

372103

P.- 42.954

U.S. Serial
Nº 766.255



Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>B01 C-07</u>
SUBCLASE <u>J B</u>

para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de COLGATE-PAIMOLIVE COMPANY,

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

**con domicilio en 300 Park Avenue, Nueva York, N.Y.,
Estados Unidos de América.**

**por: "UN APARATO PARA HACER REACCIONAR CONTINUAMENTE UNA
SUSTANCIA CON UN GAS" (Clase Internacional B01j C07b)**

11.8.70

14 AGO 1970



Esta invención se refiere a un aparato para la
reacción de trióxido de azufre con un compuesto orgánico
sulfonable. Más particularmente, un trióxido de azufre de
baja presión de vapor puede hacerse reaccionar con un com-
5 puesto orgánico sulfonable o sulfatable en el aparato de
esta invención para obtener un producto con altos rendimien-
tos y con un mínimo de decoloración. También se alcanza
por medio del aparato de esta invención la continuidad y es-
tabilidad de la operación del reactor sin que haya defor-
10 mación mecánica debido a cambios térmicos u otros cambios
de carga en la operación como en los reactores de la téc-
nica anterior y la carbonización del producto es virtual-
mente eliminada.

La reacción de trióxido de azufre con compuestos
15 orgánicos es tan altamente exotérmica que el compuesto de
reacción obtenido hasta ahora era a menudo carbonizado, dan-
do como resultado la contaminación y decoloración del pro-
ducto a no ser que el calor de la reacción pueda ser disi-
pado con efectividad. Se ha encontrado que estos efectos
20 son reducidos significativamente cuando se crea una pelí-
cula óptimamente fina de la mezcla de reacción y la tempe-
ratura es controlada enfriando toda la zona en donde el
trióxido de azufre se pone en contacto con el compuesto
orgánico. En varios reactores de película de sulfonación/
25 sulfatación patentados, la película fina de la mezcla de
reacción se forma sobre la superficie de una pared tubular
enfriada del reactor haciendo pasar alimentación orgánica
a través de una apertura en la pared del reactor en forma
de orificios en forma de ranuras, boquetes, compuertas,
30 etc.

372103



Una desventaja grande de los reactores que utilizan orificios en forma de ranuras, boquetes, compuertas, etc., es que son muy caros para ser fabricados con las pequeñas dimensiones requeridas y la alta precisión, en el orden de $0,254 \text{ mm} \pm 0,127 \text{ mm}$, y con un ajuste preciso de holguras y aberturas para aproximarse a una velocidad uniforme de alimentación por unidad de la periferia de la pared del reactor. La experiencia ha mostrado que tienen lugar cambios dimensionales por encima de la tolerancia en distribuidores de alimentación ensamblados de un diseño común debido a fuerzas térmicas, de cernido, y otras cargas estructurales dando como resultado una película no uniforme. También, tales aberturas están sujetas a ser atascadas a fondo con el material carbonizado que se forma durante la reacción requiriendo el trabajo tedioso de desalojamiento y limpieza. Aun cuando las aberturas u orificios en forma de ranuras no estén completamente atascados, se vuelven a menudo objetablemente pequeños en lo que respecta a las tolerancias prácticas para la caída apreciable de presión a las velocidades de flujo uniformes deseadas por unidad del área de la periferia de la pared del reactor.

Es por lo tanto el principal objeto de la presente invención el proveer un reactor de película de sulfonación y sulfatación en el que el material orgánico es alimentado a una velocidad continua y uniforme a través de un distribuidor de presión uniforme de tal manera que el caudal del material de alimentación orgánico por unidad de longitud de la periferia de la pared del reactor es substancialmente constante y el espesor de la película

372103

14 AGO 1970



La de la mezcla del reactor sobre la pared enfriada del reactor es establecido.

5 Es otro objeto de esta invención proporcionar un reactor para la sulfonación o sulfatación de compuestos orgánicos con trióxido de azufre, en el cual el material orgánico es alimentado a través de una pared porosa con un grosor y porosidad uniformes a una velocidad controlada por una caída moderada de presión a través de la pared porosa para asegurar una distribución uniforme en una película delgada de mezcla de reacción mientras el flujo sigue hacia abajo por la pared enfriada del reactor.

