

AÑO .....

Expediente núm. .....

240810



# REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

**PATENTE DE** ..... **INVENCION.** .....

## MEMORIA DESCRIPTIVA

*que se acompaña a la solicitud de*

una **PATENTE DE INVENCION** ..... por **20** años, en España

*a favor de*

**LES USINES DE NELLE**, entidad francesa. ...., de nacionalidad

..... domiciliado en **Saint-Léger-lès-Nelle**,

**deux-Deux-Sèvres, Francia.** ..... núm.

*por:*

..... **Perfeccionamientos en aparatos para la ejecución en continuo de reacciones catalíticas en fase líquida.** .....

Nº 6642

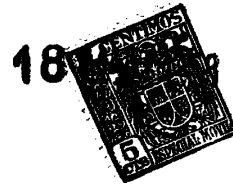
Agente Sr. **Gómez-Acebo y Modet.** .....

PATENTE DE INVENCION

Ref.196(65/197)

240810

240810



## Memoria Descriptiva

sobre:

"Perfeccionamientos en aparatos para la ejecución  
"en continuo de reacciones catalíticas en fase líquida"

=====

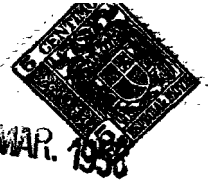
Solicitante: LES USINES DE MELLE, entidad francesa, domiciliada d  
en Saint-Leger-les-Melle, Deux-Sèvres, Francia.

=====

La puesta en contacto íntima de fase líquida y sólida, es una técnica aparentemente sencilla en teoría pero que presenta numerosos problemas prácticos, para los cuales no se ha hallado una solución general.

5. Simultáneamente se presenta, al final de la reacción, el problema de la separación del sólido y del líquido. La aplicación de catalizadores sólidos a la reacción en fase líquida (esterificación, hidrólisis, condensación, hidratación, epoxidación, etc... por
10. citar solamente algunas de ellas), toma actualmente

18 MAR. 1958



una importancia que vá en aumento desde que se hallan en el mercado resinas de cambio de iones en forma de polvo de granulometría conocida.

- Las mejores técnicas utilizadas hasta ahora para la ejecución de los compensadores de iones, relevan
5. del concepto del lecho fijo, que consiste en hacer atravesar de arriba abajo una capa vertical de sección constante, de catalizador por los reactivos a poner en contacto, para efectuar una reacción dada.
  10. La instalación que sirve para la ejecución de la técnica del lecho fijo, necesita, en la parte inferior del reactor, un dispositivo generalmente bastante complicado para separar, al final de la reacción, los productos de reacción del catalizador (tamiz, placas porosas, etc.).
  15. Por lo general, son satisfactorios cuando se trata de trabajar productos limpios, exentos de materias en suspensión, y en condiciones tales que no aparece fase gaseosa o productos vaporizados, el lecho fijo no es conveniente, cuando las antedichas exigencias no se satisfacen. Las materias en suspensión rellenan rápidamente ya sea el dispositivo de retención del catalizador en la base del reactor, ya sea el catalizador mismo y perjudican, hasta pararla completamente, la circulación de líquido a través de la masa catalítica.
  20. La generación de una fase gaseosa, aun de reducido volumen contribuye a la formación de bolsas de gas que pueden llegar hasta el seccionamiento de la capa de catalizador por zonas netamente separadas. Estas
  25. bolsas de gas no se eliminan y bloquean el reactor, siendo
  - 30.



opuestas por la corriente que desciende de los reactivos.

El lecho suspendido, vertical de sección constante, retarda los inconvenientes anteriormente señalados, pero no los soluciona; el relleno del soporte es siempre posible por las materias en suspensión. El seccionamiento del lecho de catalizador por unas bolsas intermedias de gas o de vapores llega hasta agravarse en el punto en que las secciones así formadas pueden ser inyectadas al exterior del reactor.

5.

10.

La presente invención, basada en el empleo de catalizador sólido en suspensión en una fase líquida, tiene por objeto un aparato adecuado para eliminar los inconvenientes anteriormente señalados.

15.

Una particularidad de este aparato reside en el hecho de que el recipiente que contiene la materia sólida presenta una sección interior que vá en aumento de abajo arriba y que vá provisto de un conducto de admisión de líquido en su base y de uno o varios conductos de partida en la parte superior.

