

17 JUN 1960



258400

258400

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

PATENTE DE INVENCION

formulada el 27 de Mayo de 1.960, con el número 258.400

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de CHEMISCHE FABRIK STOCKHAUSEN & CIE., entidad alemana, establecida en Bakerpfad 25, Krefeld, Alemania, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE PRODUCTOS DE CONDENSACION DE OXIDO DE ALCOHILENO".

Conocido es el modo de hacer reaccionar óxidos de alcoholeno en presencia o ausencia de agentes de condensación con compuestos orgánicos y/o inorgánicos que contengan por lo menos un átomo de hidrógeno reactivo por molécula. Según los grupos oxialcoholo fijados por mol, se forman productos de condensación con peso molecular de diferente magnitud.

Los óxidos de alcoholeno más frecuentemente empleados en la técnica, como por ejemplo óxido de etileno, óxido de propileno y óxido de butileno, son venenosos y, tanto en mezcla con aire como también en algunos casos solos, explosivos. En el tratamiento de estos

258400



óxidos de alcoholeno son, por tanto, necesarias una serie de medidas para impedir las dificultades y peligros ligados a su manejo.

5 La fijación de óxido de etileno en compuestos con hidrógeno activo transcurre de modo fuertemente exotérmico y a temperaturas elevadas, que están por encima del punto de ebullición del óxido de etileno. Los catalizadores, como sodio metálico, rebajan las temperaturas de reacción sólo insignificadamente. No se puede, por tanto, añadir de una vez las cantidades necesarias de óxido de etileno a los reactivos, sino que hay que hacer esto poco a poco. De este modo se
10 gasifica inmediatamente el óxido de etileno, de modo que la reacción transcurre solamente en las superficies límite gas/líquido, relativamente pequeñas. Además, la adición de óxido de etileno líquido es perjudicial porque se vaporiza con consumo de calor y así frena la reacción exotérmica de fijación. De este modo la reacción puede
15 llegar incluso a detenerse. Con ello, el óxido de etileno que no ha entrado en reacción se acumula en el recipiente de reacción. Al reanudarse la reacción, puede ésta muy fácilmente escapar de control por el calor de reacción que se libera de repente.

20 Las consideraciones anteriores no están limitadas al óxido de etileno, sino que sirven en general para óxidos de alcoholeno cuyo punto de ebullición en las condiciones de reacción reinantes sea más bajo que la temperatura de reacción.

25 Para acelerar la reacción se ha propuesto introducir el óxido de etileno, bien como gas o bien como líquido, a través de un tubo, en el reactivo líquido, con agitación. El óxido de etileno en el tubo de entrada debe estar en este caso a una presión superior a la que reina en el recipiente de reacción, Como existe el peligro del retroceso del líquido de reacción y, con ello, de explosión, se propuso
30 montar en el tubo de entrada varias válvulas de retención. Con supervisión cuidadosa y regular son necesarias por lo menos 4 válvulas

258400



de retención, para tener la seguridad necesaria.

Ya se ha intentado con anterioridad evitar los defectos anteriormente descritos. Por ejemplo, en la memoria de la patente alemana 855.111 se propone realizar la reacción en un aparato de circulación con óxido de etileno, en caso necesario en mezcla con un gas inerte como fase continua, en la cual se pulveriza finamente el compuesto a transformar, mientras que se introduce de modo continuo óxido de etileno en la cámara de reacción. Así se transforma una parte del óxido de etileno y los productos de reacción obtenidos se devuelven de nuevo a la zona de reacción después de la eliminación del calor de reacción. Como en cada caso, en relación con la presión total de 1,4 a 5 atm, la presión parcial del óxido de etileno asciende sólo a 30-80%, la concentración de óxido de etileno permanece así siempre por debajo del límite de explosión. El procedimiento garantiza un funcionamiento sin peligro, pero exige un importante gasto de aparatos.

Para la simplificación del procedimiento citado se propuso también realizar la transformación del óxido de etileno en un aparato de circulación que trabaje sin sobrepresión. En él el óxido de etileno se evapora fuera de la zona de reacción y se introduce en la zona de reacción en forma de vapor sin sobrepresión, y así reacciona total o parcialmente con la sustancia a transformar, distribuida en finas gotitas. Con ello se impide ampliamente toda acumulación de óxido de etileno disuelto o líquido en el recipiente de reacción y se evitan diferencias en la velocidad de reacción y oscilaciones de temperatura.

Mientras que los procedimientos de circulación últimamente nombrados ofrecen una amplia seguridad para el manejo sin peligro del óxido de etileno, se echa de menos en ellos una influencia sobre la calidad del producto final obtenido. Debe hacerse notar que la calidad

258400



del producto final obtenido, tal como puede ser producido por medio de los aparatos de circulación, es ampliamente dependiente de la velocidad de circulación. Pero la última es difícil de regular si no se ha dispuesto un gran gasto de aparatos.