10 Es un objeto más de la invención el proporcionar un reactor para hacer reaccionar continuamente un compuesto orgánico con trióxido de azufre que tiene una superficie porosa de alimentación orgánica preservada del trióxido de azufre que penetra con el fin de eliminar substancialmente el carbonizado del material orgánico siendo alimentado antes de que una película delgada de la mezcla de reacción se ponga en contacto con la pared enfriada del reactor.

15 Es aún otro objeto de la invención proporcionar un reactor para hacer reaccionar continuamente un compuesto orgánico con trióxido de azufre que teniendo una superficie porosa de alimentación orgánica preservada del trióxido de azufre, siendo mantenida la superficie porosa en un estado substancialmente limpio evitando la acumulación de material orgánico carbonizado sobre la superficie porosa limpiando la superficie con un gas inerte.

20 De acuerdo con los objetos de la presente invención, se proporciona un procedimiento para la reacción de trióxido de azufre y compuestos orgánicos líquidos, cuyo pro



cedimiento es llevado a cabo alimentando trióxido de azu-
fre y material orgánico dentro de un reactor tubular y po-
niendo en contacto los reactivos para formar una mezcla
de reacción uniformemente distribuída circunferencialmente
5 en una película fina alrededor de la periferia de la pared
enfriada del reactor, o las paredes si se usaran tubos con-
céntricos. El compuesto orgánico es alimentado al reactor
a través de una pared porosa con un grosor y porosidad uni-
formes desde un distribuidor de presión uniforme de tal
10 forma que el caudal del compuesto orgánico por unidad de
longitud de la periferia de la pared del reactor es subs-
tancialmente constante. El flujo de material de alimenta-
ción es controlado por una caída moderada de presión a tra-
vés de la pared porosa a una velocidad suficiente para es-
15 tablecer el grosor deseado de película sobre la pared en-
friada del reactor. La pared porosa está preservada de la
entrada del trióxido de azufre por un borde rarificado por
vacío o por diluyente inerte para evitar la carbonización
de la alimentación orgánica debido a la naturaleza alta-
20 mente exotérmica de su reacción con trióxido de azufre an-
tes de que la película de reactivo esté en contacto con la
pared enfriada del reactor.

Aún otros objetos y características de esta in-
vención residen en la previsión de un reactor de sulfona-
25 ción/sulfatación que tiene una superficie porosa de ali-
mentación orgánica rápidamente separable y reemplazable,
que es limpia y uniforme en uso, económica para funcionar,
y que da un alto rendimiento de productos que tienen colo-
res mejorados Klett de mezcla ácida.

30 Estos, junto con los otros varios objetos y ca

14 AGO



5 reacterísticas subordinados de esta invención, que se harán evidentes a medida que se procede con la descripción, son alcanzados por este reactor, una realización preferida del cual ha sido ilustrada para un reactor de un solo tubo en los dibujos que se acompañan, sólo como vía de ejemplo, en los cuales:

La Figura 1 es una vista superior de un reactor tubular de sulfonación y sulfatación construído de acuerdo con los conceptos de esta invención;

10 La Figura 2 es una vista fragmentaria elevaciona-
lateral del reactor ilustrado en la Figura 1;

La Figura 3 es una vista seccional parcialmente fragmentada del reactor tomada a lo largo del plano de las líneas 3-3 en la Figura 1, siendo las partes separadas para mostrar otras partes en detalle; y

15 La Figura 4 es una vista seccional parcialmente fragmentaria de una forma modificada del reactor, siendo las partes separadas para mostrar otras partes en detalle.

20 Continuándose con la referencia a los dibujos que se acompañan, particularmente con referencia a la Figura 3, en la cual los números de igual referencia designan partes similares a través de las distintas vistas, el número de referencia 10 es usado para designar en general el reactor de la presente invención.

