

Your Case No 472-Spain.

269417



Memoria Descriptiva

sobre:

" Procedimiento para la limpieza de aparatos que presenten un depósito de ácido maleico crudo y alquitranes"

Solicitante: SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, INC., entidad norteamericana, residente en 2 Park Avenue, Nueva York 16, N.Y., E.E.UU de A.

Esta invención se relaciona con un proceso para la fabricación de anhídrido maleico, más particularmente con la separación de materiales sólidos indeseables que se acumulan en el aparato de modo que obstaculizan el proceso, y especialmente con un proceso de limpieza tal

5.



209417

en el que el depósito sólido es ácido maleico puro que se separa disolviendolo en anhídrido maleico líquido, con una interferencia mínima en la operación de fabricación.

5.

El anhídrido maleico, un material comercialmente importante, puede prepararse mediante la oxidación parcial catalítica del benceno o hidrocarburo análogo en presencia de un catalizador tal como vanadio o similar que puede estar contenido en un vehículo, la

10.

mezcla de reacción gaseosa caliente puede enfriarse para condensar parcialmente parte del anhídrido maleico y el resto puede absorberse en agua para formar ácido maleico. Este último se convierte en anhídrido maleico por deshidratación, por ejemplo, mediante destilación en presencia de un agente azeotrópico tal como xileno o similar.

15.

En la condensación parcial del anhídrido maleico se forma una acumulación de sólidos en lugares relativamente inaccesibles tales como los tubos del condensador, enfrentándose en parte con el problema de proporcionar métodos para

20.

separar tales depósitos con una interferencia mínima en la operación de fabricación a fin de permitir un uso máximo del equipo de fabricación y una economía en esta última.

25.

Los descubrimientos asociados a la invención y relacionados con la solución de los citados problemas, así como los objetos conseguidos de acuerdo con la invención tal como se expone, incluyen la siguiente provisión de:

30.

(a) El proceso de limpieza de aparatos que tengan un depósito sólido de ácido maleico crudo y alquitranes, que incluye la puesta en contacto de dicho depósito



con anhídrido maleico líquido, con lo cual aquél se disuelve, y la separación de la resultante solución.

(b) Tales procesos, llevados a cabo a temperaturas del orden de 53 a 200°C.

5. (c) Tales procesos, en los que el tiempo de contacto es del orden de 10 a 2000 minutos.

(d) Tales procesos, usando de 0,3 a 99 partes por peso de anhídrido maleico por parte de depósito.

10. (e) Tales procesos, en los que el aparato es un condensador parcial construido de acero ordinario y usado para condensar anhídrido maleico de una mezcla reactiva de oxidación gaseosa caliente.

15. (f) Tales procesos, en los que el condensador tiene unos tubos sustancialmente verticales rodeados por un medio refrigerante y en los que el depósito se lava mediante una corriente descendente de anhídrido maleico líquido.

20. (g) Tales procesos, en los que el lavado se lleva a cabo simultáneamente con el flujo de gases a través de los tubos.

(h) Y otros objetos que resultaran evidentes con la exposición de detalles o versiones de la invención que seguidamente se ofrecen.

25. Para indicar más plenamente aún la naturaleza de la presente invención, se exponen los siguientes ejemplos de procedimientos típicos en los que las partes y porcentajes son por peso salvo indicación en contrario, entendiéndose que tales ejemplos se presentan sólo a título ilustrativo y no se pretende limitar con ello el ámbito de la invención.

30.

289417



E J E M P L O - 1.

5. Se introduce descendientemente una mezcla de benceno y aire conteniendo un 1,21% gramomolecular de benceno a través de un reactor tubular a una velocidad volumétrico-espacial de 2500 (volumen de gas de alimentación por volumen de catalizador por hora), a una temperatura de reacción de 365°C (usando un catalizador de vanadio modificado, como se describe en la patente nº 2.777.860, de Robert B. Egbert & Mitchell Becker, publicada el 15 de Enero 1957).

10. El tubo del reactor puede tener un diámetro interno de 7/8 pulgada y el catalizador puede tener una altura de 10 pies. El tubo puede rodearse por un medio regulador de la temperatura tal como sal fundida, metal fundido o una camisa de cobre.

