó a la fórmula desarrollada

10.



15.



170256

Este producto había sido siempre preparado en proceso intermitente, clorando el benzol y el alcohol en recipientes y aparatos, donde una carga inicial de producto era tratada durante horas consecutivas con una corriente de cloro, primero

5. frío, después en caliente, debiendo someter los productos obtenidos a una destilación para separar los isómeros y materia sin reaccionar. La condensación final se ha efectuado siempre por cargas intermitentes, mezclando los componentes obtenidos de la cloración del alcohol y benzol en un medio deshidratante.

10. En el procedimiento que se describe, todo el proceso tiene lugar en forma continua, incluso en su fase final, en la que se añaden constantemente, a chorro controlado, los pesos necesarios de cloral-clorobenzol y ácido sulfúrico en aparato escalonado, de donde va saliendo en forma continua el producto

15. final elaborado.

Son de todos conocidas las ventajas que un proceso de fabricación continua tiene sobre los intermitentes, pero en el procedimiento que se describe se obtienen además las siguientes:

20. 1ª.- Producción más económica, por una notable economía de mano de obra.
- 2ª.- Mejor control de la fabricación.
- 3ª.- Obtención de producto más puro, en forma de polvo seco, sin formación de grumos y bolas, que se obtienen en muchos
25. casos en la fabricación por sistema intermitente, en la que el producto es impuro, conteniendo agua, ácido y otras materias no deseables.
- 4ª.- Mejor aprovechamiento del cloro y demás primeras materias.
- 5ª.- Producción regular del ácido clorhídrico, exigiendo aparatos de absorción de menores dimensiones.
- 30.



170256

El proceso de fabricación continua se divide, esencialmente, en tres fases, a saber:

Fase 1ª.- Fabricación continua del clorobenzol.

5. Fase 2ª.- Cloración continua del alcohol etílico, hasta el alcoholato de cloral y cloral.

Fase 3ª.- Condensación, combinación en proceso continuo del cloral con el clorobenzol, hasta la obtención del dicloro-difenil-tricloroetano.

10. Para facilitar la explicación, se acompaña a la presente memoria unas láminas de dibujos, en las que se ha representado, a título de ejemplo, esquemas de la instalación para las fases antes indicadas.

En el dibujo:

15. la figura 1ª representa el esquema de instalación de la fase 1ª;

la figura 2ª manifiesta análogamente el de la fase 2ª;

la figura 3ª igualmente se representa la instalación de la fase 4ª.

20. En el procedimiento que se describe, la fase 1ª se efectúa utilizando un tanque de benzol -1-, cuya salida pasa por un aparato secador -2-, relleno de cloruro de calcio, cuya finalidad es absorber hasta las últimas trazas de agua que el benzol lleva disuelta. Un aparato regulador y contador de chorro -3-, para el benzol seco. Un clorador -4-, continuo, donde reacciona el benzol con la corriente continua de cloro seco que llega por -5-, de las células electrolíticas.

25. Dos catalizadores, uno frío y otro caliente -7-, donde se completa la reacción, con torre de absorción -8-, para el HCl formado. Los neutralizadores -9- de la masa clarada y una
30. instalación de rectificación continua del clorobenzol formado;

170256



21 JUN 1945

a base de separadores -10-, rectificadores -11-, tanques colectores -12- y colector del dicloro-benzol -13-, separadores automáticos de benzol y clorobenzol -10bis- y recipiente para clorhídrico(20 Bé) -10'-.

5. Por este conjunto sucesivo de aparatos, se logra: El secado continuo del benzol, la salida de éste a chorro continuo, controlado, a la operación de cloración con cloro seco procedente de células electrolíticas, mediante catalizadores frío y caliente, absorbiendo el HCl formado, neutralizándose a continuación la masa clorada y rectificando el clorobenzol formado.

10. Las cantidades de benzol y cloro a reaccionar, corresponden a las teóricas necesarias, manteniendo siempre un exceso de benzol, que en la rectificación es recuperado de nuevo y entra de nuevo en la fabricación.

15. Fase segunda: Consiste en la cloración del alcohol en batería de cloradores, esmaltados -14-, fig. 2ª, escalonados, tal como se representa o en disposición similar. En el clorador 1º entra a chorro continuo A el alcohol, controlado por contador; en el clorador 10º entra el cloro a presión, procedente de botellas de Cl líquido u otros, barboteando sobre el líquido parcialmente clorado; el sobrante del cloro no absorbido, junto con el HCl que se desprende va al clorador 9º, y de éste sucesivamente al 8º, 7º, hasta el 1º, del cual sale solamente HCl, que es absorbido en una torre con anillos de Raschig -15-.

