

440672

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

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,  
sus territorios y plazas de soberanía, a  
favor de:

**ROHE AND HAAS COMPANY**

corporación norteamericana organizada ba-  
jo las leyes del estado de Delaware, domi-  
ciliada en Independence Mall West, Fila-  
delfia, U.S.A., relativa a:

"PROCEDIMIENTO DE REACCION DE DOS O MAS  
REACCIONANTES, CON ELIMINACION DE EXCR-  
SOS"

\*\*\*\*\*

Inventor: Elio Fiorentino

Prioridad: Solicitud de patente en Gran Bretaña  
nº 38434/1974 de fecha 3 septiembre  
1974.

**POOR  
QUALITY**

INVENTOR: BOLD, COYL

MEMORIA DESCRIPTIVA

Esta invención se refiere a la recuperación, por adsorción, de reaccionantes en exceso en procesos de reacción. -----

5. Los inventores han hallado que, en ciertos procesos de reacción, un reaccionante puede ser adsorbido sobre una resina adsorbente y puede eluirse de esta resina sin que tenga lugar reacción química con ningún otro, frecuentemente con el otro, reaccionante. Además, los inventores han hallado que esto puede utilizarse ventajosamente, en ciertos procesos de reacción, para mejorar el rendimiento y la aceptabilidad ambiental de la reacción química básica. -----

15. En un procedimiento para la reacción de dos o más reaccionantes, la invención proporciona la mejora de eliminar reaccionante en exceso de los productos de la reacción por adsorción sobre un lecho de resina adsorbente, elución del reaccionante adsorbido del lecho de resina por contacto con otro reaccionante y reciclado del eluato hacia la reacción. -----

20. Las limitaciones de la aplicabilidad de este procedimiento son que el reaccionante en exceso debe ser profg

rentemente adsorbido, en comparación con los restantes productos de reacción, sobre la resina adsorbente y el reaccionante eluyente no debe reaccionar con el reaccionante adsorbido bajo las condiciones de elución. Tales condiciones se hallarán en las siguientes reacciones, a las que pueda aplicarse, por ello, esta invención: - - - - -

<u>Reacción</u>	<u>Reaccionante adsorbido</u>	<u>Reaccionante eluyente</u>
Polimerización	Fenol	Formaldehído
"	Urea	Formaldehído
"	Kalamina	Formaldehído
"	Bisfenol A	Epiclorhidrina
"	Acidos orgánicos	Alcoholes
"	Acidos orgánicos	Aminas
Esterificación	Acidos orgánicos	Alcoholes
Aminación	Clorobenceno	Amoníaco
"	Acido antraquinona-2-sulfónico o sus sales	Amoníaco
"	Acido orgánico	Amoníaco

Los productos de la reacción que se hacen entrar en contacto con el adsorbente para eliminar el reaccionante en exceso pueden o no haber sido tratados previamente para eliminar del producto de reacción inmediato uno o más productos de la reacción. - - - - -

La totalidad o una parte de las necesidades de la reacción en reaccionante eluyente pueden hacerse pasar en contacto con el lecho adsorbente, según sea necesario o

conveniente. - - - - -

El adsorbente puede ser cualquier material capaz de adsorber el reaccionante en exceso respecto a la corriente líquida de productos de reacción. Los adsorbentes adecuados incluyen las resinas macrorreticulares acrílicas

- 5. y/o de estireno y/o de divinilbenceno utilizadas corrientemente o recomendadas en procesos de adsorción. Las resinas pueden ser resinas de intercambio iónico o pueden estar desprovistas de funcionalidad de intercambio iónico. Sin embargo debe entenderse que esta invención se aplica solamente
- 10. a los procesos de adsorción y por ello al uso de resinas de intercambio iónico como adsorbentes y no solamente como intercambiadores iónicos. Además, no se prevé restricción respecto a la utilidad en esta invención de adsorbentes aún
- 15. no descubiertos. - - - - -

