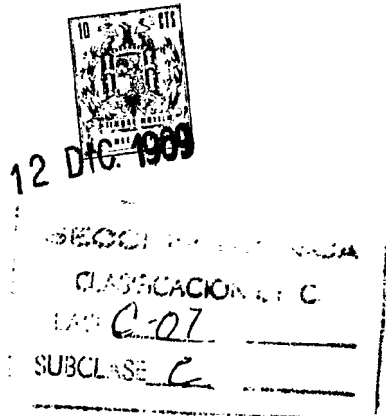


374510



PATENTE DE INVENCION

que por veinte años, para España; se solicita a favor de la Firma -
CHEMIEBAU DR. A. ZIEREN GmbH & Co.KG, entidad alemana, residente en
KOLN-MUNGERSDORF (ALEMANIA) Aachener Str. 958, por: "PROCEDIMIENTO
PARA LA VAPORIZACION DE ANHIDRIDO FTALICO."

MEMORIA DESCRIPTIVA

La invención se refiere a un procedimiento para la vaporización de anhídrido ftálico producido por oxidación de o-xilol procedente del pozo de una columna fraccionadora de funcionamiento continuo, en especial en una instalación con varias columnas acopladas sucesivamente.-

5

El anhídrido ftálico empleado para la fabricación en gran volumen de plastificantes, resinas alquídicas y de poliéster, así como de materias primas para la fabricación de lacas es producido preferentemente mediante oxidación de vapor de o-xilol con aire a 350 hasta 360°C aproximadamente sobre catalizadores que contienen V₂O₅. De la mezcla de la reacción en forma de vapor se separa un anhídrido ftálico bruto mediante enfriamiento. Este producto bruto contiene, además de otros derivados, cantidades reducidas de anhídridos de ácido carbónico aromático en mayor grado, en particular anhídrido trimelítico, de modo que, antes de proceder a la siguiente preparación para obtener los citados productos, es necesaria aún una purificación. Además de un tratamiento previo sirve para ella -

10

15

12 DIC 1969



una rectificación en dos etapas en las que son separados del resi--
duo de mayor grado de ebullición en la primera etapa la cabeza del
20 destilado que contiene impurezas más fácilmente volátiles y en la
siguiente etapa el anhídrido ftálico puro.-

En la destilación de anhídrido ftálico bruto se trabaja a
temperaturas de, al menos 200°C: A dichas temperaturas se forman,--
además de las impurezas de alto grado de ebullición ya existentes,
25 unas resinas que precipitan sobre las superficies de caldeo y condu
cen a encostrados. Estos sedimentos perjudican al pase del calor y
dan lugar a repetidas interrupciones de la explotación.-

Es conocido ya evitar la formación de costras sobre las -
superficies de caldeo durante la destilación continua de anhídrido
30 ftálico de tal manera que, se vaporiza el anhídrido ftálico en vapo
rizadores de estratos finos solo hasta el extremo de que en la par
te componente, que no se vaporiza, el contenido de anhídrido ftáli
co es, al menos, de 80% en peso. La vaporización con ayuda de vapo
rizadores de estratos finos está limitada, debido al rendimiento limi
35 tado en la vaporización de estos aparatos, a instalaciones más redu
cida y relativamente costosas. El contenido mínimo de anhídrido --
ftálico de 80% en el residuo, necesario para evitar la formación de
costras, tiene por consecuencia el que considerables cantidades de
anhídrido ftálico quedan en el residuo y no pueden pasar como pro--
40 ducto puro, si no se desea poner en peligro el funcionamiento del -
vaporizador de estratos finos debido a la formación de costras en -
el extremo de salida. El residuo que resta durante la separación --
del producto puro es sólo de poco valor a pesar del contenido de --
más del 80% en peso de anhídrido ftálico, ya que no se compensan en
45 la mayoría de los casos los gastos necesarios para la obtención del
anhídrido ftálico del residuo, a pesar de este elevado contenido.--

La invención tiene por objeto crear un procedimiento segu
ro en su funcionamiento para la vaporización de anhídrido ftálico,-
en la que es posible reducir el contenido de anhídrido ftálico del
50 producto del pozo en vaporización y aumentar con ello el volumen de
producción de anhídrido ftálico puro, sin que la vaporización sea -
perjudicada por la formación de sedimentos sólidos sobre las calien



tes superficies vaporizadoras. Además de ello el nuevo procedimiento debe permitir un elevado flujo de calor, un reducido tiempo de permanencia del anhídrido ftálico en la zona de vaporización y con
55 ello un mayor rendimiento de la vaporización, de modo que pueden reducirse los gastos invertidos en la parte vaporizadora.-

