

42 1652

30 ENE. 1974

P.- 56.203

Bel/Case 266

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA

por VEINTE años

A nombre de PERSTORP AB

entidad sueca

establecida en Fack, S-284 00 PERSTORP, Suecia

por: "PROCEDIMIENTO CONTINUO PARA LA PRODUCCION DE
PRODUCTOS QUIMICOS"

(Clase Internacional 008f)

La presente invención se refiere a un procedimiento continuo para producir productos químicos, y un dispositivo destinado a ser usado en dicho procedimiento.

5 El procedimiento es adecuado para producir muchas clases diferentes de productos químicos. Es muy útil para producir resinas termoendurecibles tales como resina fenólica, resina de urea, resina de melamina, resinas de poliéster o similares. Sin embargo, se puede usar también para producir termoplásticos tales como poli(acetato de vinilo); ácidos y ésteres orgánicos e inorgánicos; alcoholes polivalentes tales como pentaeritrita y trimetilolpropano, etc.

10 Están descritos en la bibliografía varios procedimientos diferentes para producir continuamente resinas tales como resinas fenólicas. Por regla general, la reacción se efectúa en muchas etapas en diferentes recipientes de reacción conectados uno tras otro. Tal procedimiento típico se muestra en la patente alemana 973.691.

15 Los procedimientos conocidos son muy complicados, y requieren aparatos y medios de regulación caros.

25 Por tanto, la resina fenólica se produce

5 en el comercio principalmente por una reacción dis-
continua. Sin embargo, también dicho procedimiento
padece de muchas desventajas. Por ejemplo, a menudo
se usan tandas que ascienden a 50 toneladas. Enton-
ces se requiere gran capacidad de enfriamiento para
evitar una reacción demasiado violenta. Esto es muy
costoso. Además, es difícil acabar la reacción en el
punto correcto cuando se manipula una cantidad tan
grande. Por tanto, puede suceder que no tenga éxito
10 una tanda entera, lo que, por supuesto, significa
grandes pérdidas económicas.

Según la presente invención se han evita-
do las desventajas de los procedimientos antes cono-
cidos mencionados anteriormente. Así, se ha desarro-
15 llado un procedimiento continuo para producir produc-
tos químicos. El procedimiento se caracteriza porque
los componentes de la reacción son cargados continua-
mente por un extremo de un recipiente de reacción pro-
visto de paredes de separación principalmente vertica-
20 les. Una sí y otra no de las paredes de separación se
disponen de tal manera que quede paso libre entre su
borde inferior y el fondo del recipiente de reacción,
y otra sí y otra no de las paredes de separación se
25 disponen de tal manera que quede paso libre entre su
borde superior y la parte superior del recipiente de

reacción. Entonces se provoca una reacción por etapas forzando a que la mezcla de reacción en estado líquido pase por el recipiente de reacción con una trayectoria en forma de onda, con ayuda de las paredes de separación. Finalmente, la mezcla de reacción es retirada por el extremo opuesto del recipiente de reacción, una vez completada la reacción.

El procedimiento según la invención es muy de fiar y económico, ya que se puede usar un solo recipiente de reacción. Sin embargo, el recipiente puede ser dividido en dos o más unidades, si ello fuese preferible en algún caso. Las correcciones del curso de la reacción son también fáciles de realizar, ya que solo se manipulan al mismo tiempo relativamente pequeñas mezclas de reacción.

Las paredes de separación verticales del recipiente de reacción, que están cubriendo toda la anchura del recipiente, tienen muchas funciones importantes. Sobre todo fuerzan a la mezcla de reacción para que pase en curso en forma de onda por el recipiente de reacción, como se ha mencionado antes. Entonces se obtiene una mezcla eficaz de los componentes de reacción y catalizadores. El efecto de mezcla se puede perfeccionar más de diferentes maneras. Por ejemplo, el recipiente de reacción se puede hacer más

ancho en la parte superior que en la inferior, con lo que la mezcla de reacción será comprimida en un paso pequeño en una sí y otra no de las paredes de separación, y pasará por un espacio más ancho en otra sí y otra no de las paredes de separación. El borde inferior y superior, respectivamente, de las paredes de separación puede estar dentado de diferentes maneras, de manera que la mezcla de reacción sea dividida en corrientes parciales. Desde luego, también se pueden disponer agitadores usuales en el recipiente de reacción, en número adecuado. Esto puede ser preferible, por ejemplo, en una o más de las zonas del recipiente de reacción en las que se carguen los componentes de reacción, catalizadores o agente modificador.

Las paredes de separación impiden también el mezclado de retroceso entre las diferentes zonas del recipiente de reacción. Esto es muy importante para obtener la reacción por etapas y un producto final uniforme.

El número de paredes de separación en el recipiente de reacción puede variar entre caso y caso, dependiendo entre otras cosas del tamaño del recipiente de reacción y del tipo de resina producida.

A veces es adecuado que las paredes de

separación de una sección media más caliente del
recipiente de reacción que están dispuestas de
tal manera que quede un paso libre para la mezcla
de reacción entre su borde inferior y el fondo del
recipiente, estén algo acortadas en la parte supe-
rior, de manera que quede un paso libre, solo para
productos gaseosos, entre su borde superior y la
parte superior del recipiente. Así se puede obtener
un equilibrio de presiones. Así se contrarresta el
aumento de presión que se puede originar en la sec-
ción media, más caliente, del recipiente de reacción,
debido al calor de reacción. Ciertamente, por el paso
que está situado entre el fondo del recipiente de reac-
ción y el borde inferior de una sí y otra no de las
paredes de separación puede tener lugar una reducción
de una posible presión excesiva. Sin embargo, tal ma-
nera de reducir la presión no es deseable, ya que el
caudal en el recipiente de reacción puede aumentar de
manera incontrolable.