Los adsorbentes adecuados incluyen polímeros reticulados granulares preparados por polimerización en suspensión de moléculas etilénicamente insaturadas polimerizables que comprenden aproximadamente 2 a 100 por ciento en peso de por lo menos un monómero de poli(vinil) benceno elegido del grupo formado por divinilbenceno, trivinilbenceno, alquildivinilbencenos que tienen de 1 a 4 grupos alquilo de 1 a 2 átomos de carbono substituidos en el núcleo de benceno y alquiltrivinilbencenos que tienen de 1 a 3 grupos alquilo de 1 a 2 átomos de carbono substituidos en el núcleo de benceno. Además de los homopolímeros y copolímeros de estos monómeros de poli(vinil) benceno, uno o más de ellos

- 20.
- 25.

pueden estar copolimerizados con hasta 98% (en peso de la mezcla monomérica total) de (1) monómeros monoetilénicamente insaturados o (2) monómeros polietilénicamente insaturados distintos de los poli(vinil)bencenos acabados de definir o (3) una mezcla de (1) y (2). - - - - -

Son ejemplos de los di- y trivinilbencenos alquilsubstituidos los distintos viniltoluenos, los divinilxilenos, el diviniletilbenceno, el 1,4-divinil-2,3,5,6-tetrametilbenceno, el 1,3,5-trivinil-2,4,6-trimetilbenceno el 1,4-divinil-2,3,6-trietilbenceno, el 1,2,4-trivinil-3,5-dietilbenceno y el 1,3,5-trivinil-2-metilbenceno. - - -

Los ejemplos de otros compuestos polietilénicamente insaturados incluyen: divinilpiridina, divinilnaftaleno, ftalato de dialilo, acrilato de etilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, divinilsulfona, ésteres polivinílicos o polialilílicos de glicol, de glicerol, de pentaeritritol, de derivados mono y di de glicoles y de resorcinol, divinilcetona, divinilsulfuro, acrilato de alilo, maleato de dialilo, fumarato de dialilo, succinato de dialilo, carbonato de dialilo, malonato de dialilo, oxalato de dialilo, adipato de dialilo, sebacato de dialilo, sebacato de divinilo, tartrato de dialilo, silicato de dialilo, tricarbaliato de trialilo, aconitato de trialilo, citrato de trialilo, fosfato de trialilo, N,N'-metilendiacrilamida, N,N'-etilendimetacrilamida, N,N'-etilendiacrilamida, trivinilnaftaleno y polivinilantracenos. - - -

- Los ejemplos de monómeros monoetilénicamente in saturados adecuados que pueden utilizarse para preparar la resina granular macrorreticular del último tipo incluyen:
5. acrilato de metilo, acrilato de estilo, acrilato de propilo, acrilato de isopropilo, acrilato de butilo, acrilato de tert-butilo, acrilato de etilhexilo, acrilato de ciclohexi-  
lo, acrilato de isobornilo, acrilato de bencilo, acrilato de fenilo, acrilato de alquifenilo, acrilato de etoximati-  
lo, acrilato de etoxietilo, acrilato de etoxipropilo, acri-  
lato de propoximatio, acrilato de propoxietilo, acrilato  
10. de propoxipropilo, acrilato de etoxifenol, acrilato de eto-  
xibencilo, acrilato de etoxiciclohexilo y ésteres corres-  
pondientes de ácido metacrílico, etileno, propileno, isoba-  
tileno, diisobutileno, estireno, viniltolueno, cloruro de  
15. vinilo, acetato de vinilo, cloruro de vinilideno y acril-  
nitrilo. Pueden utilizarse monómeros polietilénicamente in  
saturados que ordinariamente actúan como si sólo tuvieran  
uno de tales grupos insaturados, tales como isopreno, bu-  
tadieno y cloropreno, como parte de la categoría de mono-  
20. etilénicamente insaturados. - - - - -

- Una proporción preferida del compuesto polietil-  
lénicamente insaturado del tipo reticulante es de unos 8 a  
25% en peso de la mezcla total monomérica a partir de la  
cual se prepara la resina. La polimerización en suspensión  
25. produce la resina en forma de gránulos o cuentas que tienen  
un tamaño total de cuenta del orden de unos 0,1 a unos 3  
milímetros de diámetro medio. - - - - -

Los planos anexos ilustran, esquemáticamente, las unidades importantes en un aparato adecuado para la producción de resina de fenol/formaldehído utilizando el procedimiento de la invención. - - - - -