Según invención este problema es resuelto de tal manera -
que el anhídrido ftálico bruto obtenido de o-xilol es vaporizado en
60 un vaporizador conectado mediante una circulación natural con el pozo en la columna, hasta un residuo que sale por el extremo superior de los tubos vaporizadores con al menos, el 50% en peso de anhídrido trimelítico, siendo ajustado su nivel aparente en los tubos vaporizadores al 30 hasta 100% de la longitud de los tubos calefactores
65 El vaporizador con circulación natural empleado en la invención trabaja conforme el principio de termosifón y consiste en esencial en un cuerpo calefactor que está constituido por haces de tubos y comunican con el pozo en la columna a través de un tubo de retorno y un tubo de derrame. Los tubos vaporizadores del haz de tubos son calentados por un medio calefactor por el que el anhídrido ftálico existente en los tubos vaporizadores es llevado a la ebullición. Las burbujas de vapor que se originan en los tubos vaporizadores transportan el anhídrido ftálico en ebullición, igual como en una bomba "Mamut", en sentido ascendente por los tubos, de donde retorna el mismo a través del tubo de derrame al pozo en la columna. El tubo de retorno comunica el fondo del pozo de la columna con el fondo del cuerpo calefactor. Debido a la diferencia en la densidad entre el anhídrido ftálico líquido en la entrada a los tubos vaporizadores y de la mezcla de líquido y vapor en la salida de los tubos vaporizadores resulta una diferencia en la presión, por la que se origina la circulación de anhídrido ftálico líquido. El anhídrido ftálico que pasa por los tubos vaporizadores en sentido ascendente, o sea desde abajo hacia arriba, es calentado en la parte inferior de los tubos primero hasta la temperatura de ebullición. A continuación empieza la zona de vaporización en la que se forman burbujas de vapor que van ascendiendo por los tubos y crecen en los mismos.-
80 En la parte superior de los tubos se reúnen las burbujas de vapor -

12 DIC 1969

en una fase de vapor coherente que ocupa el interior del tubo, mientras que el anhídrido ftálico líquido asciende en forma de película adherente en sección anular a la pared del tubo, saliendo así de los respectivos tubos vaporizadores. El peligro de encostrado es el máximo en el extremo superior de los tubos vaporizadores, ya que aquí la concentración de sustancias no vaporizables es mayor en la fase líquida, pudiendo formarse, debido a las variaciones inevitables en el grueso de la película de la fase líquida, unos puntos no irrigados en cortos lapsos de tiempo sobre la pared las que producen precipitaciones finas que, aún cuando se irrigase dicho punto, no pueden ser disueltas,. Ahora se ha encontrado sorprendentemente el que una separación de sustancias sólidas en el extremo superior de los tubos vaporizadores es evitada tanta tiempo durante el cual el total de las partes componentes de anhídrido ftálico y anhídrido trimelítico en la fase líquida que sale del tubo vaporizador sea, al menos de 50% en peso. Esto depende solo del total de ambas partes componentes de anhídrido es decir, que en casos especiales, la parte del anhídrido trimelítico puede ser reducida, en comparación con el anhídrido ftálico, por ejemplo entre el 2 y 20% en peso del residuo.- Los anhídridos actúan como medio dispersante para las partes componentes resinosas e impiden su precipitación sobre las superficies de caldeo. En ello se presupone que la fase líquida abandone como flujo anular cerrado los tubos vaporizadores. El nivel aparente del anhídrido ftálico se ajustaría en un piezómetro conectado con el fondo y la tapa del vaporizador. Este nivel aparente es una magnitud de régimen que determina el rendimiento del vaporizador e influye según invención además en la formación de costras sobre las paredes desde los tubos vaporizadores. Manteniéndose un nivel de, al menos, el 30% de la longitud del tubo vaporizador, contado desde el fondo inferior del tubo, es suficiente la irrigación de los tubos vaporizadores en el extremo superior para evitar una precipitación de partes componentes de resina precedente de líquido no-vaporizado.-

