



287800

287800

P A T E N T E   D E   I N V E N C I O N

a favor de:

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, vormals Meister Lucius & Brünning, de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt (M) - Hoechst (República Federal Alemana), por:

"UN APARATO REACTOR PARA LA FABRICACION DE FTALATOS DE POLIETILENO".

-----  
Memoria descriptiva

El invento se refiere a un reactor para la fabricación continua de ésteres puros y/o mixtos de los ácidos tereftálico e isoftálico, sobre todo de tereftalato de polietileno e isoftalato de polietileno, a partir de los ésteres de los ácidos tereftálico o, respectivamente, isoftálico, con alcoholes inferiores, sobre todo metanol y etilenglicol. Estos ésteres se denominarán en lo que sigue, de manera abreviada, ftalatos de polietileno.

Los procedimientos conocidos para la fabricación continua de ftalatos de polietileno se llevan a cabo empleando varios aparatos separados, el primero de los cuales, que es una caldera



287800

agitadora o una instalación semejante a las conocidas columnas de fraccionamiento, sirve para la transesterificación. El segundo aparato y los siguientes a él sirven para la policondensación propiamente dicha. Para la primera fase de la condensación se emplean reactores previstos de mecanismo agitador o también columnas de platos. Para la siguiente fase de la condensación, la denominada condensación principal, se prefieren los reactores de capa delgada, en los cuales la mezcla de reacción es distribuida en capas delgadas. Así, para la condensación principal, se ha empleado ya reactores que están contruídos a la manera de los vaporizadores de capa delgada o de película descendente. Se emplearon además reactores en los cuales la corriente de masa líquida se remansa o detiene escalonadamente por medio de tabiques de detención o barreras.

Los tres pasos del procedimiento se diferencian entre sí, no sólo en lo que respecta a los aparatos preferentemente empleados, sino también en relación con las condiciones físicas, tales como presión y temperatura, bajo las cuales se desarrollan y, especialmente, también en lo que respecta a las propiedades de flujo de la mezcla cargada.

El transporte de la mezcla fluída reactiva desde un aparato al siguiente se realiza a través de tubos por medio de elementos auxiliares mecánicamente impulsados, tales como bombas de engranajes o bombas de membrana.

El empleo de aparatos especiales para cada paso del procedimiento ofrece, ciertamente, la posibilidad de una buena adaptación de los aparatos al curso de los distintos pasos del procedimiento pero, sin embargo, lleva inherente un grave inconveniente. El gran número de puntos de obturación en los aparatos, tubos y dispositivos de transporte, especialmente en las travesías o pa

287800



45        sos deslizantes de los accionamientos para los agitadores, rasca-  
dores o árboles de bomba, favorece las penetraciones de aire que  
modifican el grado de blancura del producto. La existencia de in-  
dicios de aire o de oxígeno conduce yama productos de desecho o  
a un producto de menor calidad. Este inconveniente no puede pre-  
venirse en medida suficiente incluso por la cuidadosa vigilancia  
personal o automática. La producción, con este remedio, solo pue-  
de en el mejor de los casos interrumpirse a tiempo.

50        Otro inconveniente de tales instalaciones consiste en que  
la regulación de las corrientes cuantitativas así como el ajuste  
de las presiones y temperaturas a todo el desarrollo del procedi-  
miento ofrece dificultades que no son de poca monta cuando se tra-  
ta de aparatos configurados de manera tan diversa.

55        Se ha encontrado ahora que se evitan los inconvenientes des-  
critos si, para la fabricación continua de ftalatos de polietile-  
no partiendo de ftalatos de dimetilo y etilenglicol, se emplea un  
reactor con varias cámaras yuxtapuestas y que pueden ser calenta-  
das independientemente entre sí, cuyas cámaras contienen barreras  
o tabiques de detención, teniendo cada una de las cámaras una  
60        abertura regulable dirigida hacia la cámara contigua, dispuesta  
por debajo de la arista de rebose del tabique de detención o ba-  
rreira y en el cual el espacio de gas de cada cámara situado por  
encima del tabique de detención está unido con una instalación de  
transporte de vapor o con un paso regulable de una instalación co-  
65        mún de varios pasos de transporte de vapor, de manera que el reac-  
tor pueda ser hecho funcionar con presiones escalonadas de manera  
regulable hacia la salida de la caja.

