



330069

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 & Brüning, de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt (M) - Hoechst (República Federal Alemana), por:

"APARATO PARA LA OBTENCION DE SALES ALCALINAS DE COMPUESTOS HIDROXI AROMATICOS".

Memoria descriptiva

La solicitud de Patente española nº 313.429 de 26 de mayo de 1.965 se refiere a un procedimiento para la obtención de las sales alcalinas de compuestos hidroxí aromáticos partiendo de los correspondientes ácidos sulfónicos aromáticos, según el cual se mezclan rápida y uniformemente los ácidos sulfónicos aromáticos en fusión con hidróxido alcalino líquido, eventualmente hidratado, de un porcentaje en peso de un 50 a 100%, y preferiblemente de un 70 a 95%. La relación cuantitativa entre el ácido sulfónico aromático y la lejía alcalina es prevista, para ello, de modo que, referidas a un grupo de ácido sulfónico presente sobre el núcleo aromático, se emplean cuando menos 3 moles de hidróxido alcalino. Según el procedimiento, los ácidos sulfónicos aromáticos que se emplean para la transfor-

5

10



mación son, por ejemplo, el ácido benzolsulfónico, el ácido 1,3-benzol disulfónico o el ácido 1- o 2-naftalinsulfónico.

15 Un esquema de la ejecución del procedimiento es, por ejemplo, el siguiente: se introduce en un recipiente el correspondiente ácido sulfónico aromático en su forma fundida tal como se obtiene directamente en la fabricación, o, previa su introducción en el recipiente, se calienta hasta por encima del punto de fusión, de modo que en todo caso se encuentra en forma líquida. Se introduce la lejía alcalina, en una concentración comprendida en el campo anteriormente mencionado, en un segundo
20 recipiente, donde se calienta también por encima de su punto de solidificación, que es tanto más elevado cuanto menor es el contenido de agua. Luego, se dosifican los dos líquidos mediante dispositivos dosificadores y se conducen a un dispositivo mezclador en el cual se verifica una mezcla rápida e íntima para evitar excesivos calentamientos locales. El calor que se desprende en las reacciones que entonces se verifican, y especialmente en la neutralización, es tan grande que la entera mezcla se calienta hasta el punto que tiene lugar la reacción de intercambio. Desde el dispositivo mezclador, la mezcla de reacción, que no ha acabado todavía
30 de reaccionar por completo, es conducida a una zona de permanencia, en la cual se verifica la total transformación en la correspondiente sal alcalina del compuesto hidroxí aromático. La duración de la reacción es relativamente corta y, según la temperatura, es de <1 hasta aproximadamente 30 segundos, y eventualmente incluso más. En el caso más sencillo, puede emplearse como zona de permanencia un tubo sin calentar y aislado, sirviendo el vapor de agua que se forma en la reacción como agente transportante, pudiendo sin embargo servir para ello también unas cintas o unos tornillos de accionamiento. Hay que velar por que la presión no supere las
35 20 atmósferas efectivas en los aparatos que contienen todavía vapor de agua, ya que de otro modo las sales alcalinas que se han formado de los hidróxidos aromáticos pueden experimentar una descomposición.

40 La mezcla rápida y uniforme de los dos componentes de la reacción necesaria según el procedimiento puede, desde el punto de vista de los aparatos, realizarse de distintas maneras, por ejemplo mediante un reactor de ranura anular o una cámara de mezcla de dos materias.
45

La cámara de mezcla de dos materias está constituida, por ejemplo,



50 por un cuerpo metálico en el cual están practicadas dos perforaciones,
que se estrechan fuertemente en sus extremos, para la alimentación de
los productos. Los estrechos conductos desembocan tangencialmente en la
cámara de mezcla, con lo cual se consiguen en ella grandes velocidades de
paso y gradientes de velocidad eficaces para la mezcla. La cámara de
mezcla puede llevar contigua la zona de permanencia.

55 El reactor de ranura anular consiste en un tubo de envoltura en el
cual se encuentra un árbol cuyo diámetro está previsto de modo que entre
el árbol y la envoltura queda una ranura anular de aproximadamente 2 a 3
milímetros. Al girar el árbol, dicha estrecha ranura efectúa una buena
mezcla. El ácido sulfónico aromático y la solución de hidróxido alcalino
al 50-100% en peso son alimentados al reactor de ranura anular por dos
conductos separados, entrando los componentes por la cabeza de la ranura
60 y siendo mezclados íntimamente por el árbol que gira en el tubo de envol-
tura. Para conseguir inmediatamente la mezcla mejor posible de los dos
componentes alimentados, es ventajoso prever en forma de polígono la sec-
ción transversal del árbol en correspondencia de la zona de reacción (en
forma de cuadrilátero, hexágono, octógono o dodecágono).