15. La mezcla reactiva gaseosa se pasa a través de un condensador parcial que contiene uno o más tubos verticales de un diámetro interno de una pulgada aproximadamente y unos 8 pies de longitud. Los tubos están rodeados por un medio regulador de la temperatura mantenido a unos 55°C, por ejemplo agua en circulación. Se condensan aproximadamente dos tercios del contenido en anhídrido maleico del gas, cuyo condensado desagua en forma líquida. El resto del gas se pasa a una columna de purificación de agua en la que se pone en contacto a contracorriente con agua o ácido maleico acuoso, a fin de proporcionar un 40% por peso de solución acuosa de ácido maleico.

20. Esta solución se deshidrata en una columna en presencia de xileno como agente azeotrópico (separándose

25.

30.



el agua destilada y volviéndose a poner en circulación el xileno como reflujo en la columna). Se retira como fondos un material de anhídrido maleico crudo que puede contener hasta un 20% aproximadamente de xileno.

5. Durante esta operación, se produce una acumulación gradual de materiales sólidos sobre el interior de los tubos del condensador, lo cual causa un incremento en la caída de presión a través del condensador que eventualmente necesita la retirada de servicio del condensador a fin de restablecer su rendimiento (mediante extracción de los sólidos). Un análisis típico de sólidos acumulados de esta manera es:

	Acido maleico	59,2%
	Anhidrido maleico	11,4%
15.	Acido maleico	0,1%
	Acido fumárico	0,1%
	Alquitrán	24,6%

20. El condensado de anhídrido maleico líquido producido durante la operación normal del condensador contiene ácido maleico en una proporción del orden del 2 al 7% aproximadamente.

25. El condensador que tiene los citados depósitos se aísla de la operación y se separan los depósitos con anhídrido maleico fundido (crudo o purificado) a una temperatura de unos 100°C, disolviendo ésto al ácido maleico crudo. Se retira la resultante solución y luego se pone de nuevo en funcionamiento el condensador, que funciona de manera normal.

30. Es de advertir que ésto constituye un medio relativamente sencillo y rápido de limpieza del condensador.



que tiene por resultado una interrupción mínima en el funcionamiento del mismo.

5. Esto constituye un descubrimiento muy sorprendente, especialmente teniendo en cuenta los métodos de depuración o similares mucho más lentos y más engorrosos para retirar tales depósitos, o el uso de disolventes indeseables o contaminadores que han de ser separados en forma prácticamente completa antes de volver a poner en funcionamiento el aparato.

10. Otro aspecto importante de la invención desde el punto de vista económico es el hecho de poderse emplear acero ordinario para los tubos del condensador. Esto forma un agudo contraste con los métodos en los que se emplean agentes lavadores acuosos que rápidamente corroen tal acero y por consiguiente necesitan acero inoxidable para los tubos y otras superficies que forman contacto con el agente lavador o la resultante solución.

E J E M P L O - 2.

20. Se repite el procedimiento del ejemplo 1, con la excepción de que el anhídrido maleico líquido se aplica en forma de pulverizado o lavado de corriente descendente en los tubos del condensador (a contracorriente con los gases que fluyen a través de ellos mientras el condensador se encuentra en funcionamiento). Normalmente, el medio refrigerante de la camisa del condensador (que rodea a los tubos) se mantiene a una temperatura de unos 55°C. Durante esta operación de lavado se aplica el anhídrido maleico fundido a una temperatura del orden de 53 a 90°C, para facilitar la rápida separación del depósito, por cuanto la

25.

30.



solubilidad del ácido maleico en anhídrido maleico fundido es mayor a temperaturas superiores. Sin embargo, la temperatura no debe ser tan elevada que cause una indebida isomerización del ácido maleico en ácido fumárico.

5. Este último forma un depósito sólido que es mucho más difícil de separar.

Las temperaturas superiores a 132°C son particularmente útiles para el proceso de esta invención, por cuanto el ácido maleico funde a temperaturas superiores a la mencionada, aumentando así su grado de solución en el anhídrido maleico. El calentamiento a temperaturas superiores a la indicada sin la presencia de anhídrido maleico no conseguirá la separación de los componentes de alquitrán del depósito.

10. Sin embargo, el calor por sí solo no separará al ácido maleico sólido, puesto que bajo tales condiciones el ácido se isomeriza en ácido fumárico y la separación de éste último es más difícil aún.

E J E M P L O - 3.