25 La cabeza del reactor, generalmente designada con el número de referencia 12, está convenientemente asegurada al cuerpo 10 del reactor por tornillos roscados espaciados igualmente o pernos 14 que pasan a través del cabezal 16 a la brida de reactor 18 para facilitar la separación y limpieza. La conexión de la cabeza del reactor 12,

372103

14 AGO



brida de empaquetadura 34 y cuerpo 10 proporciona una abertura central primaria alargada 20. La cabeza del reactor 12 está provista de una boquilla de alimentación 22 que tiene roscas de tornillo 24 en la misma. Un tubo cilíndrico 26 integrado con la boquilla de alimentación 22 y que se extiende coaxialmente dentro de la abertura central primaria definiendo una cámara de reacción 20 provee una cámara aislada para hacer pasar trióxido de azufre a su través. El tubo cilíndrico 26 está firmemente asegurado por tornillos roscados espaciados con igualdad o pernos 50, a la pared terminal 56. Un orificio de entrada 30 para una alimentación líquida orgánica está formado en la brida de cabeza 32 del reactor y se comunica con una cavidad en forma de anillo 36 que es concéntrica con y de mayor diámetro que el diámetro exterior del tubo cilíndrico 26. Un anillo 38 de material poroso está colocado concéntricamente entre el tubo 26 y la cavidad en forma de anillo 36 de manera que la superficie interior del anillo 38 que tiene un diámetro igual a los diámetros interiores de la pared periférica del reactor 28 y la brida de empaquetadura 34 forma una prolongación de la superficie interior de la pared del reactor 28. Las empaquetaduras 40 y 34 cierran herméticamente ambos lados del anillo poroso 38 y aseguran el anillo 38 en su posición, asegurando con ello un caudal uniforme de material orgánico libre de la circunferencia exterior del tubo 26 y poniéndose en contacto con la periferia interior de la pared del reactor 28.

Preferiblemente una entrada de gas de limpieza (purga) 42 está dispuesta dentro de la cabeza del reactor 10 y está íntegramente conectada a una sección estrecha de

12.8.70

- 7 -

372103

14 AGU 1971

5 la tubería 52 que es concéntrica con el tubo 26 para introducir el gas inerte dentro del pasadizo 57 alrededor de la circunferencia exterior del tubo 26. La pared del reactor 28 es enfriada por cualquier medio conveniente de refrigeración, tal como por medio de una camisa enfriada por agua mostrada en la Figura 3 y generalmente indicada por el número de referencia 60. Agua o cualquier otro líquido refrigerante 54 es introducida dentro de la camisa enfriada por agua en la entrada 46 si se desea flujo en paralelo. El refrigerante fluye a través del espacio definido por el tubo 10 48 y la pared del reactor 48. Si se desea un flujo de refrigerante en contracorriente, la dirección del flujo de refrigerante sería opuesta a la mostrada, y el refrigerante saldría a través del conducto 46.

15 Cuando el reactor está en funcionamiento, el trióxido de azufre que está rarificado por vacío o un gas inerte, tal como aire, se desplaza desde una tubería unida a rosca a la boquilla de alimentación 22 a través del tubo 26. El material líquido orgánico de alimentación es bombeado desde un tanque de almacenaje, no mostrado, a través de una tubería de acero inoxidable a la entrada 30. Opcionalmente un cartucho de filtro de una porosidad muy fina, puede ser colocado en la tubería de alimentación suministrando la pared porosa 38 para asegurar que el paso de contaminantes será minimizado y para impedir el bloqueo de la 25 pared porosa con los contaminantes. Generalmente un cartucho de filtro de tamaño apropiado que tiene una porosidad no más fina de 10 micras no origina una caída de presión apreciable en la tubería. La alimentación orgánica, de alcoholados o derivados de los mismos sulfonables o sul 30