65 Desde el dispositivo de mezcla, la mezcla de reacción puede ser con-
ducida a una zona de permanencia, en la cual se verifica la transformación
total en la correspondiente sal alcalina del compuesto hidroxí aromático.
En el caso más sencillo, esta zona de permanencia puede estar prevista a
modo de tubo aislado y no calentado, sirviendo el vapor de agua que se
70 forma en la reacción a modo de agente de transporte, pudiendo sin embargo
emplearse para ello también cintas o tornillos de accionamiento.

Ahora bien, la presente invención concierne a un dispositivo para la
obtención de las sales alcalinas de compuestos hidroxí aromáticos de la
serie del benzol y de la naftalina partiendo de los correspondientes áci-
75 dos sulfónicos aromáticos, caracterizado 1) por un dispositivo de mezcla para
la mezcla de los dos componentes de la reacción, ácido sulfónico aromático
de la serie del benzol o de la naftalina, e hidróxido alcalino, 2) por un
dispositivo de pulverización que viene a continuación y destinado para
pulverizar la mezcla de reacción obtenida, 3) por un recipiente de perma-
80 nencia atravesado por gas inerte o por vapor de agua recalentado y provis-
to de órganos colectores accionados mecánicamente, y 4) por un dispositivo



de extracción del producto final, dispuesto en el extremo inferior del recipiente de permanencia.

85 El dispositivo de mezcla puede estar previsto de distintas maneras. Una ejecución adecuada del dispositivo mezclador es, por ejemplo, el reactor de ranura anular - pudiendo estar prevista la sección transversal del árbol en forma de polígono en correspondencia de la zona de reacción - o una tobera de mezcla.

90 En el caso del empleo de un reactor de ranura anular como dispositivo de mezcla, el dispositivo de pulverización está previsto preferiblemente en la forma de disco pulverizador dispuesto sobre el árbol mezclador que gira rápidamente. En el caso del empleo de una tobera de mezcla, ésta puede llevar inmediatamente a continuación una tobera de pulverización de dos materias, eventualmente con superficie de rebotadura.

95 El recipiente de permanencia puede estar constituido por una envoltura cilíndrica con un fondo cónico unido a la misma, pero también puede estar constituido por una envoltura cilíndrica provista de un fondo plano o de un fondo cóncavo. Además, el recipiente de permanencia puede estar provisto de una camisa de calentamiento.

100 El recipiente de permanencia está provisto también de los conductos de entrada y de salida del gas inerte que sirve de medio de calentamiento, como por ejemplo nitrógeno o vapor de agua recalentado. El medio de calentamiento puede ser alimentado por la circunferencia exterior de la tapa del recipiente con una componente finita de velocidad tangencial, y salir también por la tapa en proximidad del eje del recipiente.

105 El dispositivo de extracción está constituido preferiblemente por un tornillo transportador de dos árboles, provisto convenientemente de dos árboles de espiras que giran en el mismo sentido y que se rozan entre sí.

110 Con una tal disposición se evita por una parte, gracias al tiempo extremadamente corto que transcurre entre la mezcla y la distribución en el recipiente de permanencia, la formación de productos pegajosos, y por tanto toda obstrucción. Además, por la pulverización en la entrada en la cámara de permanencia y por la simultánea alimentación de un gas inerte que actúa a modo de portador de calor, se consigue calentar en un tiempo muy corto a la temperatura de reacción deseada también un producto de una conductibilidad térmica muy pequeña. Por fin, los colectores impiden la for-

115



120 mación de depósitos o de acumulaciones de productos en el recipiente de permanencia y aseguran, por tanto, un espectro de tiempo de permanencia favorable. El dispositivo de extracción realiza una extracción sin inconvenientes, eventualmente con exclusión total de aire.

Los órganos colectores y el dispositivo de extracción pueden ser combinados de modo que ambas partes sean accionadas por un dispositivo común de accionamiento, por ejemplo por un motor único.