En la modificación mencionada del reci-
piente de reacción es importante que solo las pare-
des de separación que están situadas en la sección
media, más caliente, del recipiente de reacción, y
que están dispuestas de tal manera que quede un pa-
so libre para la mezcla de reacción entre su borde

inferior y el fondo del recipiente, estén acortadas en la parte superior de la manera antes mencionada. En la primera sección de reacción previa del recipiente de reacción hay concretamente una
5 cierta cantidad de materiales de partida en estado gaseoso. Si hubiese el correspondiente paso de productos gaseosos entre la sección de reacción previa y las demás secciones del recipiente de reacción, habría un riesgo de flujo incontrolable de material
10 en el recipiente de reacción, y también un riesgo de calidad desigual en el producto final. Además, aparecerían dificultades para regular la temperatura en las diferentes secciones del recipiente de -reacción. Por tanto, no hay tal paso de productos
15 gaseosos entre la sección de reacción media, más caliente, y la última sección, la sección de reacción posterior, tampoco.

Además, el riesgo de formación de gran presión excesiva en las relativamente frías seccio-
20 nes de reacción previa y reacción posterior del recipiente de reacción es muy pequeño.

En el recipiente de reacción modificado descrito es necesario que las paredes de separación de la sección media, más caliente, del recipiente
25 de reacción que están dispuestas de tal manera que

5 quede paso libre para la mezcla de reacción entre
 su borde inferior y el fondo del recipiente estén
 acortadas en la parte superior, de tal manera que
 la distancia entre el borde superior de las pare-
 des y la parte superior del recipiente sea menos
 que la distancia entre la parte superior del reci-
 piente y el borde superior de las paredes de sepa-
 ración que están dispuestas de tal manera que que-
 de paso libre para la mezcla líquida de reacción en
10 tre su borde superior y la parte superior del reci-
 piente. Desde luego, si ello no es así, la mezcla
 de reacción no pasará por el recipiente de reacción
 en trayectoria con forma de onda. Entonces el proce-
 dimiento no funcionará.

15 Si los componentes gaseosos que se des-
 prenden de la sección media más caliente del reci-
 piente de reacción son recirculados al recipiente de
 reacción tras una condensación previa, el contenido
 de sólidos en la resina obtenida dependerá principal-
20 mente de la cantidad de catalizador cargado, de la
 proporción molar entre los componentes de reacción
 cargados, del tiempo de reacción y de la temperatu-
 ra. Es deseable tener un tiempo de reacción corto.
 Usualmente también es deseable obtener un conteni-
25 do de sólidos relativamente alto, ya que éste deci-

de normalmente la capacidad y la economía en el subsiguiente uso de la resina, por ejemplo en la impregnación de materiales de papel. Tal aumento deseado del contenido de sólidos en el producto final solo puede ser provocado en magnitud limitada con la recirculación de los componentes gaseosos desprendidos al recipiente de reacción.

Por eliminación continua del sistema de los componentes gaseosos desprendidos, con ayuda de una bomba de vacío conectada sobre un receptor y un condensador a la sección media, más caliente, del recipiente de reacción modificado antes descrito, se puede aumentar el contenido de sólidos de la resina. Al mismo tiempo se añade aire al recipiente de reacción con ayuda de válvulas de regulación dispuestas en la parte superior del recipiente de reacción, en la sección media del recipiente.

Usualmente, el calor exotérmico es lo suficientemente grande para evaporar una cantidad deseada de productos gaseosos de la sección más caliente del recipiente de reacción. Sin embargo, si es deseable, se puede añadir calor adicional a la sección media del recipiente de reacción, por ejemplo mediante un serpentín de calentamiento inserta

do en dicha sección.

Las válvulas de regulación de la parte superior del recipiente de reacción tienen el efecto de que el nivel de líquido en la sección de reacción media no está influido materialmente por la aspiración de la bomba de vacío. Concretamente, con ayuda de las válvulas de regulación se puede obtener en el recipiente de reacción una presión que, por ejemplo, solo sea aproximadamente 3 mm Hg menor que la presión atmosférica. Sin estas válvulas el nivel de líquido en dicha sección del recipiente aumentaría de manera que se alteraría el flujo por el recipiente.

En el procedimiento según la invención, los componentes de reacción son precalentados adecuadamente a una temperatura de aproximadamente 40-80°C antes de ser cargados en el recipiente de reacción. El precalentamiento se puede realizar de diferentes maneras. Por ejemplo, se puede usar vapor de agua al empezar el procedimiento.

Usualmente se hace que se complete el calentamiento en la primera zona del recipiente de reacción. Para tal fin, el recipiente de reacción puede estar provisto de una camisa de calentamiento en su fondo y paredes laterales. También se pue

den insertar serpentines de calentamiento en el recipiente de reacción.

5 Es preferible que una parte del catalizador se añada en la primera zona del recipiente de reacción, mientras que el resto del catalizador se añade en una o más de las zonas siguientes. En la producción de resina fenólica el catalizador puede consistir, por ejemplo, en hidróxido sódico, hidróxido potásico o amoníaco.

10 En ciertos casos, tal como la producción de resina de urea, puede ser preferible añadir una parte de los componentes de reacción en la primera zona, mientras que el resto se añade en una o más de las zonas siguientes.

15 Si se desea, se puede añadir un agente modificador, tal como una solución de sal de lignina o una solución de colofonia, a la mezcla de reacción, en cualquiera de las absolutamente últimas zonas del recipiente de reacción.