20.

La forma más comoda de dar al recipiente es la de un tronco de cono de punta dirigida hacia abajo.

25.

La descripción siguiente comparada con el dibujo adjunto, dado a título de ejemplo, no limitativo, permitirá comprender con facilidad el modo en que la invención puede ejecutarse, sobrentendiéndose que las particularidades que resultan tanto del dibujo como del texto forman parte de la referida invención.

30.

La figura única es un esquema de un aparato ejecutado según el invento.

La carga de catalizador se efectúa hasta el

240810

18



- nivel 6 de modo que se disponga en la parte superior del reactor 1, una zona vacía de catalizador. Los reactivos se introducen, por la parte inferior, por un tubo 2, provisto de una válvula de aislamiento<sup>4</sup> del mismo calibre, que permite retener el catalizador en el momento de la parada. Los productos de la reacción se recogen por un tubo 3, o, indistintamente, por un tubo 3' que parte de una tarjea anular de desbordamiento 5.
- 5.
10. En razón de la forma cónica adoptada, la velocidad del líquido disminuye gradualmente a medida que el líquido llega a la parte superior del reactor. Como es consiguiente, la expansión del lecho del catalizador que es función de la velocidad, disminuye igualmente.
15. Se regula el caudal del líquido admitido en la base del reactor, teniendo en cuenta la naturaleza y la granulación del catalizador, de modo que se realice una velocidad lineal de 10 a 30 veces superior a la velocidad de caída, en el centro considerado, de las partículas de catalizador, definiéndose esta velocidad de caída por la ley de Stokes. A título de ejemplo, en el caso de un catalizador del tipo de resinas de poliestireno sulfonado, cuyas partículas son de un diámetro de 0,1 a 1 mm., se elegirá por lo general, una velocidad en la base del orden de 1,5 m. a 3 m. por segundo,
- 20.
25. El ángulo del cono se determine de tal modo que la velocidad del líquido en la parte superior del reactor sea inferior a la velocidad de caída de las partículas sólidas y que así se evita toda pérdida de catalizador por arrastre. Este ángulo puede variar de 5 a 60°.
- 30.

- 5 - 240810

18 MAR.



En estas condiciones, se ha comprobado, que en marcha normal, la masa de catalizador permanece en suspensión en el líquido, observándose a la vez, zonas exentas de catalizador en la base y en la parte superior

5. del aparato.

El reactor cónico objeto de la presente invención presenta numerosas ventajas:

En primer lugar, la formación de gas o de vapores no presenta inconveniente alguno: se comprueba en efecto, que las burbujas ya no tienen tendencia a aglomerarse para formar bolsas gaseosas y se desprenden fácilmente.

10.

Además, el lecho suspendido está siempre en forma de turbulencia, lo cual es favorable a los cambios de materia y de calor. Esta turbulencia permite igualmente la ejecución de reacciones a partir de mezclas líquidas heterogéneas y favorece la eliminación de las materias en suspensión.

15.

Por último, la forma cónica permite utilizar catalizadores cuya granulación no es necesariamente homogénea y que se clasifican de por sí en el reactor en capas que corresponden a los diferentes tamaños de las partículas.

20.

Se sabe que el tiempo de permanencia de los reactivos en el catalizador puede determinarse por integración de las ecuaciones cinéticas de la reacción. Suponiendo, en todos los casos, una puesta en contacto perfecta de los reactivos entre sí y con el catalizador, es el aparato discontinuo el que proporciona un

25.

30.

tiempo de permanencia más reducido para obtener un



5. resultado determinado. Por el contrario, el aparato continuo de una sola fase, es decir, en el que se homogeneiza mejor el conjunto de los reactivos, del catalizador y de los productos de la reacción, es el que da un tiempo de permanencia más largo.

10. La multiplicación de las fases en un dispositivo continuo tiene por objeto reducir el tiempo de permanencia para llegar, al límite, a confundirle con el tiempo del discontinuo, cuando existen una infinidad de fases.

15. El aparato objeto de la presente invención, se comporta como un aparato continuo de gran número de fases, siendo el tiempo necesario para la obtención de un resultado dado, muy poco superior al tiempo necesario en un aparato discontinuo.