125 La Fig. 1 muestra una sección longitudinal de un ejemplo de ejecución del dispositivo. Los componentes de la reacción son alimentados por las tubuladuras 1 y 2 a un reactor de ranura anular, constituido por el árbol mezclador 3 y la envoltura cilíndrica 4, donde se mezclan. La mezcla llega luego a un disco pulverizador 5, montado sobre el árbol 3, y es lanzada por éste en forma de finas gotitas en el recipiente 6 de permanencia de fondo cónico 7. El recipiente de permanencia es atravesado por vapor de agua 130 recalentado que entra por las tubuladuras 8 de manera axial y tangencial (es decir, helicoidalmente) con respecto al eje del recipiente y, previa cesión de su calor a la mezcla pulverizada de reacción, sale por la tubuladura de salida 9. El producto que llega sobre la pared del recipiente es 135 recogido por colectores 10 en forma de espiral y conducido simultáneamente hacia abajo y hacia la abertura de salida 11. La extracción del producto acabado se verifica mediante un tornillo transportador 12 de dos árboles, accionado independientemente de los colectores, que simultáneamente, cuando está previsto de dimensiones correspondientemente abundantes, puede 140 velar también por un tiempo de permanencia fijado previamente del producto. Los dispositivos de accionamiento del mezclador de ranura anular y del disco pulverizador, de los colectores y del tornillo sin fin están previstos de manera conocida.

145 La Fig. 2 muestra una sección longitudinal y una vista en planta, sin tapa, de otro ejemplo de ejecución del dispositivo, que se distingue esencialmente del descrito anteriormente (véase la Fig. 1) por el dispositivo de mezcla y de pulverización (tubuladuras 1 y 2 para la alimentación de los componentes de la reacción, tubo 3 para la alimentación del vapor de pulverización, cámara de rotación 4, disco de rebotadura 5), por la forma 150 del recipiente de permanencia (fondo 7 constituido por la sección cónica 7a y por la sección plana 7b), por el colector 10 de forma correspondientemente adaptada, así como por la disposición horizontal del tornillo sin fin



1967

12 de dos árboles con parte de carga 12a abierta hacia el recipiente, así como con parte de permanencia adicional 12b.

155 Con el dispositivo según la invención, se consigue sobre el dispositivo de la solicitud de Patente nº 313.429 (26.5.1965) mencionada en principio el siguiente progreso técnico:

160 Si se quiere cubrir la temperatura de reacción deseada solamente con el calor de la reacción y el calor sensible de los componentes de la reacción, hay que calentar estos últimos a una temperatura relativamente elevada antes de su mezcla. Sin embargo, al mezclarse los mismos, se produce a consecuencia de ello una reacción de descomposición que aumenta la parte de pez (por favorecimiento de indeseadas reacciones secundarias), lo cual surte forzosamente el efecto de una reducción del rendimiento.

165 Sin embargo, si se mezclan los componentes de la reacción a una temperatura relativamente baja, por ejemplo de 160°C., hay que conducir a continuación a la mezcla más calor, lo cual, a consecuencia de la tendencia a la aglutinación de la mezcla en el tubo, va acompañado de inconvenientes. Para eliminar estos inconvenientes, se pulveriza la mezcla en el dispositivo de la invención en un gas caliente, preferiblemente en vapor de agua recalentado.

170 Mediante el dispositivo de la invención pueden transformarse ácidos sulfónicos aromáticos - y especialmente los ácidos de la serie del bencol o de la naftalina, como por ejemplo el ácido benzolsulfónico, el ácido 1,3-benzoldisulfónico o el ácido 1- y respectivamente 2-naftalinsulfónico en los correspondientes compuestos hidroxí aromáticos (hidroxinaftalina, 1,3-dihidroxibenzol, 1- y respectivamente 2-hidroxinaftalina).

175 Esta solicitud corresponde a la presentada en Alemania el 12 de Agosto de 1.965 bajo el número F 46 872 IV/12qu, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de la Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión.

REIVINDICACIONES

=====

185 1). Aparato para la obtención de sales alcalinas de compuestos hidroxí aromáticos partiendo de los correspondientes ácidos sulfónicos aromáticos, caracterizado por un dispositivo mezclador para la mezcla de los dos componentes