20 Como norma, es necesario enfriar la mezcla de reacción en las últimas zonas del recipiente de reacción, ya que la reacción es muy exotérmica. Esto se puede efectuar, por ejemplo, con ayuda de una camisa de enfriamiento en el fondo y paredes laterales del recipiente de reacción, o mediante serpenti-

25

nes de enfriamiento insertados.

A menudo es adecuado enfriar la resina producida con ayuda de un enfriador independiente, conectado directamente tras el recipiente de reacción.

La invención se explicará además en relación con los ejemplos de realizaciones que siguen, y las tres figuras adjuntas. Las figuras muestran una sección vista desde el costado de dispositivos adecuados según la invención. Así, la Fig. 1 se refiere a un dispositivo designado en general según la invención. El dispositivo según la Fig. 2 corresponde principalmente al dispositivo según la Fig. 1. Sin embargo, ha sido modificado algo por inclusión de medios para dar un equilibrio de presión en la sección media, más caliente, del recipiente de reacción. Principalmente, el dispositivo según la Fig. 3 corresponde al dispositivo según la Fig. 2. Sin embargo, además de los medios mencionados para obtener un equilibrio de presión, también comprende medios para producir una resina que tenga un contenido de sólidos relativamente alto.

Al trabajar con la invención con ayuda de un dispositivo según la Fig. 1, los componentes de reacción, que en la producción de resina fenólica pueden

consistir en fenol y formalina, son cargados continuamente desde un depósito 1 de almacenamiento por un conducto 2, un precalentador 3 y un conducto 4, a un recipiente 5 de reacción.

5 Al empezar el procedimiento, el precalentador 3 es calentado mediante vapor de agua que se introduce por un conducto 6 y se retira como condensado por un conducto 7. Cuando se ha iniciado el procedimiento se cierran las válvulas para suministro de vapor de agua y retirada de condensado, en 10 los conductos 6 y 7 respectivamente. Luego se efectúa el precalentamiento con ayuda de vapor que se genera en la sección más caliente del recipiente 5 de reacción y se transporta por un conducto 8 al 15 precalentador 3. El condensado, que está conteniendo una cierta proporción de los componentes de reacción, es recirculado al recipiente 5 de reacción por un conducto 9.

20 Un catalizador, que en la producción de resina fenólica puede consistir en hidróxido sódico, por ejemplo, es cargado continuamente desde un depósito 10 al recipiente 5 de reacción. Una parte de la adición del catalizador es alimentada por un conducto 11, mientras que otra parte es transportada por un 25 conducto 12.

En una primera zona 13 del recipiente
5 de reacción, la mezcla de reacción es calenta-
da adicionalmente con ayuda de una camisa de ca-
lentamiento, serpentín de calentamiento o similar,
no representados. Luego se fuerza a que la mezcla
de reacción pase entre el borde inferior de una
primera pared 14 de separación del recipiente de
reacción, y el fondo del recipiente. Luego la mez-
cla de reacción pasa entre el borde superior de la
10 siguiente pared 15 de separación y la parte supe-
rior del recipiente de reacción, y luego, de la mis-
ma manera, por las siguientes zonas 16, 17, 18 y
22. La zona 13 constituye una sección de reacción
previa, mientras que las zonas 16, 17 y 18, desde
15 la pared 14 de separación hasta una última pared
21 de separación, constituyen una sección de reac-
ción media más caliente. La restante zona 22 cons-
tituye una sección de reacción posterior.

Para evitar una reacción demasiado vio-
lenta, la mezcla de reacción es enfriada en las úl-
20 timas zonas del recipiente de reacción, mediante una
camisa de enfriamiento, serpentín de enfriamiento,
etc, no representados.

La resina que ha reaccionado completa-
25 mente se retira del recipiente de reacción por un

conducto 19, y es transportada por un enfriador 20 a un depósito que no se muestra.

5 Como se ha mencionado antes, el dispositivo según la Fig. 2 corresponde principalmente al dispositivo según la Fig. 1. Las designaciones de referencia en la Fig. 2 se refieren a los mismos detalles que los que se muestran en la Fig. 1. Sin embargo, dos paredes 23 y 24 de separación de la sección de reacción media, que están dispuestas de tal manera que quede paso libre para la mezcla de reacción entre el borde inferior de las mismas y el fondo del recipiente, están acortadas algo en la parte superior, de manera que queda un paso libre, 25 y 26 respectivamente, solo para productos gaseosos, entre el borde superior de las mismas y la parte superior del recipiente. Así se puede obtener un equilibrio de presión en la sección de reacción media más caliente. La producción de la resina se efectúa de la misma manera antes descrita en relación con la Fig. 1.

10

15

20

En la producción de una resina que tenga un contenido de sólidos relativamente alto, según la invención, se usa un dispositivo que se muestra en la Fig. 3. Dicho dispositivo corresponde principalmente al dispositivo según la Fig. 2. Las designaciones de referencia en la Fig. 3 se refieren a los mismos detalles que los que se muestran en la Fig. 2.

25

naciones de referencia en la Fig. 3 se refieren a los mismos detalles que se muestran en las Figs. 1 y 2. La producción de la resina con ayuda del dispositivo según la Fig. 3 se efectúa de la misma manera descrita en relación con las Figs. 1 y 2. Sin embargo, los componentes gaseosos que se desprenden por el conducto 8 no son conducidos al precalentador 3 y luego de nuevo al recipiente de reacción. En vez de ello son retirados continuamente del sistema con ayuda de una bomba de vacío que no se muestra. Los gases pasan a un condensador 27. El condensado obtenido es recogido en un receptor 28. Luego se puede tratar el condensado adicionalmente de manera conocida.