372103

14 AGO



fatables, pesa a través del anillo poroso 38 de un grosor y porosidad uniformes dentro del pasadizo que rodea la periferia exterior del tubo 26. El medio poroso puede ser de metal sinterizado resistente a la corrosión, o de material cerámico. La velocidad de paso de alimentación a través del anillo 38 es controlada por una caída de presión moderada a través del anillo. Preferiblemente la porosidad del anillo 38 debe estar entre alrededor de 20 y 35 micras. Con el fin de mantener un flujo uniforme a través del miembro poroso, su porosidad no debe exceder de alrededor de 60 micras. La corriente de material orgánico que abandona la superficie del anillo 38 es uniforme y sigue circunferencialmente hacia abajo la pared enfriada del reactor 28. Además, el trióxido de azufre está impedido de regresar hacia dentro del pasadizo alrededor del tubo 26 por el movimiento hacia adelante de un gas inerte de limpieza (purga) hacia el area de baja presión. El trióxido de azufre que sí se difunde dentro del pasadizo puede reaccionar exotérmicamente con el material orgánico en la superficie expuesta 44 del anillo poroso 38 pero es demasiado diluído para causar carbonización y contaminación cuando el material de alimentación está fluyendo. El gas de purga ópticamente está de forma substancial en uso continuo y sirve en función adicional para evitar la carbonización del material de residuo sobre la superficie porosa cuando el flujo de trióxido de azufre y material orgánico es parado. El gas de purga puede ser un gas inerte, tal como aire de secado.

Los reactivos son puestos en contacto en la superficie de película sobre la pared del reactor 28 enfria

372103

14 AGO.



da por agua y forman una película fina de mezcla de reacción cuyo grosor determinará la velocidad de enfriamiento. El producto de reacción que emerge de la zona de reacción enfriada es tratado por métodos convencionales. Tales métodos incluyen la neutralización del producto ácido por una base tal como hidróxido de sodio.

Haciendo referencia ahora a la Figura 4, la cabeza de reactor modificada, generalmente designada por el número de referencia 112, difiere de la cabeza de reactor 12 en que usa anillos porosos concéntricos 138 y 140 para alimentar una alimentación líquida orgánica a una zona de reacción en forma de anillo 136 definida por las paredes dobles 124 y 128.

La cabeza de reactor 112 está convenientemente asegurada al cuerpo 110 del reactor por medio de tornillos roscados igualmente espaciados o por pernos 114. La cabeza de reactor 112 incluye un alojamiento exterior cilíndrico de entrada de gas 116 la cual está conectada al cuerpo 110 proporcionando una abertura central primaria alargada 120. La cabeza de reactor 112 está también provista de una entrada de gas 122. Un tubo cilíndrico 124 teniendo una pared terminal 126 se extiende coaxialmente dentro de la abertura central primaria 120 y proporciona una cámara aislada 130 en forma de anillo para hacer pasar el trióxido de azufre desde la entrada 122 a la zona de reacción en forma de anillo 136. Una entrada 144 para alimentar un material orgánico líquido al anillo interior poroso 140 está formada en la cabeza del reactor y se comunica con una cavidad en forma de anillo 148 la cual está dispuesta concéntricamente dentro del tubo cilíndrico 124.

372103



Una entrada 150 para alimentar un material líquido orgánico al anillo poroso exterior 138, colocado concéntricamente con respecto al anillo interior poroso 140, se comunica con una segunda cavidad en forma de anillo 152. Una entrada 154 para el gas de purga está dispuesta dentro de la cabeza del reactor 110 y está conectada íntegramente a la abertura 156 la cual está ramificada en el interior en secciones cilíndricas estrechas 158 y 160 dispuestas concéntricamente alrededor de los pasadizos 162 y 164, respectivamente. Bordes cilíndricos concéntricos 166 y 168 evitan que el trióxido de azufre rarificado reaccione con la alimentación orgánica antes de que ésta llegue la zona de reacción 136. La zona de reacción 136 es enfriada por agua que fluye a través de los espacios definidos por las paredes 124 y 128 y sus respectivas camisas de fluido 170 y 172, drenándose el agua a través de la salida 174.