20. Durante la operación, las temperaturas en los diferentes cloradores se mantienen desde -10° C. el primero, enfriado con solución frigorífica, hasta + 95° C., calentando con vapor, 25. el décimo, donde la reacción se acaba de completar.

30.

170256

21



5. Del clorador décimo sale el alcoholato de cloral, que puede emplearse directamente para la fase 3ª, o bien el cloral puro obtenido por destilación del alcoholato en ácido sulfúrico. En la cloración del alcohol debe tenerse en cuenta que no se efectúa la absorción tan total del cloro como en el caso del clorobenzol, de manera que hay que contar siempre con un ácido clorhídrico obtenido, conteniendo algo de cloro. Por el mismo motivo la cantidad de cloro necesaria es algo superior a la teórica.
10. Fase tercera: Consiste en la condensación en proceso continuo del clorobenzol y cloral, en suspensión sulfúrica, siendo filtrado, lavado y neutralizado, resultando un polvo blanco de elevada pureza, que sólo requiere el secado y molido.
15. La operación tiene lugar en una serie de quince pequeños reactores -16-, con dispositivo de enfriamiento o calentamiento a baño maría. Del reactor quince (15º), sale el producto de condensación terminado en suspensión sulfúrica a chorro continuo, que es filtrado, lavado y neutralizado, secando el producto y moliéndolo seguidamente.
20. En el reactor (1º) entra en proceso continuo un chorro controlado de clorobenzol C, y otro de cloral C', cantidad equivalente a la total necesaria para la reacción, y al mismo tiempo una pequeña parte del ácido sulfúrico fumante D necesario para absorber el agua de reacción.
25. En los reactores segundo (2º), tercero (3º), cuarto (4º) etc., hasta el décimo (10º), van entrando nuevas cantidades de sulfúrico, hasta la total necesaria, manteniendo la temperatura de reacción apropiada por medio del baño maría.
30. Los reactores undécimo (11º), etc., hasta el décimo quinto (15º), son los finalizadores de la condensación. Todos



170256

ellos están provistos de agitador mecánico -17-, saliendo del número 15º el producto final completamente acabado, en forma de polvo blanco, en suspensión sulfúrica.

5. La eliminación del sulfúrico y la neutralización y secado del producto, se hace en la forma ya indicada. Para el logro de esta reacción con rendimientos casi teóricos calculados sobre el cloral, se requiere un gran exceso de ácido sulfúrico.

10. El procedimiento, dentro de su esencialidad, puede ser llevado a la práctica en otras formas de ejecución, que la indicada a título de ejemplo; podrá, pues, utilizarse para el proceso las series de aparatos más apropiados para el fin propuesto, con los tiempos y temperaturas más convenientes: por entrar todo dentro del espíritu de las reivindicaciones.

NOTA

15. Hecha la descripción del presente invento, se declara como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

20. 1ª.- Un procedimiento para la obtención, en proceso de fabricación continua, de un producto policlorado partiendo de alcohol y benzol, caracterizado esencialmente porque la fabricación continua se obtiene mediante tres fases fundamentales, a saber: fabricación continua del clorobenzol, cloración continua del alcohol etílico hasta el cloroalcoholato y cloral, y finalmente la condensación en proceso continuo del clorobenzol y cloral hasta la obtención del dicloro-difenil-tricloroetano.

25.

170256

21



5. 2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual la primera fase tiene lugar haciendo reaccionar las cantidades de benzol y cloral correspondientes a las teóricas, manteniendo siempre un exceso de benzol, que en la rectificación es recuperado y entra de nuevo en la fabricación.

10. 3ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª y 2ª, en el cual el proceso de la fase primera se efectúa haciendo salir mediante paso controlado al benzol hacia un clorador continuo, adonde llega el cloro procedente de células electro-líticas o de otros medios, empleando catalizador frío y caliente, completando la reacción con torre de absorción del HCl formado.

15. 4ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual la cloración del alcohol se efectúa en batería de cloradores escalonados, entrando en el primero a chorro continuo el alcohol y en el último el cloro a presión; el sobrante no absorbido juntamente con el HCl que se desprende, van de clorador en clorador hasta el primero, del que solamente saldrá HCl, que es absorbido en una torre adecuada.