Dos válvulas 29 y 30 reguladoras para el suministro de aire están dispuestas en la parte superior de la sección media del recipiente de reacción. El aire absorbido al interior es barrido junto con los componentes gaseosos de la sección media del recipiente de reacción, saliendo por el conducto 8, condensador 27 y receptor 28. Los gases que no han sido condensados están pasando por la bomba de vacío. Si es necesario, pueden ser purificados en un filtro antes de dejarles salir al aire libre.

La resina que tiene el alto contenido

de sólidos es retirada por el conducto 19 y enfriador 20, de la misma manera que los dispositivos según las Figs. 1 y 2. Como en este caso se quiere obtener una gran evaporación de los componentes gaseosos, por regla general no tiene lugar enfriamiento en la sección media, más caliente, del recipiente de reacción. Se puede provocar un enfriamiento solo en la sección 22 de reacción posterior.

5

10

EJEMPLO 1

Una mezcla de 45 partes en peso de fenol y 55 partes en peso de formalina al 46 por ciento (proporción molar fenol/formaldehído 1:1,76), que tenía una temperatura de 47°C, fué cargada continuamente, por minuto, en la zona 13 de un dispositivo según la Fig. 1. La cantidad en volumen de los componentes de reacción cargados por hora correspondía a 2,4 veces el volumen de reacción. Al mismo tiempo se cargaron, por minuto, 0,75 partes en peso de NaOH al 20 por ciento, como catalizador, en la zona 13. La mezcla de reacción fué agitada en la zona 13 mientras se precalentaba a 80°C. Luego continuó la reacción en la zona 16. Por el conducto 12 se cargaron, por minuto, 3,0 partes en peso de NaOH al 20 por ciento. Tras reacción a 100-103°C en las

15

20

25

zonas 17 y 18, la solución de resina formada fué enfriada a 40°C en el enfriador 20. La resina obtenida tenía las siguientes propiedades:

	Viscosidad a 25°C	260 cr
5	pH a 25°C	9,0
	Tolerancia al agua, ml H ₂ O/ml de solución de resina	3,3
	Contenido de sólidos tras 3 horas a 135°C	61,2%
10	Tiempo de gelificación a 135°C	415 segundos

EJEMPLO 2

Una mezcla de 50 partes en peso de fenol y 50 partes en peso de formalina al 46 por ciento (proporción molar fenol/formaldehído 1:1,44), que tenía una temperatura de 47°C, fué cargada continuamente, por minuto, a la zona 13 de un dispositivo según la Fig. 1. La cantidad en volumen de los componentes de reacción cargados por hora corresponde a 3 veces el volumen de reacción. Al mismo tiempo se cargaron, por minuto, 0,75 partes en peso de NaOH al 20 por ciento, como catalizador, en la zona 13. La mezcla de reacción fué agitada en la zona 13 mientras se precalentaba a 56°C. Luego continuó la reacción en la zona 16. En la zona 17 se car

5 garon, por minuto, 3,0 partes en peso de NaOH al 20 por ciento. Tras reacción a 102-103°C en las zonas 17 y 18, la solución de resina formada fué enfriada a 40°C en el enfriador 20. La resina obtenida tenía las siguientes propiedades:

	Viscosidad a 25°C	26 cP
	pH a 25°C	8,7
	Tolerancia al agua, ml H ₂ O/ml de solución de resina	aprox. 13
10	Contenido de sólidos tras 3 horas a 135°C	52,9%
	Tiempo de gelificación a 135°C	560 segundos

EJEMPLO 3

15 Una mezcla de 50 partes en peso de fenol y 50 partes en peso de formalina al 50 por ciento (proporción molar fenol/formaldehído 1:1,57), que tenía una temperatura de 51°C, fué cargada continuamente, por minuto en la zona 13 de un dispositivo según la Fig. 1. La cantidad en volumen de los componentes de reacción cargados por hora correspondía a 2,1 veces el volumen de reacción. Al mismo tiempo se cargaron, por minuto, 3,0 partes en peso de NaOH al 17 por ciento, como catalizador, en la zona 13. La mezcla de reacción fué agitada en la zona 13 mientras

20

25

era precalentada a 67-70°C. Tras reacción continua da a 103-104°C en las zonas 16 y 17, la solución de resina formada fué enfriada a 40°C en el enfriador 20. La resina obtenida tenía las siguientes propiedades:

5

Viscosidad a 25°C	85 cP
pH a 25°C	8,9
Tolerancia al agua, ml H ₂ O/ml de solución de resina	2,2
10 Contenido de sólidos tras 3 horas a 135°C	56,8%
Tiempo de gelificación a 135°C	490 segundos

EJEMPLO 4

15

189 partes en peso de un concentrado de urea-formaldehído que contenía 50,8 por ciento en peso de formaldehído, 20,7 por ciento en peso de urea, y el resto de agua, fueron cargadas continuamente, por minuto, en la zona 13 de un dispositivo según la Fig. 1. Al mismo tiempo se cargaron 52 partes en peso de urea, por minuto, en la zona 13, a partir de un dispositivo de dosificación de urea. La mezcla de reacción fué agitada en la zona 13 mientras era precalentada a 85-88°C. Luego se disolvió la urea. Se cargaron, por minuto, 0,4 partes en pe-

20

25

so de ácido fórmico al 10 por ciento en la zona 16, para ajustar el pH a 5,9-6,2. La reacción continuó a 90-94°C en las zonas 16, 17 y 18. Se cargaron continuamente en la zona 18, por minuto, 1 parte en peso de NaOH al 8 por ciento y 75 partes en peso de una solución acuosa de urea al 60 por ciento. La solución de resina fué enfriada a 80-85°C en la absolutamente última zona del recipiente de reacción, y luego se enfrió a 35-40°C en el enfriador 20. La cantidad en volumen de los componentes de reacción cargados por hora correspondió a 1,8 veces el volumen de reacción. La resina obtenida tenía las siguientes propiedades:

	Peso específico a 25°C	1,272 g/cm ³
15	Viscosidad a 25°C	110 cP
	pH a 25°C	8,2
	Contenido de sólidos tras 2 horas a 120°C	62,9%
	Formaldehído libre, g/100 ml	1,2
20	Tiempo de gelificación a 100°C (tras adición de 0,85 por ciento en peso de cloruro amónico y 0,15 por ciento en peso de hexametilentetramina)	65 segundos
	Proporción molar urea/formaldehído	1:1,41

25 EJEMPLO 5

145 partes en peso de formalina que contenía 27 por ciento en peso de formaldehído fueron cargadas continuamente, por minuto, en la zona 13 de un dispositivo según la fig. 1. Al mismo tiempo se cargaron, por minuto, 89 partes en peso de melamina (proporción molar melamina/formaldehído 1:1,85) en la zona 13, desde un dispositivo de dosificación de melamina. Mientras se agitaba la mezcla de reacción, se cargaron también, por minuto, en la zona 13, 0,60 partes en peso de NaOH al 4 por ciento para ajustar el pH de la mezcla de reacción. En la zona 16 la mezcla pasó por un serpentín calentado con vapor de agua. Entonces aumentó a 90-93°C la temperatura en las zonas 17 y 18. La reacción continuó a dicha temperatura. La solución de resina formada fue enfriada a 30-40°C en el enfriador 20. La cantidad en volumen de los componentes de reacción cargados por hora correspondió a 1,3 veces el volumen de reacción. La resina obtenida tenía las siguientes propiedades:

Viscosidad a 25°C	33 cP
pH a 25°C	8,7
Tolerancia al agua, ml H ₂ O/ml de solución de resina	2,7
Contenido de sólidos tras 3 horas a 135°C	51,4%

EJEMPLO 6

174 partes en peso de un concentrado de urea-formaldehído que contenía 50,8 por ciento en peso de formaldehído, 20,7 por ciento en peso de urea, y el resto de agua, fueron cargadas continuamente, por minuto, en la zona 13 de un dispositivo según la Fig. 2. Al mismo tiempo se cargaban 48 partes en peso de urea, por minuto, en la zona 13, desde un dispositivo de dosificación de urea. La mezcla de reacción fué agitada en la zona 13 mientras se precalentaba a 48-51°C. Se cargaron, por minuto, en la zona 13, 0,4 partes en peso de ácido fórmico al 10 por ciento, para ajustar el pH a 5,9-6,2. La reacción continuó a 87-91°C en las zonas 16, 17 y 18. Se cargaron continuamente, por minuto, en la zona 18, 1 parte en peso de NaOH al 8 por ciento y 69 partes en peso de una solución acuosa de urea al 60 por ciento. La solución de resina formada fué enfriada a 35°C en el enfriador 20. La cantidad en volumen de los componentes de reacción cargados por hora correspondió a 1,6 veces el volumen de reacción. La resina obtenida tenía las siguientes propiedades:

25	Peso específico a 25°C	1,268 g/cm ³
	Viscosidad a 25°C	130 cP

	pH a 25°C	7,6
	Contenido de sólidos tras 2 horas a 120°C	62,6%
	Formaldehido libre, g/100 ml	1,3
5	Tiempo de gelificación a 100°C (tras adición de 0,85 por ciento en peso de cloruro amónico y 0,15 por ciento en peso de hexametil <u>e</u> n tetramina)	63 segundos
	Proporción molar urea/formaldehido	1:1,41

10

EJEMPLO 7

141 partes en peso de formalina que contenía 27 por ciento en peso de formaldehido fueron cargadas continuamente, por minuto, en la zona 13 de un dispositivo según la Fig. 2. Al mismo tiempo se cargaron, por minuto, 87 partes en peso de melamina (proporción molar melamina/formaldehido 1:1,83) en la zona 13, desde un dispositivo de dosificación de melamina. Mientras se agitaba la mezcla de reacción se cargaron también, por minuto, 0,56 partes en peso de NaOH al 4 por ciento, en la zona 13, para ajustar el pH de la mezcla de reacción. En la zona 16 la mezcla pasó por un serpentín calentado por vapor de agua. Entonces la temperatura de las zonas 17 y 18 aumentó a 90-93°C.

5 La reacción continuó a dicha temperatura. La solución de resina formada fué enfriada a 35°C en el enfriador 20. La cantidad en volumen de los componentes de reacción cargados por hora correspondió a 1,2 veces el volumen de reacción.

La resina obtenida tenía las siguientes propiedades:

	Viscosidad a 25°C	30 cP
	pH a 25°C	8,6
10	Tolerancia al agua, ml H ₂ O/ml de solución de resina	2,3
	Contenido de sólidos tras 3 horas a 135°C	50,8%

15 EJEMPLO 8

Una mezcla de 52 partes en peso de fenol y 48 partes en peso de formalina al 50 por ciento (proporción molar fenol/formaldehído 1:1,45), que tenía una temperatura de 40°C, fué cargada continuamente, por minuto, en la zona 13 de un dispositivo según la Fig. 3. La cantidad en volumen de los componentes de reacción cargados por hora correspondió a 1,34 veces el volumen de reacción. Al mismo tiempo se cargaron, por minuto, 0,8 partes en peso de NaOH al 20 por ciento, como catalizador, en la