- 190 de la reacción, por un dispositivo pulverizador que viene a conti-
nuación del primero y destinado para la pulverización de la mezcla
de reacción obtenida, por un recipiente de permanencia atravesado
por gas inerte o por vapor de agua recalentado y provisto de órga-
nos colectores accionados mecánicamente, y por un dispositivo de ex-
tracción del producto final, dispuesto en el extremo inferior del re-
cipiente de permanencia.
- 2). Aparato según la reivindicación 1), caracterizado por emplear
como dispositivo de mezcla un reactor de ranura anular.
- 195 3). Aparato según las reivindicaciones 1) y 2), caracterizado por
emplear como dispositivo de mezcla una tobera mezcladora.
- 4). Aparato según las reivindicaciones 1) y 2), caracterizado por
un disco pulverizador, montado sobre el árbol mezclador rotatorio
del reactor de ranura anular.
- 200 5). Aparato según las reivindicaciones 1) a 4), caracterizado por
un tornillo transportador como dispositivo de extracción.
- 6). Aparato según la reivindicación 5), caracterizado por un dispo-
sitivo de extracción de dos árboles provistos de espirales que giran
en el mismo sentido y que se rozan mutuamente.
- 205 7). Aparato según las reivindicaciones 1) a 6), caracterizado por
un dispositivo de accionamiento común para los órganos colectores
y para el dispositivo de extracción.
- 8). Aparato según las reivindicaciones 1) a 7), caracterizado por
un recipiente de permanencia provisto de una camisa de calentamien-
to.
- 210 9). Aparato según las reivindicaciones 1) a 8), caracterizado por
el hecho de que el agente de transmisión de calor entra por la cir-
cunferencia exterior de la tapa del recipiente con una velocidad
tangencial finita y sale también por la tapa en proximidad del eje
del recipiente.
- 215 10). "APARATO PARA LA OBTENCION DE SALES ALCALINAS DE COMPUESTOS HI-



DROXI AROMATICOS".

Esta Memoria consta de ocho hojas foliadas y mecanografiadas por un sólo lado de sus caras.