20. 5ª.- Un procedimiento según la reivindicación 4ª, en el cual las temperaturas de cloración en los diferentes cloradores de la batería, se mantienen entre 10° C. bajo cero, en el primero, hasta más 95° C. en el último, teniendo en cuenta para esta operación mantener un exceso de cloro.

25. 6ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual la tercera fase o condensación del clorobenzol y cloral, se efectúa en pequeños reactores en serie, con dispositivo de enfriamiento o calentamiento a baño maría y agitador, entrando en el primer reactor en marcha continua un chorro controlado de clorobenzol y otro de cloral, en cantidad

30.

170256



5. equivalente para la reacción, y al mismo tiempo una pequeña cantidad de ácido sulfúrico fumante; en los restantes reactores, hasta el décimo, van entrando cantidades adecuadas de ácido sulfúrico, hasta la total necesaria, a partir del décimo los reactores son finalizadores de la operación, dando como producto final un polvo blanco en suspensión sulfúrica, eliminando después el sulfúrico y neutralizándolo y secándolo adecuadamente, debiendo contar con un exceso de ácido sulfúrico en la operación.

10. 7º.- Un procedimiento para la obtención, en proceso de fabricación continua, de un producto policlorado partiendo de alcohol y benzol.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de ocho hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara, acompañadas de tres láminas dobles de dibujos.

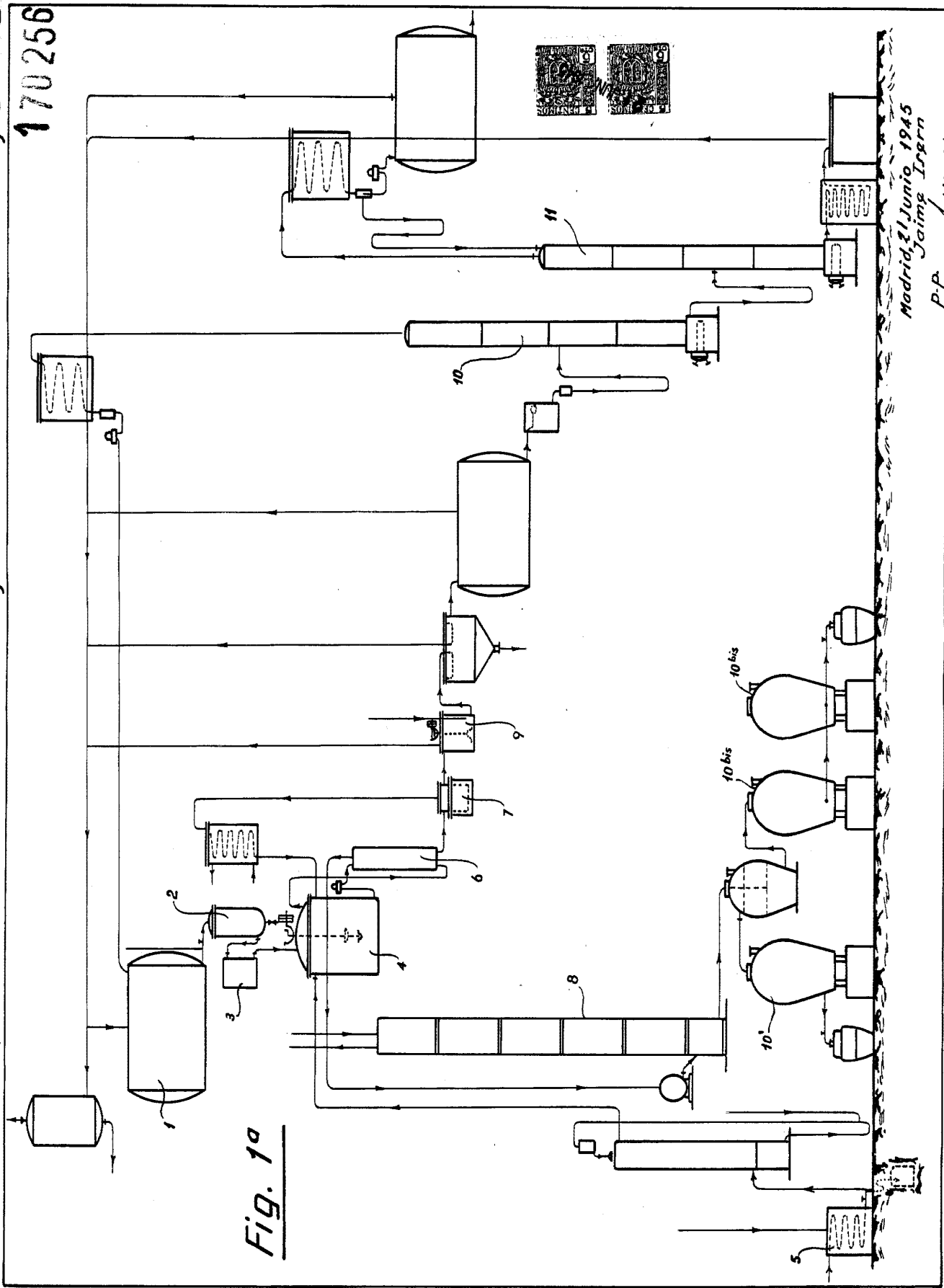
Madrid, a 21 de Junio de 1945.