Si el material orgánico que se hace reaccionar tiene cierta tendencia a solidificarse durante el paso a través del anillo poroso, el bloqueo del anillo puede ser eliminado si el anillo poroso es previamente calentado sopándolo con vapor o aire caliente o trabajando a temperaturas más altas de alimentación y soplando a fondo el anillo en todas las paradas del equipo. Es también posible evitar la solidificación del material orgánico aislando el anillo poroso de la cámara de reacción enfriada.

Se deberá notar que el aparato descrito puede ser usado para cualquier reacción entre un gas y una sustancia siempre y cuando el anillo poroso sea permeable al material que ha de pasar a través de él. La reacción puede ser exotérmica o endotérmica. Si es endotérmica, los

372103

14 AGO 1977

medios de refrigeración utilizados para las reacciones exotérmicas son reemplazados por medios apropiados de calefacción.

5 La siguiente es una comparación entre el funcionamiento de la cabeza de alimentación del reactor cilíndrica y con ranuras y la cabeza de alimentación del reactor con anillo poroso mostrada en la Figura 3 para distribuir el material orgánico en un reactor de trióxido de azufre de 18 mm en una planta experimental:

10

Prueba de experimento de Sulfonación

15 Se hizo un experimento usando cada una de las cabezas del reactor, la cilíndrica con ranuras y la de anillo poroso de alimentación. El trióxido de azufre que penetraba era mezclado con aire para dar un volumen de aire de 846,768 l conteniendo alrededor de 3% de SO_3 . Se usó un dodecibenceno lineal, de una composición que se presume sea uniforme, en cada experimento, siendo el material obtenido de la planta en tambores. Diez elementos de filtro de celulosa de algodón fueron instalados en las tuberías orgánica y de lavado de la nueva cabeza de alimentación con anillo poroso.

25 Durante el experimento en cabeza con ranuras, se produjo una carbonización intencionada cerrando el paso de alcoholado al final del experimento dejando el aire- SO_3 correr durante alrededor de cinco minutos. También se favoreció una carbonización intencionada después de cerrar el paso después del experimento en la cabeza porosa (con el
30 aire de purga cerrado y con aire- SO_3 corriendo durante al

372103

14 AGO.



rededor de 5 minutos seguido por el cierre del paso del
aire y dejando correr el SO_3 durante 2 minutos). La cabeza
porosa del reactor era lavada con agua sobrecalentada
(105-121°C), después del incidente de carbonización. No se
5 encontró material carbonizado alguno después de la separa-
ción de la cabeza del reactor. Aproximadamente 5% de la su-
perficie lateral de entrada de la pared porosa estaba cu-
bierta con cercos en forma de rosca, etc.

Las siguientes son las condiciones promedios du-
10 rante los experimentos anteriores:

	Cabeza	Cilindro con ranuras	Tapón poroso
	Tiempo	3-1/2 horas	3-1/4 horas
	Velocidad de SO_3 (kg/hr)	5,90	5,95
15	Velocidad de alcohilado (kg/hr.)	16,75	16,82
	Aire vaporizador (l/mi. en C.N.)	722,16	722,16
	Aire mezclador (l/mi. en C.N.)	124,61	124,61
20	Aire de purga (l/hora en C.N.)	-	424,8
	Proporción molar SO_3/al coholado	1,039	1,043

Muestras de mezcla ácida fueron tomadas aproxima-
25 damente cada media hora durante los experimentos descritos
arriba. Cinco gramos de mezcla ácida fueron diluidos a 100
cc. con metanol y fueron tomadas lecturas Klett. No se usó
digestión ni hidratación antes de la neutralización. Los
resultados se muestran en la siguiente Tabla I.