20. La regulación del caudal de alimentación de los reactivos se efectuará, pues, de tal modo que el tiempo de permanencia total en el catalizador sea un poco superior (del orden de 1,3 a 1,5 veces), al tiempo necesario en discontinuo para obtener el resultado requerido.

25. Se trata por lo general de obtener el equilibrio termodinámico para las condiciones de temperatura y de presión utilizada, el cual depende, esencialmente de las relaciones moleculares entre los reactivos utilizados.

30. El aparato que queda descrito como es aplicable a la ejecución de numerosas reacciones muy diferentes, no se puede precisar esta relación molecular que depende en una gran medida de los métodos empleados para la separación ulterior de los productos de la reacción.



Hasta puede ser conveniente, en ciertos casos, reciclar, con la mezcla de reactivos, una parte del producto fabricado para facilitar problemas de separación. Entonces se tiene en cuenta la modificación de las condiciones de equilibrio que resultan para el cálculo del tiempo de permanencia necesario.

5.

El aparato objeto de la presente invención puede utilizarse bajo presión y a cualquier temperatura deseada. Pueden añadirse unos cambios térmicos, si se hace necesario, bajo forma de una doble envoltura o de un serpentín encastrado en la masa del catalizador, permitiendo el estado de turbulencia del catalizador estos cambios, difíciles de realizar con un lecho fijo.

10.

Los ejemplos siguientes permitirán comprender con facilidad el modo en que la invención puede ejecutarse en la práctica.

15.

EJEMPLO 1.

Hidrolisis de acetato de metilo.

20.

En la base de un reactor cónico de ángulo de 18° y de una capacidad total de 2500 litros, cargado con 1500 litros de catalizador (poliestireno sulfonado "Allassion C S" de granulación 0,1 a 1 mm.) , se introduce en continuo una mezcla heterogénea hirviendo constituida por:

25.

1260 kg/h de acetato de metilo.

480 kg/h de agua.

El reactor trabaja a una presión absoluta de 3,5 kg.

30.

El grado de hidrolisis se mantiene a 27% después de 2200 horas de marcha efectiva sin que se observe



descenso de actividad en el catalizador.

EJEMPLO 2.

Fabricación de acetato de butilo.

5. En la base de un reactor constituido por un cono de ángulo de 20°, de un volumen total de 1500 litros, cargado con 900 litros de compensador de cationes en formas "hidrógenas" de granulometría 0,3 - 1,5 mm. se envían por hora 4000 litros de una mezcla que tenga la composición siguiente:

10.	Acido acético	200 g/kg.
	Acetato de butilo	600
	Alcohol butílico	180
	Agua	20

15. A la salida del reactor, mantenido a 100° a una presión absoluta de 3 kg/cm<sup>2</sup>, la composición de la mezcla es:

	Acido acético	166 g/kg.
	Acetato de butilo	666 "
	Alcohol butílico	138 "
20.	Agua	30

25. Esta mezcla se envía a una caldera coronada por una columna de destilar en la cabeza de la cual se extraen, por hora, 66 kg. de acetato de butilo y 10 kg. de agua, mientras que el líquido que circula por la base constituye la alimentación del reactor. La caldera recibe, por otra parte, por hora, 34 kg. de ácido acético y 42 kg. de alcohol butílico, el líquido de la base de la columna se mantiene así a la composición conveniente para la alimentación del reactor indicado anteriormente.

30.

18 MAR 1958



- 9 -

240810

EJEMPLO 3.

Fabricación de óxido de mesitilo.

5. En un reactor de 1,4 litro de capacidad total y de ángulo 18°, se cargan 200 cm<sup>3</sup> de "Allassions C S" granulación 0,05 a 0,2 mm. se introduce acetona pura anhídrica a razón de 1500 cm<sup>3</sup>/hora. La reacción se efectúa a la temperatura de 90°. En estas condiciones, 10% de la acetona se transforma, con un rendimiento de transformación de 85-92% en óxido de mesitilo.

10. EJEMPLO 4.

Hidrólisis de sacarosa.

15. En un reactor cónico de ángulo 40°, se cargan 2 litros de cambiador "Allassion C S" de granulación 0,1 a 1,5 mm. Se hace pasar una solución de sacarosa a 40% a la velocidad de 1,5 litro/hora.