Según la forma de realización preferida del procedimiento según invención el nivel aparente del anhídrido ftálico bruto es ajustado en los tubos del vaporizador con circulación natural al 45

374510 - 5 -



125 hasta 75% de la longitud del tubo vaporizador. Mantenido este nivel, es evitado el encostrado de los tubos vaporizadores producido por una exagerada concentración por evaporación y conseguida una -- circulación suficiente de liquido.-

130 Convenientemente el anhídrido ftálico bruto es vaporizado durante su paso por los tubos vaporizadores hasta tal extremo que la fase líquida que sale de los mismos, contiene el 60 hasta 80% en peso de anhídrido ftálico y de anhídrido trimelítico, estribando el contenido de anhídrido ftálico preferentemente entre el 30 y 60% en peso. Manteniéndose esta concentración, se presenta una buena garantía de que sean evitadas las precipitaciones sobre las superficies de caldeo, resultando un servicio de larga duración.-

135 Preferentemente el vaporizador es llevado con una relación de circulación de 5 hasta 40 veces mayor, es decir, que la cantidad en peso del anhídrido ftálico líquido que retorna desde el vaporizador al pozo en la columna, es 5 hasta 40 veces mayor que la cantidad en peso de anhídrido ftálico vaporizada en un único paso por el vaporizador. La velocidad circulatoria de la fase líquida puede ser regulada mediante un órgano estrangulador dispuesto en los tubos de enlace entre vaporizador y pozo de la columna. De este modo puede ajustarse simultáneamente el nivel aparente necesario para una completa irrigación, pudiendo ajustarse el nivel aparente en un tanto mayor cuanto más reducido sea el contenido de anhídrido ftálico y anhídrido trimelítico en el líquido que sale de los tubos del vaporizador.-

150 El anhídrido ftálico bruto es vaporizado convenientemente en un vaporizador con una relación de longitud de tubo vaporizador : diámetro interior del último entre 30 y 80. La longitud del tubo vaporizador es convenientemente de 1,5 hasta 4m, mientras que el diámetro interior de dicho tubo estriba entre 25 y 40 m/m.-

155 Según una forma de realización especial de la invención - el anhídrido ftálico bruto es vaporizado en un vaporizador con una relación de longitud del tubo vaporizador : diámetro interior de dicho tubo entre 80 y 150, siendo mantenida la circulación entre pozo de la columna y el vaporizador mediante una bomba dispuesta en -

el tubo de retorno. En esta forma de realización la intensidad de la circulación puede ser aumentada hasta más del valor alcanzable con la circulación natural. Gracias a la circulación aumentada es posible emplear vaporizadores de mayor pérdida de presión y mayor intensidad térmica, sin que se formen precipitaciones en el extremo de salida de los tubos vaporizadores.-

Ejemplo

En la fig. está ilustrada una instalación destiladora de dos etapas. El producto bruto procedente de la oxidación de o-xilol es suministrado en (1) a una columna de vacío (2) que está dotada de 15 pisos teóricos y lleva un condensador (3). El pozo (6) de la columna (2) comunica con un vaporizador, (7) constituido por un haz de tubos, a través de un tubo de derrame (10) y un tubo de retorno (9). La columna está acoplada a una instalación de vacío a través del conducto (4) y sometida a una reducida depresión. A través del conducto (1) se transportan a la columna 278,4 partes en peso /hora de producto bruto, que contiene aún 0,6% en peso de impurezas más fácilmente volátiles y 0,4% en peso de sustancias de mayor grado de ebullición. Mediante el caldeo del vaporizador (7) con un aceite portador de calor el anhídrido ftálico llega a la ebullición en los tubos vaporizadores, por lo que se produce una circulación natural del anhídrido ftálico entre el paso (6) de la columna y vaporizador (7). El vaporizador (7) es llevado con un nivel aparente del líquido de $h = 70\%$ y una relación de circulación de $8 : 1$. En (5) son extraídas 2,9 partes en peso por hora de cabeza, el resto del condensador es devuelto como retorno a la columna (2).-

Del ciclo vaporizador de la columna (1) son extraídas 275,5 partes en peso /hora de anhídrido ftálico liberado de productos fácilmente volátiles y llevadas a un depósito intermedio (8), siendo bombeada desde allí mediante la bomba (21) a través del conducto (11) a una segunda columna de vacío (12). La columna (12) lleva un condensador (13) y es mantenida mediante el conducto de vacío (18) a una presión de aproximadamente 60 torr. La columna (12) está dotada igualmente de un vaporizador de circulación natural (17) que comunica a través de un conducto de retorno (16) y un conducto de de-