20. Se calienta una porción de un depósito sólido obtenido en una planta comercial de la cámara de separación de líquidos y gases situada justamente por debajo de una instalación de condensador parcial, con anhídrido maleico a una temperatura de 110°C. Se requieren 45 minutos para conseguir una completa solución del sólido en el anhídrido maleico usando 70 partes por peso de anhídrido maleico por parte de sólido.

E J E M P L O - 4.

25. Se calienta con anhídrido maleico a una temperatura de 135°C una porción de depósito sólido similar

30.



al del ejemplo 3. Se requirieron 20 minutos para lograr una completa solución del sólido en el anhídrido maleico usando las mismas proporciones que en el ejemplo 3.

5. Naturalmente, en un tipo de operación como la del ejemplo 2, se produce una incrementada carga en los depuradores debido en parte a la vaporización de anhídrido maleico adicional, especialmente bajo las superiores condiciones de temperatura.

10. Se obtienen unos resultados comparables a los precedentes con varias modificaciones de los mismos, que incluyen las siguientes.

15. La temperatura a que se pone en contacto el anhídrido maleico fundido con el depósito sólido puede ser del orden de 50 a 200°C, deseablemente 90 a 180°C y preferiblemente 100 a 140°C. El tiempo de contacto entre el anhídrido maleico fundido y el depósito puede ser del orden de 10 a 200 minutos. La proporción de disolvente de anhídrido maleico fundido respecto a la cantidad de depósito puede ser del orden de 0,3 a 99 partes por peso y deseablemente de 12 a 50 partes de anhídrido maleico por parte de depósito. La cantidad de anhídrido maleico usada debe ser por lo menos suficiente para solubilizar todo el depósito (por ejemplo, suponiendo que el depósito conste por entero de ácido maleico) a la temperatura de la operación de lavado. Cantidades superiores a este mínimo servirán para disminuir el tiempo requerido para conseguir la solución.

25. Es realmente sorprendente que la fabricación de anhídrido maleico pueda llevarse a cabo de manera eficiente de acuerdo con la invención con un tiempo mínimo de inte-

30.



3417

rrupción y una interferencia mínima con la operación de fabricación por la necesaria limpieza o retirada de depósitos sólidos.

En vista de lo que queda expuesto, resultarán evidentes para un especialista en la materia variaciones y modificaciones en todo ello, pretendiéndose incluir dentro de la invención todas estas variaciones y modificaciones salvo en el caso en que no entren dentro del ámbito de las adjuntas reivindicaciones.

N O T A

10. Describa 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
15. se refiere a una solicitud de patente presente en Norteamérica con fecha 29 de julio de 1960 nº Ser 46052, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención por
20. 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA LIMPIEZA DE APARATOS QUE PRESENTAN UN DEPÓSITO DE ÁCIDO MÁLEICO CRUDO Y ALQUITRANES" caracterizándose por lo siguiente.

25. 1ª.- Procedimiento para la limpieza de aparatos que presenten un depósito de ácido máleico crudo y alquitranes; caracterizándose porque comprende la puesta en contacto de dicho depósito con anhídrido máleico líquido con lo que aquél se disuelve; y la separación de la resultante solución.

30. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque es llevado a cabo a una temperatura del orden de 55 a 200°C.

269417



3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado porque el tiempo de contacto es del orden de 10 a 2000 minutos.

5. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se usa por lo menos suficiente anhídrido maleico para solubilizar una cantidad de ácido maleico igual al peso del depósito, a la temperatura de la operación de lavado.

10. 5ª.- Procedimiento, según la reivindicación 4ª, caracterizado porque el aparato es un condensador parcial usado para condensar anhídrido maleico de una mezcla reactiva de oxidación gaseosa caliente.

15. 6ª.- Procedimiento según la reivindicación 5ª, caracterizado porque el condensador tiene unos tubos sensiblemente verticales rodeados por una camisa que contiene un medio refrigerante y el depósito se lava mediante una corriente descendente de anhídrido maleico líquido añadido dentro de los tubos.

20. 7ª.- Procedimiento según la reivindicación 6ª, caracterizado porque el lavado se lleva a cabo simultáneamente con flujo de gases a través de los tubos.

25. 8ª.- Procedimiento para la limpieza de aparatos que presenten un depósito de ácido maleico crudo y alquitranes; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

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

Madrid.

SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, INC.