5 Pues bien, se encontró que se pueden hacer reaccionar sin peligro y con muchas posibilidades de variación con respecto al tipo del producto final deseado, óxidos de alcoholeno que se evaporan por debajo de la temperatura a la cual deben sufrir la reacción si se realiza la reacción del óxido de alcoholeno gaseoso con el compuesto

10 a transformar en una caldera que está provista de un dispositivo de agitación que succiona también el óxido de alcoholeno gaseoso, y que a su vez distribuye en la fase líquida en forma de emulsión el óxido de alcoholeno gaseoso succionado, de modo que se logra una superficie de reacción lo mayor posible. Dispositivos de agitación en

15 el sentido del procedimiento reivindicado lo son en general los que son apropiados para la gasificación de líquidos, especialmente las llamadas sirenas mezcladoras (véase por ejemplo DBP 821.200 y 952.624). En ellas se lanza el medio por el rotor sobre las superficies de choque inmóviles de un estator. De este modo se originan impulsos por los

20 cuales se obtienen vibraciones que se propagan esféricamente en forma de ondas. Por la frecuencia de estas ondas se obtienen acciones que corresponden a las del ultrasonido. Con la distribución de óxidos de alcoholeno gaseosos en líquidos se consiguen según el invento efectos que de otro modo sólo son obtenibles con el empleo de altas

25 presiones gaseosas. El óxido de alcoholeno gaseoso, según el procedimiento reivindicado, se conduce directamente al rotor de una sirena mezcladora por medio de un tubo. Este tubo de conducción, según el procedimiento reivindicado, debe estar interrumpido dentro de la caldera, pero por encima del nivel superior del líquido, para que no

30 pueda retroceder material de reacción cuando se interrumpe el suministro

258400



tro de vapor de óxido de alcoholeno. Por la interrupción del tubo de conducción del modo indicado se pone también a la sirena mezcladora en situación de succionar el óxido de alcoholeno que se encuentra en la cámara de gas por encima de la fase líquida. En principio resulta con ello que, al contrario que en los aparatos de circulación, no se pulveriza la fase líquida y se hace reaccionar con óxido del alcoholeno gaseoso, sino que se succiona el óxido de alcoholeno gaseoso por el dispositivo de agitación y se pulveriza muy finamente dispersado en la fase líquida. En este procedimiento existe además una influencia sobre la calidad de producto final porque es posible fácilmente regular la intensidad de gasificación de la fase líquida por regulación del número de revoluciones de la sirena mezcladora. Dependiendo de ello y dependiendo de la presión en fácilmente dosificación del óxido de alcoholeno.

El procedimiento se aclara en los siguientes ejemplos:

Ejemplo 1:

En una caldera, que está provista por ejemplo de una sirena mezcladora (nombre registrado) según Kotthoff, en la cual un tubo de entrada de gas interrumpido en la mitad superior de la caldera conduce hasta el rotor de la sirena mezcladora, se calienta el material de partida, por ejemplo nonifenol, a 150°C. Después de la adición de un catalizador y de la expulsión del aire por un gas inerte, se conduce vapor de óxido de etileno al rotor de la sirena mezcladora. La reacción comienza en seguida. El calor que se libera se elimina por refrigeración de la caldera. En cuanto se introduce la cantidad necesaria de óxido de etileno, se corta el suministro de vapor de óxido de etileno. Se deja aún la sirena mezcladora en funcionamiento hasta que todo el óxido de etileno se transformó. La masa de reacción permanece al final de la transformación en vacío o bajo un gas inerte. En la realización

258400



del ejemplo descrito puede regularse la concentración de óxido de etileno trabajando a sobrepresión. La velocidad de transformación y con ella la calidad del producto final pueden regularse por diferentes número de revoluciones del rotor de la sirena mezcladora y por
5 diferente empleo de la concentración de óxido de etileno en el recipiente de reacción.

Ejemplo 2:

En una caldera que está provista de un dispositivo de agitación conocido como mezclador Pentax se calienta el material de partida, por
10 ejemplo alcohol laurílico, a 150°C. Después de la adición del catalizador y de la expulsión del aire por un gas inerte, se introduce en la caldera vapor de óxido de propileno. El mezclador Pentax succiona el vapor de óxido de propileno por la abertura que se encuentra en la
15 parte superior de su guía-ondas y los distribuye muy finamente disperso en la fase líquida, de modo que se inicia una reacción inmediata. El calor de reacción que se libera se elimina por refrigeración de la caldera. Cuando se ha introducido la cantidad de óxido de propileno deseada, se corta el suministro de vapor de óxido de propileno y
20 se deja aún en funcionamiento el agitador hasta que en la fase de la caldera se ha consumido todo el óxido de propileno. Análogamente al ejemplo 1, también aquí puede regularse la velocidad de transformación y con ella la calidad del producto final por variación del número de revoluciones del mezclador Pentax y por variación de la concentración de óxido de propileno en el recipiente de reacción.
25

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania con fecha 18 de Junio de 1.959 y bajo el Número C 19.227 IVb/39c, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

258400



N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5

1º.- Un procedimiento para la fabricación de productos de condensación de óxido de alcoholeno por fijación de óxidos de alcoholeno, que se evaporan por debajo de la temperatura de transformación, a sustancias orgánicas con por lo menos un átomo de hidrógeno reactivo por molécula, caracterizado porque la transformación se realiza en un recipiente de reacción cuyo dispositivo de agitación succiona los óxidos de alcoholeno gaseosos y los distribuye muy finamente en la fase líquida.

10

2º.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los óxidos de alcoholeno vaporizados fuera del recipiente de reacción se conducen al dispositivo de agitación por un tubo que está interrumpido en la fase gaseosa del recipiente de reacción, de modo que el propio dispositivo de agitación succionante está en condiciones de conducir el gas de la fase gaseosa a la fase líquida y distribuirlo allí muy finamente.

15

20

3º.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se trabaja en presencia de catalizadores.

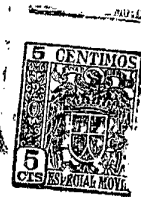
4º.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el óxido de alcoholeno es óxido de etileno.

25

5º.- Un procedimiento para la fabricación de productos de condensación de óxido de alcoholeno.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

258400



Esta Memoria consta de ocho hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

13 de Mayo de 1960

P. A.

Alberto de Echevarría
Alberto de Echevarría

MCR-*[Signature]*