374510 - 7 -



rrame (15) con el pozo (14) de la columna (12). El vaporizador de -
circulación natural (17) es llevado con un nivel aparente de $H = 70\%$
195 y una relación de circulación de 12 : 1. En (19) se extraen 224,5 -
partes de peso /hora.-

De la circulación del vaporizador (17) se extrae en (20)
una parte en peso /h de residuo que consta del 50% en peso de anhí-
drido ftálico, 10% en peso de anhídrido trimelítico y 40% en peso -
200 de componentes de mayor grado de ebullición.-

Después de un servicio de 10 semanas el vaporizador (17)
fué cambiado con el fin de averiguar, si en el extremo de salida de
los tubos vaporizadores se habían formado encostrados. En la revi-
sión no fueron averiguadas precipitaciones algunas,. Después de una
205 duración de servicio de 6 meses no se notaba reducción alguna en la
intensidad de caldeo del vaporizador. El volumen de producción de --
anhídrido ftálico, referido a la admisión a la segunda etapa de des-
tilación, era aproximadamente de 99,6% en peso, mientras que en la
aplicación de un vaporizador de estratos finos el volumen de produc-
210 ción obtenido era de 98,5% en peso aproximadamente.-

Descrita suficientemente la naturaleza y alcance de la --
presente INVENCION, se hace constar que en la misma podrán ser va--
riables los materiales, dimensiones y engeneral aquellos otros de--
talles accesorios o secundarijs que no alteren, cambien ni modifi--
215 quen la esencialidad propuesta.-

Los terminos en que queda redactada esta MEMORIA son cier-
tos y fiel reflejo del objeto descrito, debiendose interpretar en -
un sentido más amplio y nunca en forma limitativa.-

REIVINDICACIONES

220 Se reivindica como de la propia y nueva invención la propiedad y --
explotación exclusiva de:

1ª.--Procedimiento para la Vaporización de anhídrido ftálico, produ-
cido por oxidación de o-xilol y procedente del pozo de una columna
de destilación de marcha continua, en especial en una instalación -
225 con varias columnas acopladas sucesivamente, caracterizados porque
el anhídrido ftálico bruto es vaporizado en un vaporizador, conecta-
do mediante circulación natural con el pozo de la columna, hasta un



- residuo que sale por el extremo superior de los vaporizadores y tiene, al menos, 50% en peso de anhídrido ftálico y anhídrido trimelítico, siendo ajustado su nivel aparente en los tubos vaporizados al 30 hasta 100% de la longitud del tubo vaporizador.-
- 230 2ª.- Procedimiento para la vaporización de anhídrido ftálico, según reivindicación 1ª, caracterizado porque el nivel aparente del anhídrido ftálico bruto es ajustado en los tubos al 45% hasta el 75% de
- 235 toda la longitud del tubo.-
- 3ª.- Procedimiento para la vaporización de anhídrido ftálico, según reivindicaciones 1ª o 2ª, caracterizado porque el anhídrido ftálico bruto es vaporizado durante el paso a través de los tubos vaporizadores hasta tal extremo que la fase líquida que sale de los tubos -
- 240 contiene el 60 hasta 80% en peso de anhídrido ftálico y anhídrido trimelítico.-
- 4ª.- Procedimiento para la vaporización de anhídrido ftálico, según reivindicaciones 1ª hasta 3ª, caracterizado porque el producto bruto es vaporizado durante su paso por los tubos vaporizadores hasta
- 245 obtener un contenido del 30 hasta 60% en peso de anhídrido ftálico.
- 5ª.- Procedimiento para la vaporización de anhídrido ftálico, según una de las reivindicaciones 1ª hasta 4ª, caracterizado porque el vaporizador es llevado con una relación de circulación 5 hasta 40 veces mayor.-
- 250 6ª.- Procedimiento para la vaporización de anhídrido ftálico, según una de las reivindicaciones 1ª hasta 5ª, caracterizado porque la velocidad circulatoria es ajustada por un órgano estrangulador dispuesto en los tubos de enlace entre vaporizador y pozo de la columna.--
- 7ª.- Procedimiento para la vaporización de anhídrido ftálico, según
- 255 una de las reivindicaciones 1ª hasta 6ª, caracterizado porque el anhídrido ftálico es vaporizado en un vaporizador con una relación de longitud del tubo vaporizador : diámetro interior de dicho tubo entre 30 y 80.-
- 8ª.- Procedimiento para la vaporización de anhídrido ftálico, según
- 260 una de las reivindicaciones 1ª hasta 6ª, caracterizado porque el anhídrido ftálico es vaporizado en un vaporizador con una relación de longitud del tubo vaporizador : diámetro interior del mismo en--