70        En este reactor pueden desarrollarse en una pasada todos los  
pasos del proceso necesarios para la fabricación del ftalato de  
polietileno, desde la transesterificación hasta la condensación



287800

75 final. No se precisan instalaciones exteriores de ninguna clase para el transporte directo de la mezcla líquida. El transporte de cámara a cámara se realiza mas bien bajo el efecto de la sobrepresión de la anterior frente a la siguiente a través de las aberturas de las paredes de las cámaras. A este respecto, el tamaño de las aberturas puede regularse fácilmente de manera que ninguna cámara se inunde o se llene demasiado poco. El número de puntos de obturación se limita a un mínimo.

80 La regulación de la corriente de masa líquida en el sentido de un llenado uniforme de las cámaras puede hacerse, por ejemplo, a mano de acuerdo con las indicaciones de aparatos apropiados medidores del nivel. Sin embargo, es especialmente ventajosa para el servicio y el funcionamiento una variante del invento en la cual la abertura entre dos cámaras tiene un órgano de regulación, tal como un registro, como u obturador que puede desplazar  
85 se automáticamente en función de la altura del nivel delante de la abertura.

En un reactor realizado de acuerdo con esta variante, el paso de cámara a cámara se mantiene constante, dentro de estrechos  
90 límites, a un valor que corresponde a la alimentación. El nivel de líquido queda a la altura regulada y se eliminan los pasos directos de gas a través de las aberturas.

La regulación del reactor puede complementarse de diversas maneras con medios conocidos. Por ejemplo, la carga o la alimentación pueden gobernarse en función de la viscosidad final y se  
95 puede -lo cual es adecuado desde muchos puntos de vista- regular el caldeo de las cámaras automáticamente de acuerdo con la viscosidad de la mezcla de reacción en la cámara.

El curso de la presión o el escalonamiento de la presión en  
100 el reactor puede ajustarse en correspondencia con las exigencias



287800

105 planteadas al producto final. La policondensación propiamente dicha se realiza preferiblemente a presiones que están por bajo de la presión atmosférica. Sin embargo, la transesterificación puede realizarse también a sobre-presiones. Por consiguiente, resulta es-  
pecialmente adecuado si de las instalaciones de transporte de va-  
por subordinadas a las primeras cámaras detrás de la alimentación  
al reactor, por lo menos la primera puede ser hecha funcionar a  
presiones que están por encima de la presión normal.

110 La transesterificación, sin embargo, puede llevarse a cabo tam-  
bién en las dos primeras cámaras, por ejemplo; en este caso, pue-  
den hacerse funcionar a elección la primera solamente o las dos cá-  
maras a presión elevada.

115 El número de las cámaras o de los escalones de presión neces-  
arios depende de la calidad del producto o del escalonamiento admi-  
sible de la presión. Tratándose de pequeños escalones de presión,  
es decir, tratándose de un número mayor de escalones, el peligro  
de una sublimación es mínimo. En general, es suficiente la subdivi-  
sión del reactor en siete cámaras; no obstante, con esto no se quie-  
re de ninguna manera imponer un límite superior al invento. El nú-  
120 mero de cámaras puede, más bien, si no se oponen a ello considera-  
ciones de tipo económico, también aumentarse. Sin embargo, la caja  
del reactor debe tener por lo menos cinco cámaras, de las cuales  
por lo menos una, con preferencia la última, contiene una instala-  
ción agitadora situada hacia la salida del reactor.

125 En el dibujo adjunto se ha representado el reactor de acuerdo  
con el invento en una ejecución a manera de ejemplo.

130 El reactor está subdividido en cinco cámaras 1. Cada cámara  
contiene barreras o tabiques de detención 2 que en parte están he-  
chos como barreras de rebose y en parte como barreras de paso. Los  
tabiques de detención o barreras favorecen el mezclado íntimo de

287800



la mezcla de reacción. Las cámaras contiguas están unidas entre sí solo a través de las aberturas 3 que están dispuestas por debajo de las aristas de rebose de los tabiques de detención.

135 Las aberturas 3 son ajustables por medio de un órgano de regulación 6; proporcionan el paso del líquido de cámara a cámara. La retirada del vapor se realiza por instalaciones de transporte de vapor 5, por ejemplo por aparatos de inyección; a cada una de las cámaras le está subordinada una instalación de transporte independiente.