30

372103

12.8.70

- 13 -



TABLA I

Análisis de muestras de experimentación
de Mezcla Acida

	Cilindro con ranuras	Anillo poroso de 20 micras
5	24	33
	30	25
	25	22
	25	22
	25	22
10	23	25
	28	26
		23
	Promedio 25,7	24,8

15 La mezcla ácida del reactor en los experimentos anteriores fué neutralizada con hidróxido de sodio acuoso para formar una lechada acuosa de dodecilbenceno sulfonato sódico. El contenido de sólidos de la lechada acuosa re-
20 sultante estaba en el margen de 53-56% en peso. Los datos analíticos no muestran una diferencia significativa en los colores de la Mezcla Acida o rendimientos de sulfonato usán-
do las dos cabezas del reactor. Los experimentos de prueba por lo tanto indican que la nueva cabeza del reactor de ani-
25 llo poroso para alimentación funciona por lo menos tan bien como la cabeza antigua de cilindro con ranuras.

30 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 9 de Octubre de 1.968, bajo el N° 766.255, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

372103



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

10 1.- Un aparato para hacer reaccionar continuamente una sustancia con un gas que comprende un reactor que tiene una cabeza de reactor y un cuerpo de reactor, teniendo dicho cuerpo una cámara de reacción en el mismo que tiene por lo menos una pared periférica, teniendo dicha cabeza del reactor una primera abertura a través en la misma, medios tubulares de entrada en dicha primera abertura que se extienden dentro de dicha cámara en una relación estrechamente espaciada a dicha pared periférica para entregar un gas a dicha cámara, por lo menos un anillo poroso contiguo a y espaciado de dichos medios tubulares de entrada, teniendo dicha cabeza del reactor por lo menos un medio secundario de entrada en la misma para entregar una sustancia líquida sobre dicho anillo poroso de manera que dicho anillo poroso distribuya dicha sustancia líquida uniformemente y a una velocidad controlada a todo su través para formar una película uniforme de sustancia líquida sobre la pared periférica de dicha cámara de reacción.

20 2.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicha pared periférica constituye una superficie de transferencia de calor y además incluye medios acondicionadores de temperatura dispuestos alrededor de

30 372103

14 AGO



dicha cámara para transferir el calor para controlar la temperatura de la película.

5 3.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación 2, en el cual dicha pared periférica tiene una camisa para enfriar por medio de agua.

10 4.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación 1 en el cual dicha cabeza del reactor está provista de una cavidad en forma de anillo que rodea dicho anillo poroso, comunicándose dicha cavidad con dichos medios secundarios de entrada.

5.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicha cámara de reacción está dispuesta anularmente dentro de dicho cuerpo.

15 6.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicho cuerpo incluye por lo menos una superficie de transferencia de calor dispuesta concéntricamente con respecto a dicha cámara de reacción.

20 7.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación 6, en el cual dos anillos porosos están concéntricamente dispuesto con respecto a dichos medios tubulares de entrada uno con respecto al otro.

25 8.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación 1, que incluye terceros medios de entrada en dicha cabeza de reactor para la entrega de un gas inerte al espacio entre dicho anillo poroso y dichos medios tubulares de entrada.

9.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicho anillo poroso está hecho de un metal sinterizado, resistente a la corrosión.

30 10.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación

372103

14 AGO



9, en el cual dicho metal tiene una porosidad de no menos de 20 micras.

5 11.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicho anillo poroso está hecho de un material cerámico que tiene una porosidad de no menos de 20 micras.

12.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación 1, que incluye medios desmontables que conectan dicha cabeza del reactor a dicho cuerpo del reactor para facilitar la separación y sustitución de dicho anillo poroso.

10 13.- Un aparato para hacer reaccionar continuamente una sustancia con un gas.

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

15 Esta Memoria consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 14 AGO. 1970

P.A.