20

25

zona 13. La mezcla de reacción fué agitada en la
 zona 13 mientras se precalentaba a 102°C. Se car-
 garon, por minuto, 3,1 partes en peso de NaOH al
 20 por ciento por el conducto 12. La reacción con-
 5 tinuó a 102-110°C en las zonas 16, 17 y 18, mien-
 tras al mismo tiempo una cantidad destilada de 24,8
 partes en peso era separada continuamente por des-
 tilación, por minuto, al receptor 28. En la desti-
 lación se usaron el calor exotérmico y el calor de
 10 un serpentín de calentamiento, no representado, in-
 sertado en el recipiente de reacción. En la zona 18
 se añadieron por minuto 2,7 partes en peso de NaOH
 al 20 por ciento. La solución de resina formada se
 enfrió a 40°C en el enfriador 20. La resina obteni-
 15 da tenía las siguientes propiedades:

	Peso específico a 25°C	1,252 g/cm ³
	Viscosidad a 25°C	950 cP
	pH	8,35
20	Contenido de sólidos tras 3 horas a 135°C	71,8%
	Tolerancia al agua, ml ₂ H O/ml de solución de resina	1,6
	Tiempo de gelificación a 135°C	500 segundos

La presente invención no está limitada a
 25 los ejemplos de realización que se muestran, ya que

estos pueden ser modificados de diferentes maneras dentro del ámbito de la invención.

5 La presente solicitud que corresponde a las presentadas en Suecia, el 21 de Diciembre de 1972, bajo el número 16770/72 y 8 de Noviembre de 1.973, Nº 7315133-4, se acogen a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

REIVINDICACIONES

15 Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

20

1ª.- Procedimiento continuo para la producción de productos químicos, caracterizado por que los componentes de reacción son cargados continuamente por un extremo de un recipiente de reacción provisto de paredes de separación principalmente verticales, estando dispuesta una sí y otra

25

no de las paredes de separación de tal manera que
quede paso libre entre su borde inferior y el fon-
do del recipiente de reacción, y estando dispues-
tas otra sí y otra no de las paredes de separación
5 de tal manera que quede paso libre entre su borde
superior y la parte superior del recipiente de reac-
ción, con lo que se provoca una reacción en etapas
forzando la mezcla de reacción en estado líquido pa-
ra que pase por el recipiente de reacción en una tra-
10 yectoria en forma de onda, con ayuda de las paredes
de separación, y finalmente se retira la mezcla de
reacción por el extremo opuesto del recipiente de
reacción, una vez completada la reacción.

2ª.- Procedimiento según la reivindica-
15 ción 1ª, caracterizado porque se refiere a la pro-
ducción de resina fenólica, resina de urea, resina
de melamina o similares.

3ª.- Procedimiento según las reivindica-
20 ciones 1ª ó 2ª, caracterizado porque los componen-
tes de reacción son precalentados a una temperatura
de aproximadamente 40-80°C antes de ser cargados en
el recipiente de reacción.

4ª.- Procedimiento según cualquiera de
25 las reivindicaciones 1ª-3ª, caracterizado porque al
menos una parte de un catalizador es añadida en la

primera zona del recipiente de reacción, mientras que opcionalmente el resto del catalizador es aña dido en una o más de las zonas siguientes.

5 5^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1^a-4^a, caracterizado porque al menos una parte de los componentes de reacción es añadida en la primera zona del recipiente de reacción, mientras que el resto se añade en una o más de las zonas siguientes.

10 6^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1^a-5^a, caracterizado porque se añade un agente modificador, por ejemplo una solución de sal de lignina o una solución de colofonia, en cualqquiera de las absolutamente últimas zonas del recipiente de reacción.

15 7^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1^a-6^a, caracterizado porque la mezcla de reacción es precalentada en las primeras zonas del recipiente de reacción, por ejemplo con ayuda de un serpentín de calentamiento insertado o una camisa de calentamiento en el fondo y en las paredes del recipiente de reacción.

20 8^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1^a-7^a, caracterizado porque la mezcla de reacción es enfriada en las últimas zonas

del recipiente de reacción, por ejemplo con ayuda de un serpentín de enfriamiento insertado o de una camisa de enfriamiento en el fondo y en las paredes del recipiente de reacción.

5 9ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª-8ª, caracterizado porque los componentes gaseosos desprendidos son retirados continuamente del sistema desde una sección media, más caliente, del recipiente de reacción, con ayuda de una bomba de vacío conectada sobre un receptor y un condensador al recipiente de reacción, donde se añade aire al recipiente de reacción al mismo tiempo, con ayuda de válvulas reguladoras dispuestas en la parte superior del recipiente de reacción, en la sección media del recipiente de reacción.

10

15

10ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª-9ª, caracterizado porque se consigue un equilibrio de presión en la sección más caliente del recipiente de reacción por acortamiento de algo de la parte superior de las paredes de separación en la sección central más caliente del recipiente de reacción, estando dichas paredes dispuestas de tal modo que se deja un paso libre para la mezcla de reacción entre su borde inferior y el fondo del recipiente con lo cual solamente se deja

20

25

un paso libre para los productos gaseosos entre su borde superior y la parte superior del recipiente.

5 11ª.- Procedimiento continuo para la producción de productos químicos.