140 Los órganos de regulación 6 son ajustables automáticamente en función de una instalación de medición de nivel no representada. Aumentan el tamaño de la abertura 3 al subir el nivel del líquido y cierran la abertura 3 cuando el nivel del líquido desciende por debajo de la arista superior del tabique de rebose.

145 La última de las cámaras 1 contiene una instalación agitadora 7. El empleo de una instalación agitadora permite trabajar con grados de policondensación a los cuales la capacidad de flujo está ya considerablemente disminuída. Apartándose de la realización ilustrada, otras cámaras más pueden ser también equipadas con agitadores, pudiendo utilizarse las paredes intermedias para el soporte  
150 de cojinetes dispuestos de modo estanco. Para poder extraer mejor tales policondensados puede ser adecuado, tal como hemos representado, disponer en la salida 8 una hélice o tornillo sin fin 9. Los tabiques o barreras 2 pueden suprimirse también total o parcialmente en la última cámara.  
155

En el estado estacionario de funcionamiento del reactor, el ftalato de dimetilo y el etilenglicol, junto con un catalizador de transesterificación, entran en la primera cámara 1. La presión diferencial entre la primera cámara y la siguiente impulsa a la mezcla transesterificada a la cámara siguiente. La abertura de la pared intermedia -gobernada por la instalación reguladora- permite  
160

287800



el paso solamente de una cantidad tal de mezcla que se pueda man  
tener un nivel de líquido entre el último tabique de detención 2  
y la pared intermedia, cuyo nivel de líquido es suficiente para  
165 evitar un paso directo de gas a la cámara siguiente. Los vapores  
que se producen en la primera cámara, predominantemente metanol,  
son extraídos por medio de la instalación de transporte 5. La  
alimentación, el caldeo de la camisa 10 y la presión están regu-  
lados de manera que la transesterificación esté terminada al pa-  
170 sar la mezcla por la primera abertura 3. En la cámara siguiente,  
se expulsan el etilenglicol con exceso y cualquier metanol resi-  
dual. Después de la adición de un catalizador de policondensación,  
la policondensación se desarrolla en las cámaras siguientes. A  
presiones que descienden, y temperaturas que aumentan, de cámara  
175 a cámara, la policondensación progresa. El policondensado final  
muy viscoso es extraído en la salida 8 del reactor por medio de  
una hélice o tornillo sin fin 9. El curso del procedimiento es  
seguido de cerca de manera continua por toma de muestras en pun-  
tos cualesquiera, por ejemplo en los tubos cortos 11 y, en caso  
180 necesario, es corregido.

Además de las ventajas citadas en cuanto a la disposición,  
el reactor ofrece la posibilidad de gobernar el procedimiento de  
policondensación en sí conocido, de una manera eficaz, con vis-  
tas a cualquier grado de policondensación deseado. Puede proyec-  
185 tarse de manera que sólo sea necesaria una hermetización desli-  
zante que, además, puede ser fácilmente vigilada. Los varillajes  
de accionamiento para la regulación de las aberturas 3 han de pa-  
sarse a través de fuelles por las paredes, pudiendo prescindirse  
fácilmente de prensa-estopas. También la medición del nivel pue-  
190 de realizarse evitando puntos de travesía si para ello se hace  
uso de los métodos de radiación en sí conocidos. Las obturaciones

287800



en los puntos de junta no presentan ningún problema. Por tanto, el peligro de las penetraciones de aire es mucho menor que en los aparatos conocidos.

195 Los temores que antes se experimentaban, de que el empleo de un solo reactor pudiera menoscabar la necesaria latitud de variación de las diversas etapas del procedimiento, han resultado ser totalmente infundados.

200 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania el 11 de Mayo de 1.962, bajo el número F 36 779 IVd/39c, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión.

REIVINDICACIONES

205 1). Un aparato reactor para la fabricación continua de ftalatos de polietileno a partir de ftalatos de dimetilo y etilenglicol, con varias cámaras yuxtapuestas, caldeables independientemente entre sí, las cuales contienen barreras o tabiques de detención, caracterizado porque cada una de las cámaras tiene una abertura regulable dirigida hacia la cámara contigua, cuya abertura está  
210 situada debajo de la arista de rebose del tabique de detención, y porque el espacio de gas de cada cámara situado encima del tabique de detención está unido con una instalación de transporte de vapores o con un paso regulable de una instalación o transporte de vapores común, de varios pasos, de modo que el reactor puede ser hecho funcionar con presiones escalonadas de manera regulable hacia la salida de la caja.