Temperatura 60 - 75°

El cambiador se hincha y ocupa un volumen de 2.360 litros en marcha. La transformación de la sacarosa en glucosa y levulosa es de 100 %.

20. N O T A

25. 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. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia con fecha 21 de marzo de 1957 n° 734.600, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales
30. en vigor y siendo lo que constituye la esencia del

240810

-10-

240.810 18 MAR



referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "Perfeccionamientos en aparatos para la ejecución en continuo de reacciones catalíticas en fase líquida"; caracterizándose por lo siguiente:

5.

1.<sup>a</sup>.- Perfeccionamientos en aparatos para la ejecución en continuo de reacciones catalíticas en fase líquida, para la ejecución de catalizadores sólidos caracterizándose por el hecho de que comprende un recipiente de sección interior que crece de abajo arriba, en particular un recipiente de forma tronco-cónica y que se carga de materia sólida, por ejemplo, de catalizador en granos y que vá equipado para ser atravesado de abajo arriba por una corriente continua de reactivos.

10.

15.

2.<sup>a</sup>.- Perfeccionamientos, según reivindicación 1.<sup>a</sup>, caracterizándose por el hecho de que la carga de materia granulada no llena por completo el recipiente de modo que este último, en la parte superior, tiene una zona sin materia granulosa.

20.

3.<sup>a</sup>.- Perfeccionamientos, según reivindicaciones 1.<sup>a</sup> y 2.<sup>a</sup>, caracterizándose por el hecho de que el caudal de líquido introducido en la base del reactor se regula para garantizar una velocidad lineal de 10 a 30 veces superior a la velocidad de caída de los granos de materia sólida en el medio considerado.

25.

4.<sup>a</sup>.- Perfeccionamientos, según reivindicaciones precedentes, caracterizándose por el hecho de que el ángulo el vértice y la altura del tronco de cono se determinan de tal modo que la velocidad del líquido en la

30.

18 MAR



parte más ancha del tronco de cono llega a ser inferior a la velocidad de caída de los granos de materia sólida.

5. 5º.- Perfeccionamientos, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose por el hecho de que el ángulo del cono que forma el recipiente es de 5 a 60º.

10. 6º.- Perfeccionamientos, en aparatos para la ejecución en continuo de reacciones catalíticas en fase líquida; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, e ilustrado en los adjuntos dibujos.

Esta memoria consta de once hojas, escritas a máquina por una sola cara.

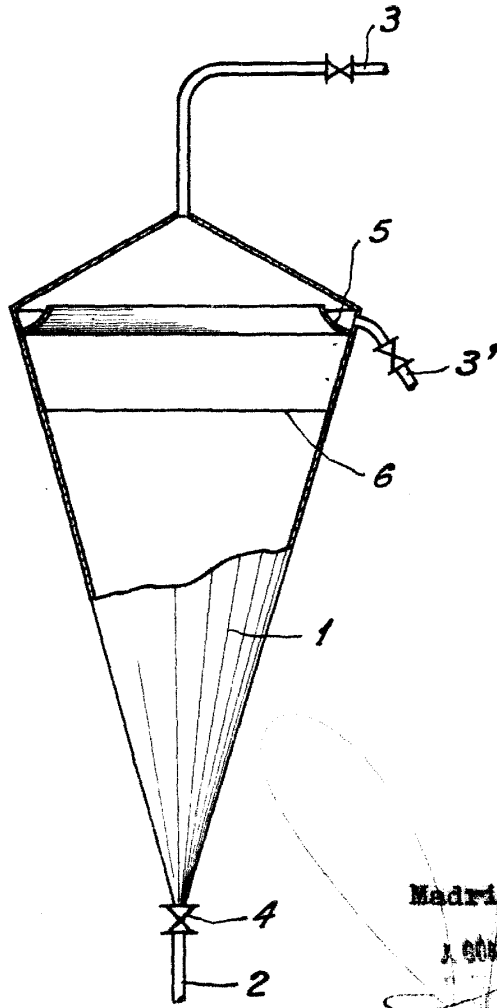
Madrid, 18 MAR. 1958

LES USINES DE BELLE.

L. GOMEZ ACEBO Y MODET

ESCALA VARIABLE.

4081018 M



Madrid, 18 MAR  
J. GOMEZ LEBEA Y MOSES