374540 - 9 -

12 DIC 1969



tre 80 y 150, siendo mantenida la circulación entre pozo de la columna y vaporizador por una bomba dispuesta en el tubo de retorno. --
9a.- " PROCEDIMIENTO PARA LA VAPORIZACION DE ANHIDRIDO FTÁLICO."

Consta la presente memoria descriptiva de nueve hojas numeradas y mecanografiadas por una sola cara a las que se les acompañan un plano para su mejor comprensión.-

Madrid, 12 DIC. 1969

RODOLFO DE LA TORRE
P. P.

José Pérez Cellado



37-1-69

Figura 1

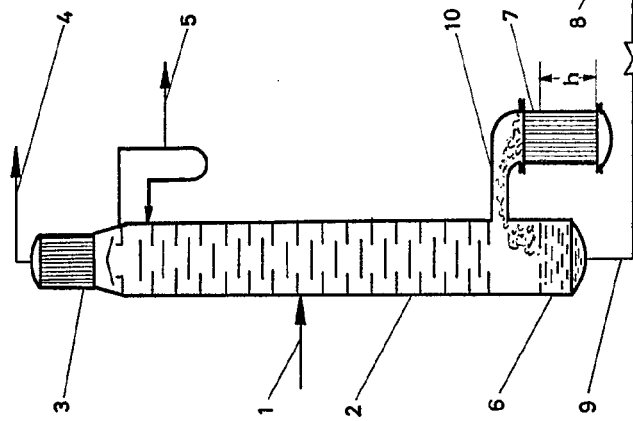
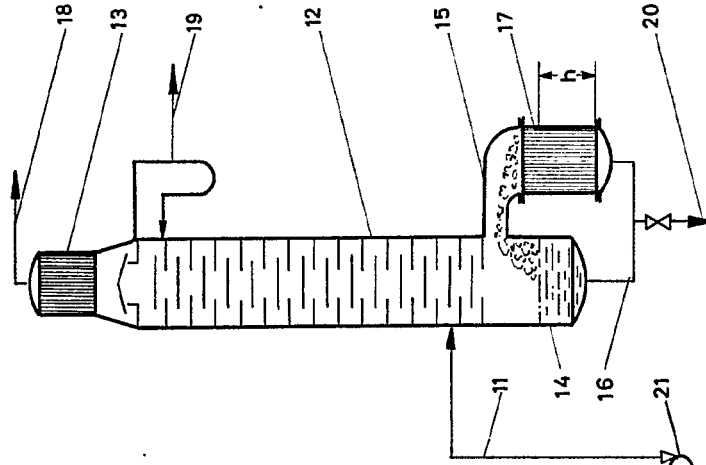