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

10 Esta Memoria consta de treinta y una hojas escritas a máquina por una sola cara.

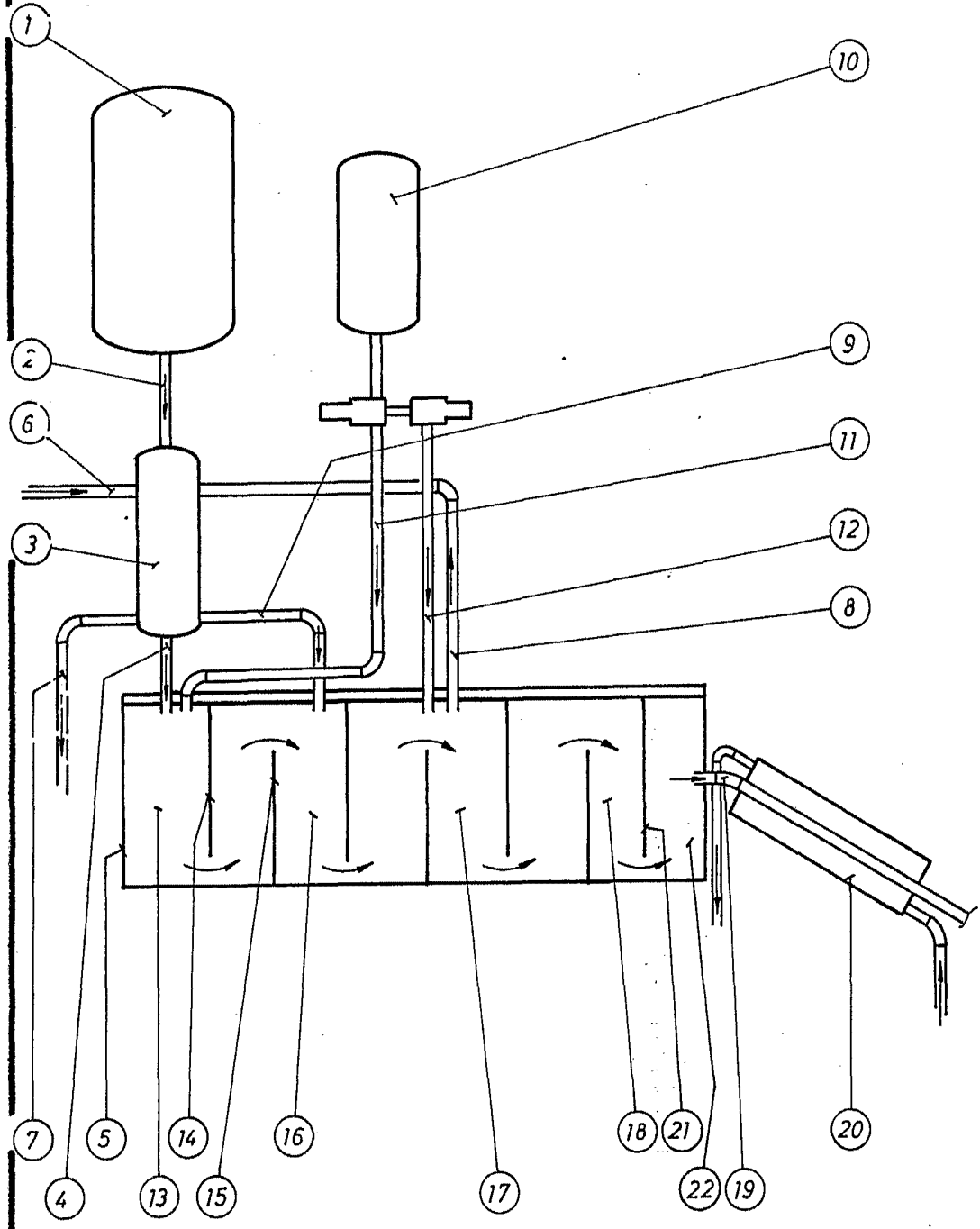
Madrid, 20 ABR. 1974

P.A.

ASISTENTE DE LA SECRETARÍA
POR FAVOR
[Firma]