215 2). Un aparato según la reivindicación 1), caracterizado porque la abertura entre dos cámaras tiene un órgano de regulación, tal como un registro, con un obturador, que es ajustable automáticamente en  
220 función de la altura del nivel delante de la abertura.

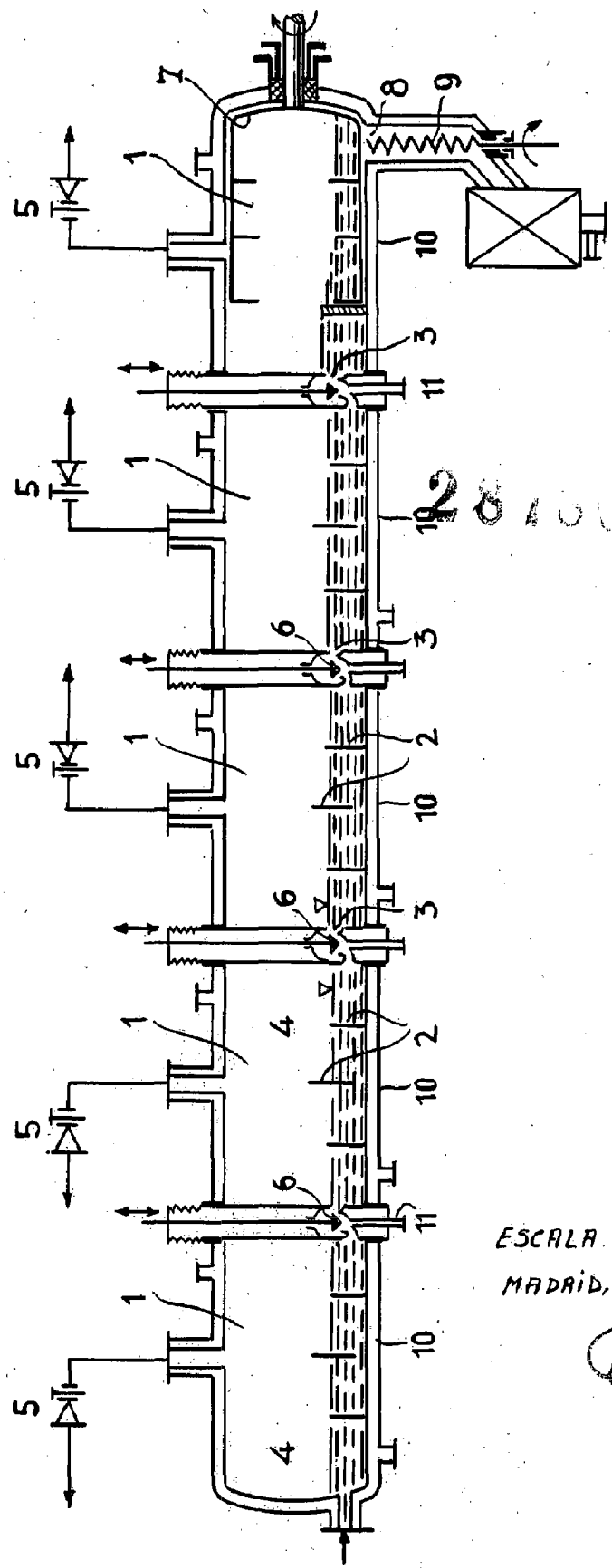


287800

- 3). Un aparato según las reivindicaciones 1) y 2), caracterizado porque de las instalaciones de transporte de vapores que están su bordinadas a las primeras cámaras detras de la entrada al reactor, la primera por lo menos puede ser hecha funcionar a presiones supe  
225 riores a la presión normal.
- 4). Un aparato según las reivindicaciones 1) a 3), caracterizado porque la caja del reactor tiene al menos cinco cámaras, de las cuales una por lo menos, preferentemente la última, tiene una ins  
talación agitadora situada hacia la salida del reactor.
- 230 5). UN APARATO REACTOR PARA LA FABRICACION DE ETALATOS DE POLIETI  
LENO.

Esta Memoria consta de nueve hojas foliadas y mecanografiadas por un solo lado de sus hojas.

Madrid, a 7 de Mayo de 1963



28 1000

ESCALA. VARIABLE  
MADRID, 7-5-1.963.

*ban*