Figura 2



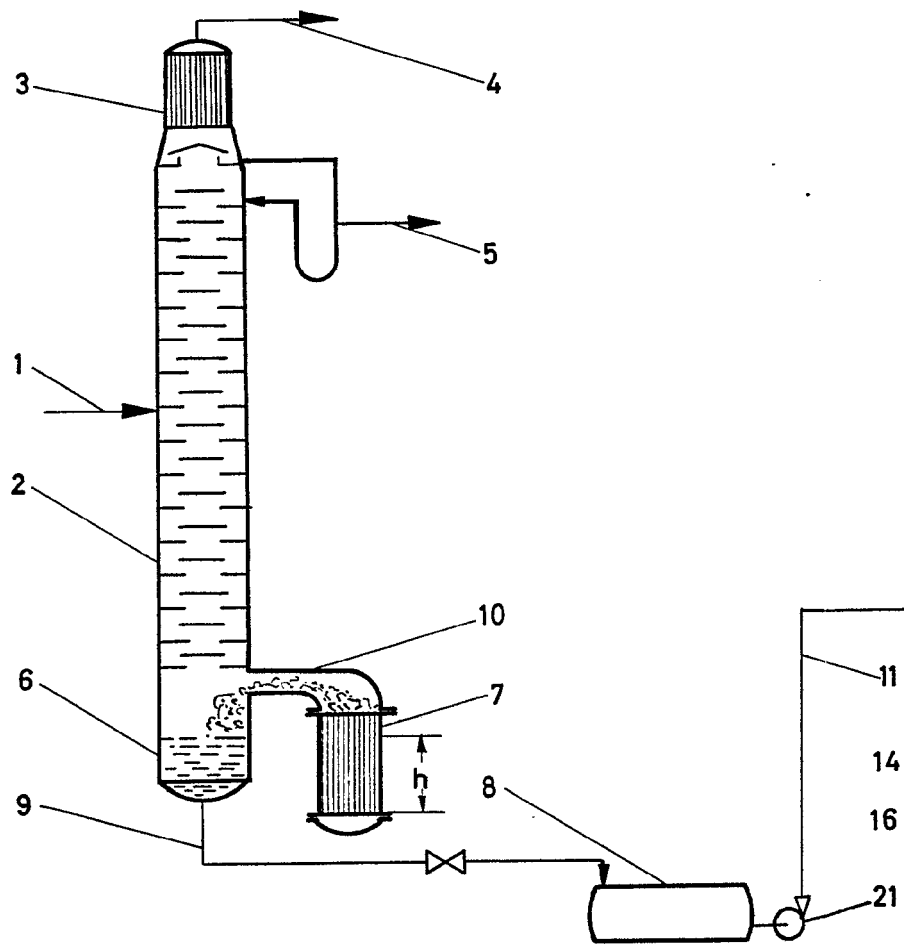
12 DIC. 1969

RODOLFO DE LA TORRE
P. P.

Escala: Variable

José Pérez Colledo

Figura 1

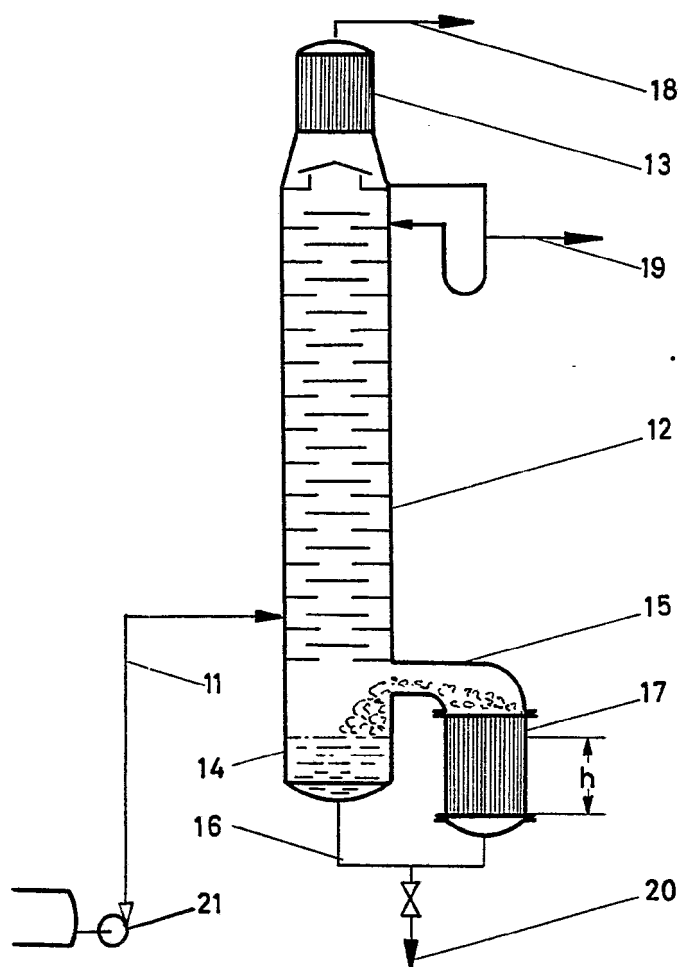


Escala: Variable



374590

Figura 2



12 DIC. 1969

RODOLFO DE LA TORRE
P. P.

José Pérez Collado

riable