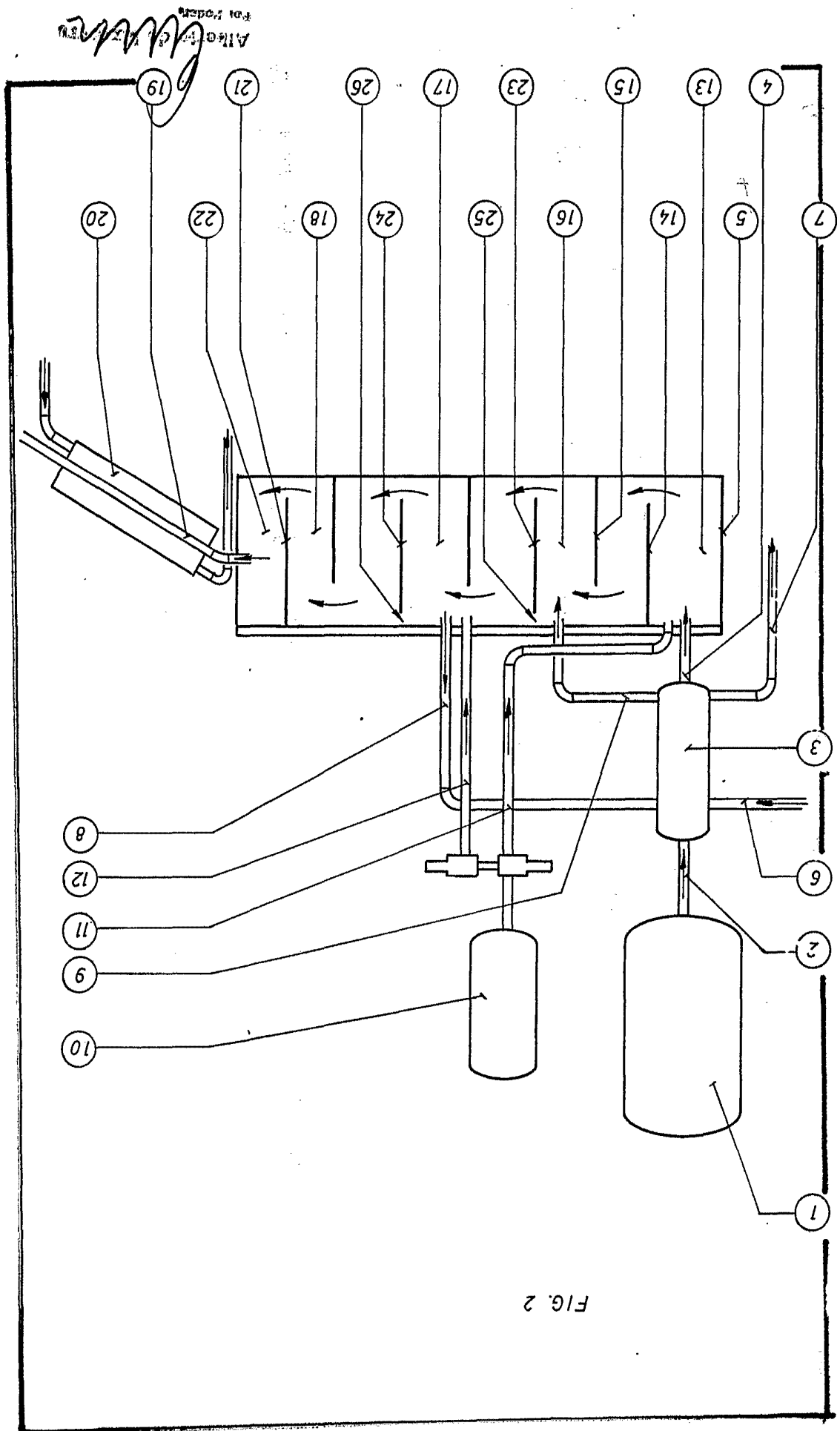
h2/612

Fig. 1



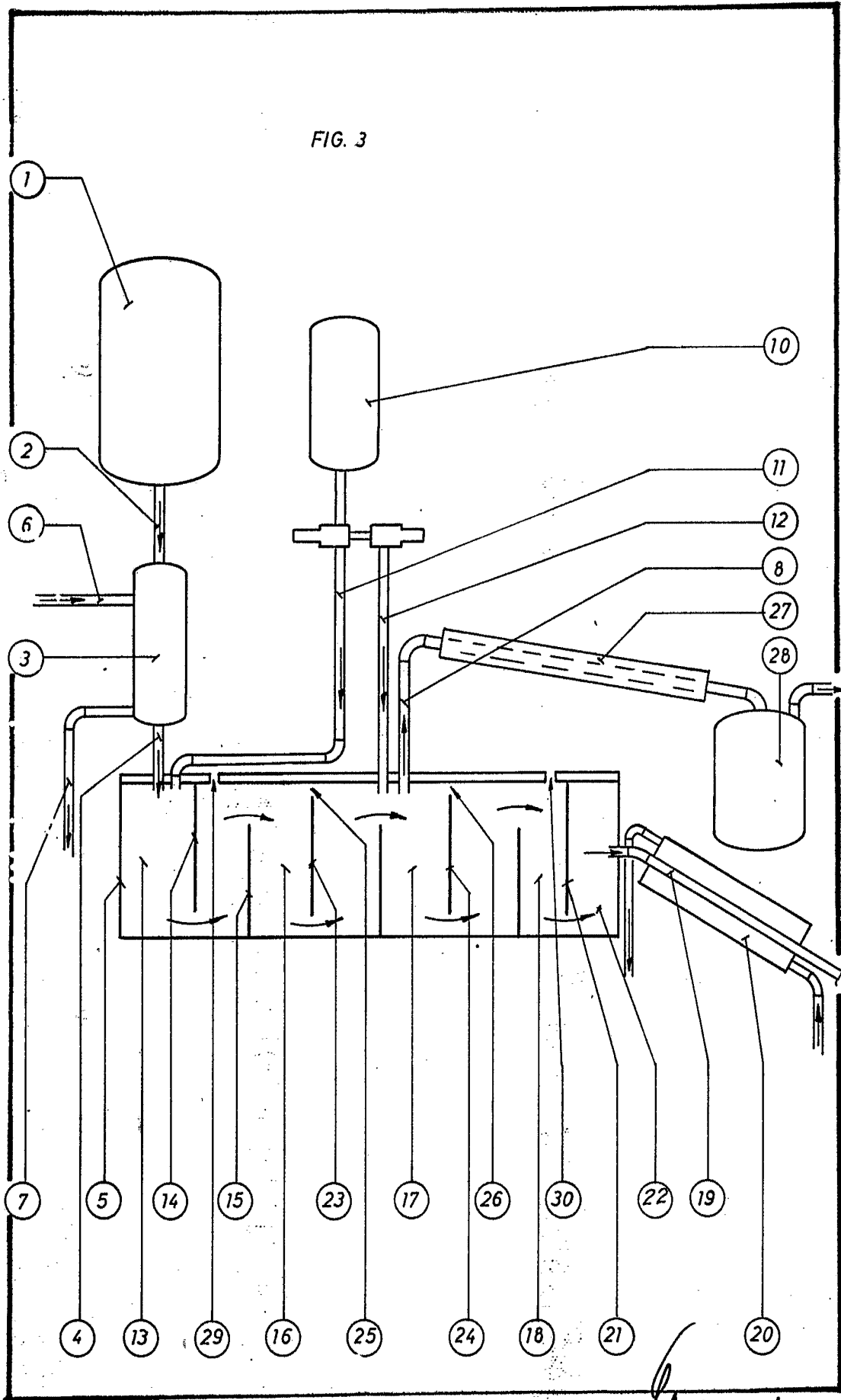
Albert Elzaburu

Albert Elzaburu



PERSTORF AB. II/III

FIG. 3



Albert ...
Perstorp