Madrid, 9 de Agosto de 1.966

be

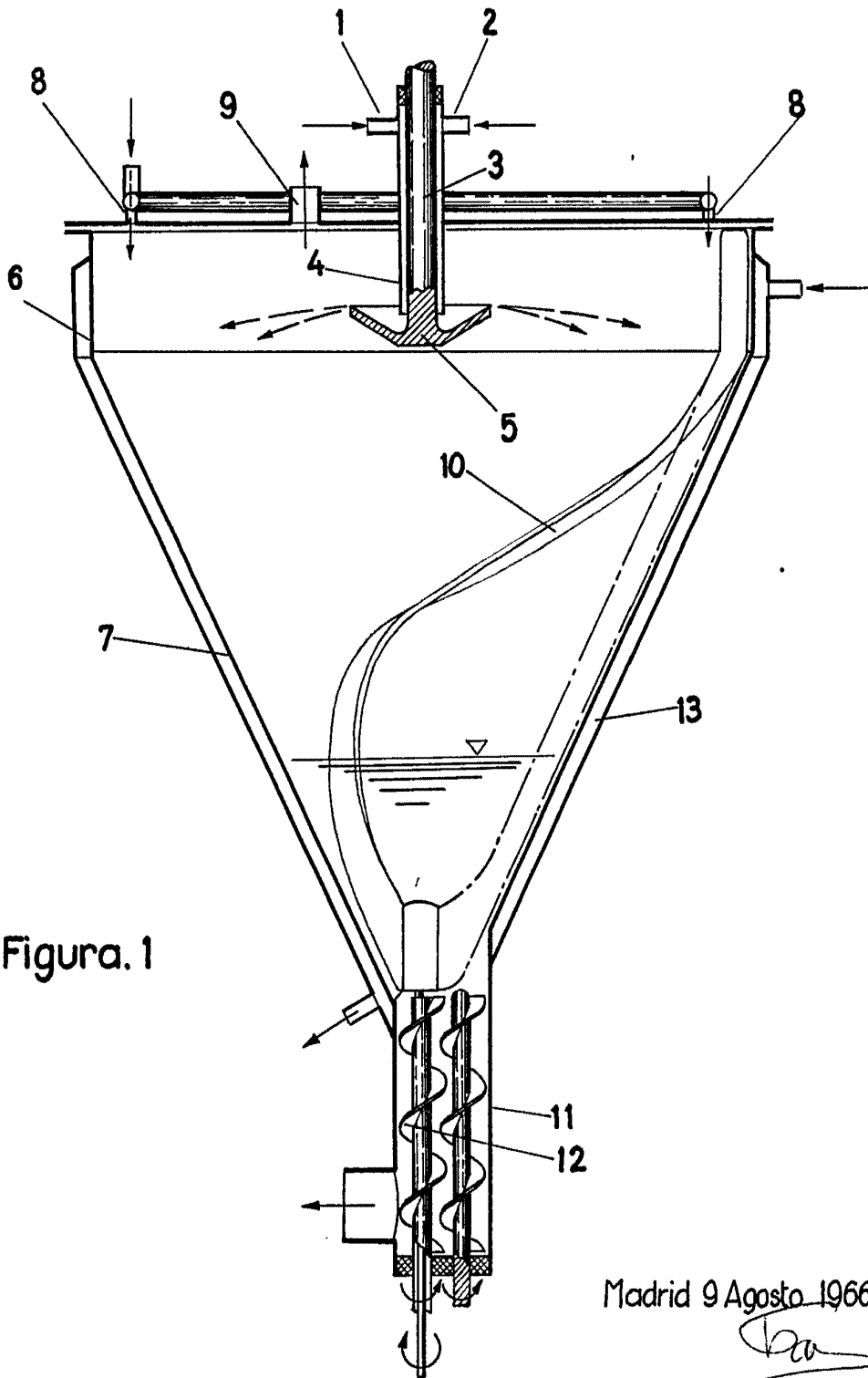


Figura. 1

Madrid 9 Agosto 1966

ESCALA VARIABLE

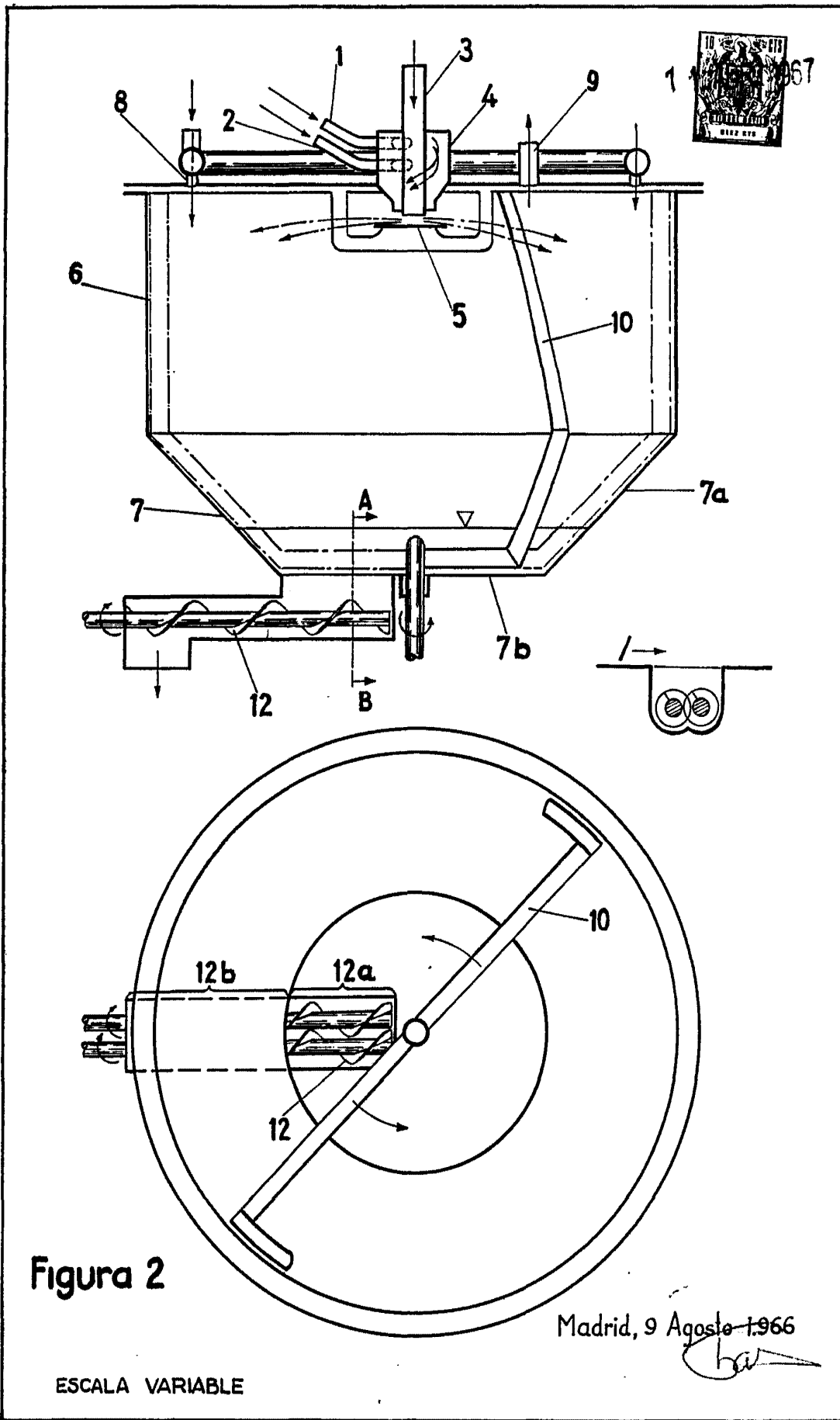


Figura 2

Madrid, 9 Agosto 1966

ESCALA VARIABLE