Liberto de ...
Por Orden,

12.8.70

MJP/.-

372103

74 AG

372103

FIG. 1

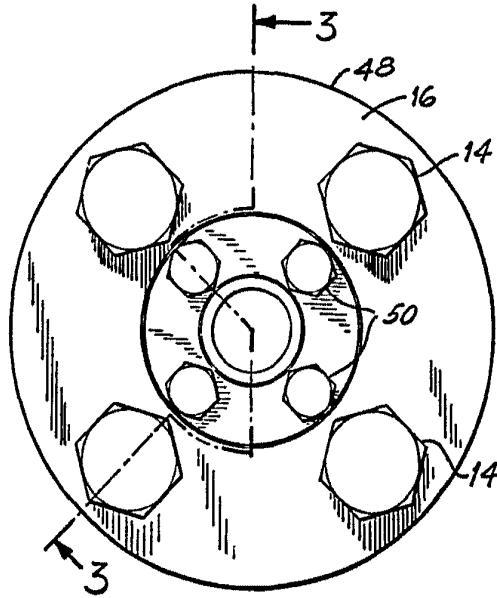
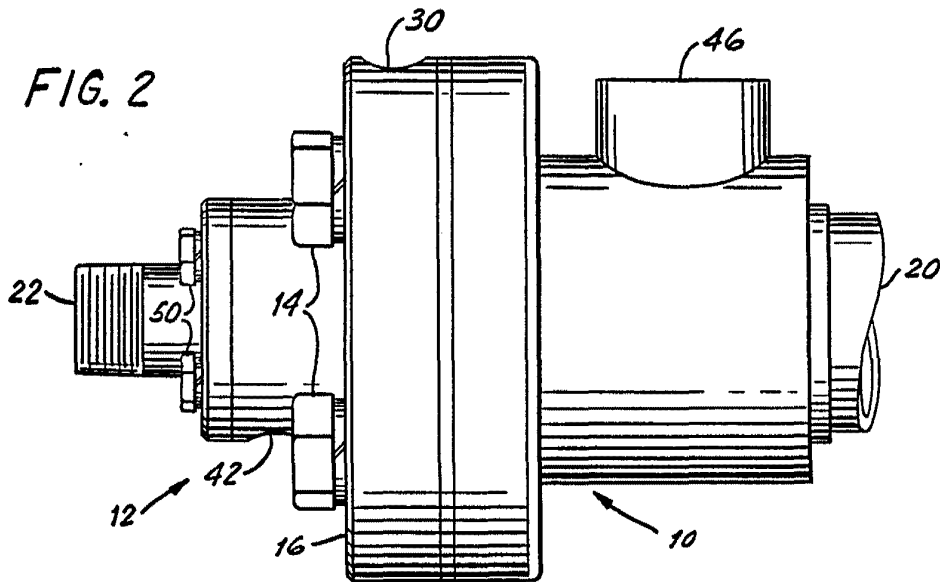


FIG. 2



Alberto de Eizabert
iG. P. Co.