FABRICACION NACIONAL DE COLORANTES
Y EXPLOSIVOS S.A.-

p.a.

170256

Fig. 1ª



Madrid, 21 Junio 1945

P.P.

Jaime Irgern

170256

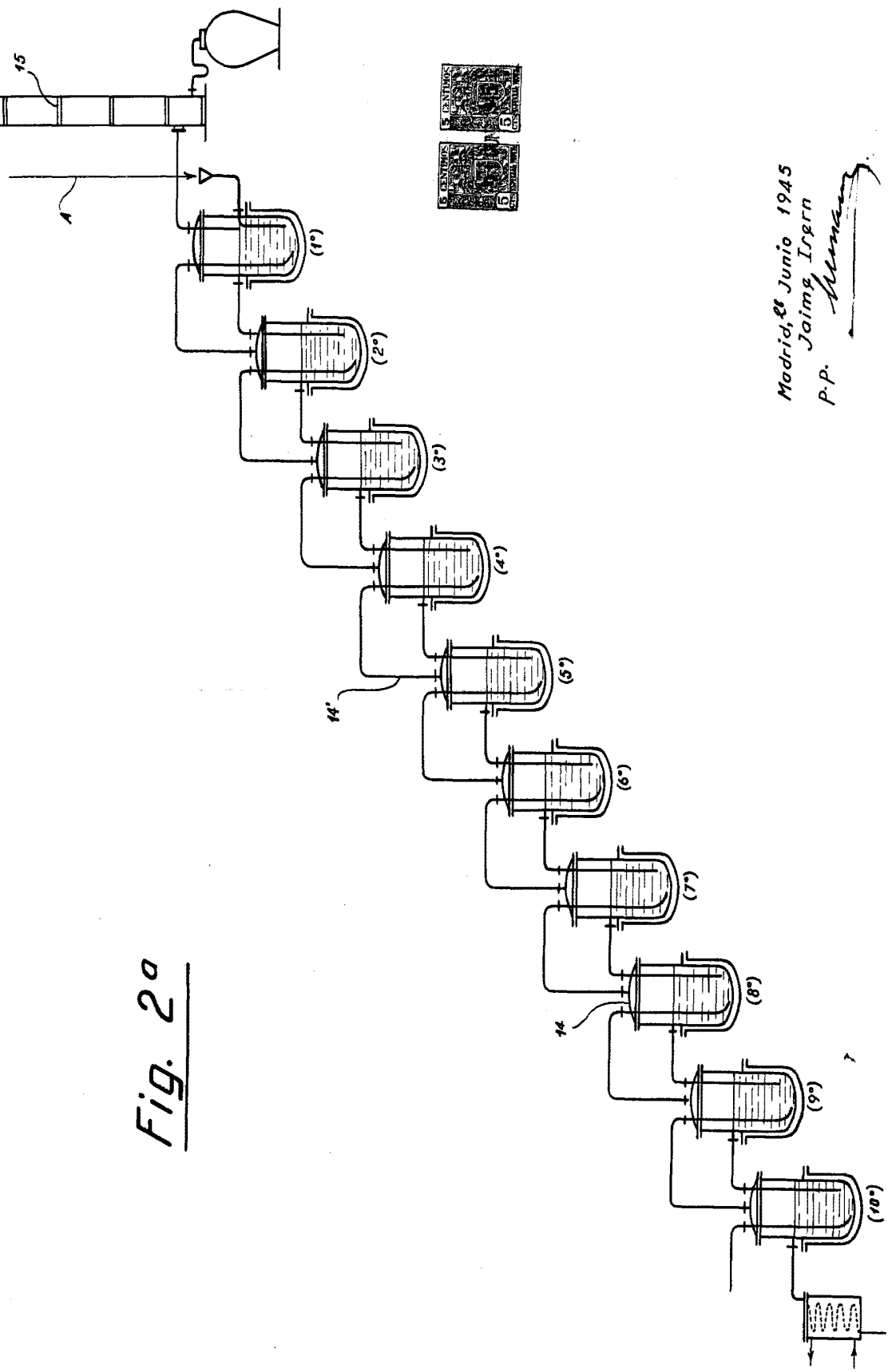
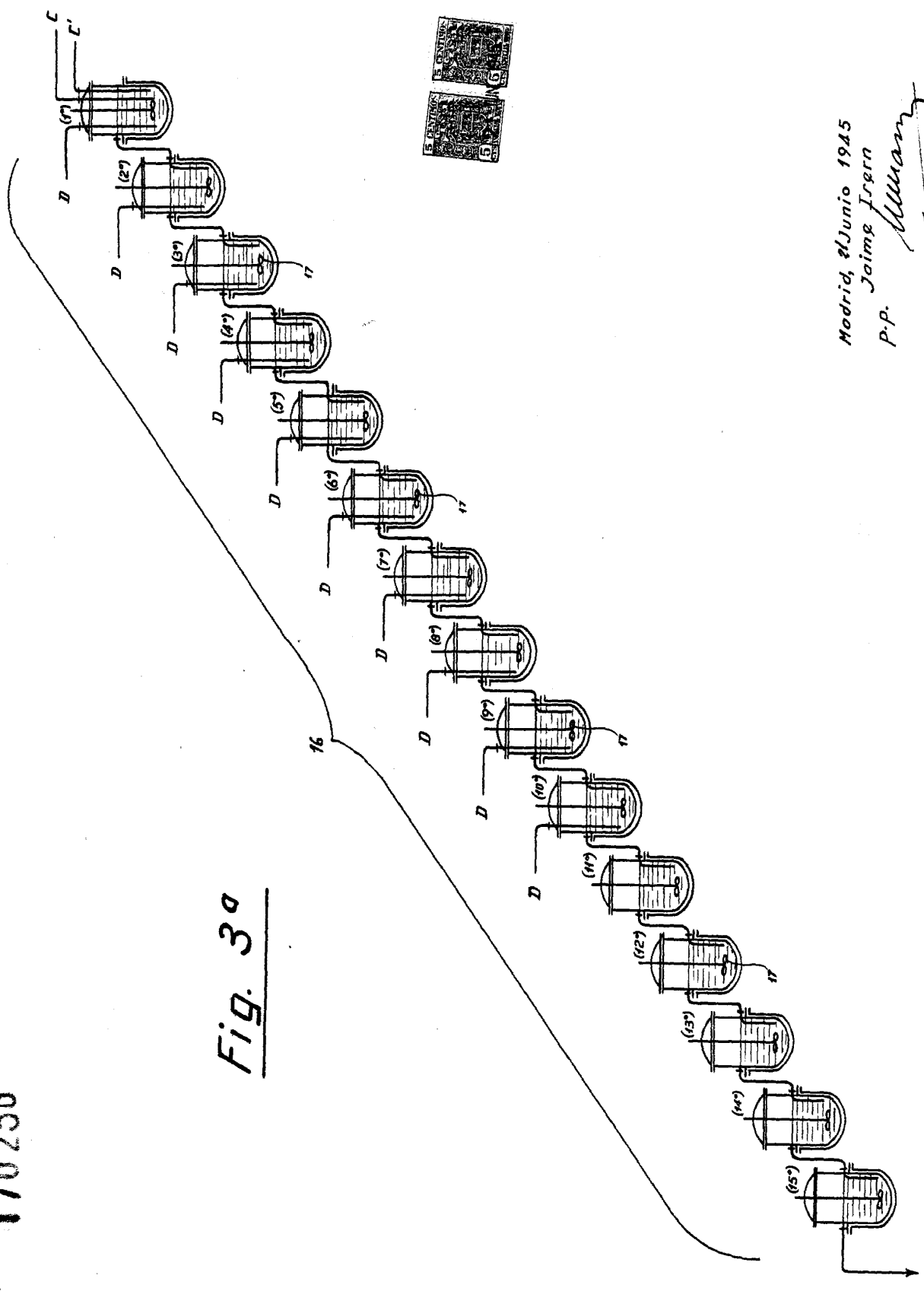


Fig. 2ª

Madrid, 28 Junio 1945
Jaime Irujo
P.P. *Alman*

170256

Fig. 3ª



Madrid, 21 Junio 1945
Jaime Isern
P.P. *Isern*