372103

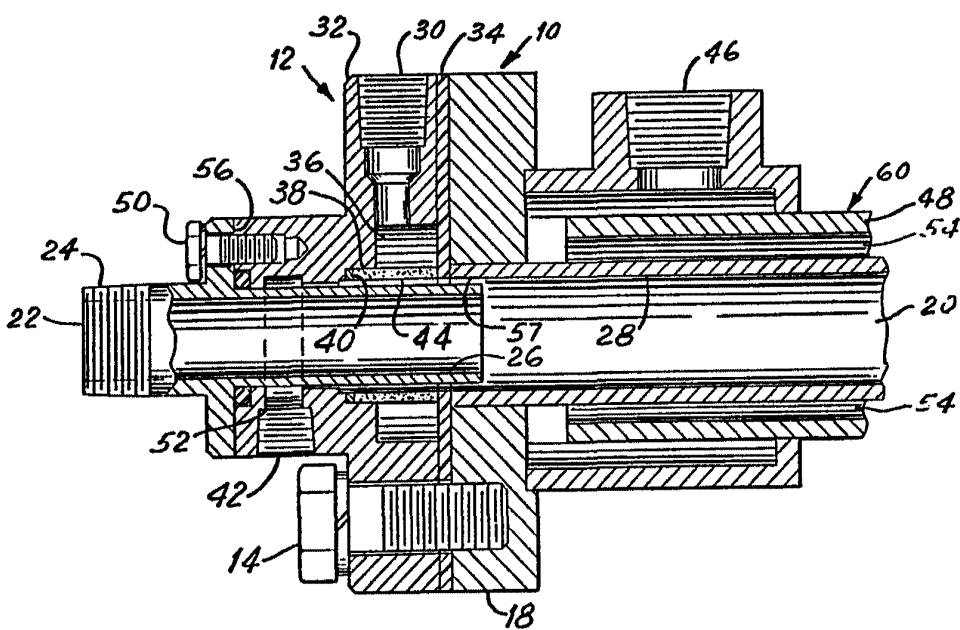
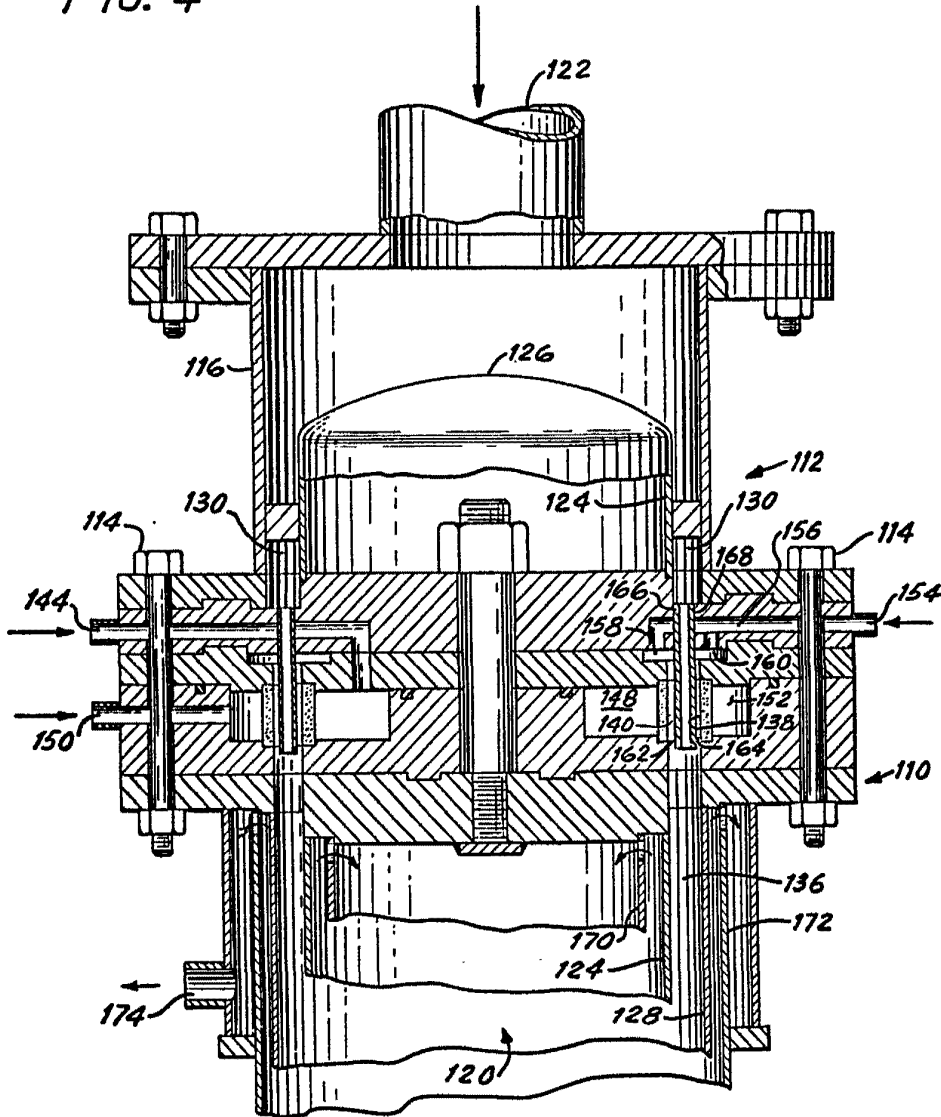


FIG. 3

[Handwritten signature and scribbles]

372103 14

FIG. 4



[Handwritten signature]
Pat. No. 3,721,033