5. En este aparato existe un reactor 1 provisto de un agitador 2 y de un serpentín calefactor 3. El reactor 1 está provisto de una tubería 4 de salida de resina produc-  
to y de una tubería 5 de entrada de catalizador. La entrada de fenol se realiza a través de la tubería 6. La tubería  
10. de salida del producto de reacción es la tubería 7 a través de un condensador 8 hacia una columna 9 de adsorción rellena de resina adsorbente 10. El eluyente de formaldehído para la resina 10 puede ser admitido en la columna 9 a través de la tubería 11 y el eluato de fenol/formaldehído puede  
15. reciclarse desde la columna 9 al reactor 1 a través de la tubería 12 que se conecta con la tubería 13 de introducción adicional de formaldehído/metanol para formar la tubería 14 de entrada de formaldehído/metanol/eluato en el reactor 1. El desecho de agua/formaldehído/metanol, que no es  
20. adsorbido, de los productos de reacción por la resina 10 escapa de la columna 9 hacia el desecho a través de la tubería 15. - - - - -

25. El siguiente ejemplo ilustra el procedimiento de la invención aplicado a la reacción de fenol y formaldehído en la producción de una resina de fenol/formaldehído en un aparato como el descrito anteriormente. - - - - -

Ejemplo

Una instalación que produce 17 toneladas por día de resinas fenólicas utiliza disoluciones de formaldehído y de fenol en agua como materias primas. El catalizador se añade (a través de la tubería 5) a los reaccionantes y después del tiempo de reacción el agua restante en la reacción se evapora al vacío. El producto de resina fenólica se envía a la otra etapa de manipulación de la resina (a través de la tubería 4) y el condensado es un effluente de desecho con las siguientes características: - - - - -

5.	Caudal	:	20 toneladas por día
	Concentración de fenol	:	3% en peso
	Concentración de formaldehído	:	2% en peso
	Concentración de metanol	:	1% en peso
10.	Agua	:	resto
	pH	:	aproximadamente 2,5

Esta corriente se filtra y se hace pasar a través de una unidad de adsorción (columna 9) que contiene 2 metros cúbicos del adsorbente (10) sintético de poli(estireno/divinilbenceno) y que trabaja durante 2 ciclos por día. - - - - -

Se utilizan 11,8 metros cúbicos por día de disolución de formaldehído al 41% para regenerar el adsorbente (entrada a través de la tubería 11), eliminándose la cantidad total de fenol presente en el effluente. - - - - -



El eluato de la etapa de regeneración se alimen-  
ta (a través de la tubería 14) en el reactor (1) de polime-  
rización junto con fenol (a través de la tubería 6), la  
cantidad añadida de formaldehído (a través de la tubería  
5. 13) y el catalizador (a través de la tubería 5). El efluen-  
te de la unidad de adsorción (en la tubería 15) tiene una  
concentración media de fenol de 20 ppm. - - - - -

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España,  
10. sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

1.- Procedimiento de reacción de dos o más reac-  
cionantes, con eliminación de excesos, caracterizado porque  
incluye las etapas de eliminar reaccionante en exceso de  
15. los productos de la reacción por adsorción sobre un lecho  
de resina adsorbente, elución del reaccionante adsorbido  
del lecho de resina por contacto con otro reaccionante y  
reciclado del eluato hacia la reacción. - - - - -

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-  
20. racterizado porque el reaccionante eluyente es formaldehído.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, ca-  
racterizado porque el reaccionante adsorbido es fenol. - -

4.- Procedimiento según cualquiera de las reivin-

dicaciones anteriores, caracterizado porque la resina adsorbente es una resina macrorreticular acrílica (incluyendo metacrílica) y/o de estireno y/o de divinilbenceno. - - - -

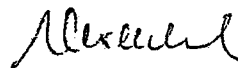
5. 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la resina adsorbente es un polímero reticulado preparado por polimerización y suspensión de moléculas polimerizables etilénicamente insaturadas que comprende de 2 a 100 por ciento en peso de por lo menos un monómero de poli(vinil)benceno, consistiendo el resto (si lo hay) en (1) uno o más monómeros etilénicamente insaturados y/o (2) uno o más monómeros polietilénicamente insaturados distintos de los anteriores polivinilbencenos. - - - - -
- 10.

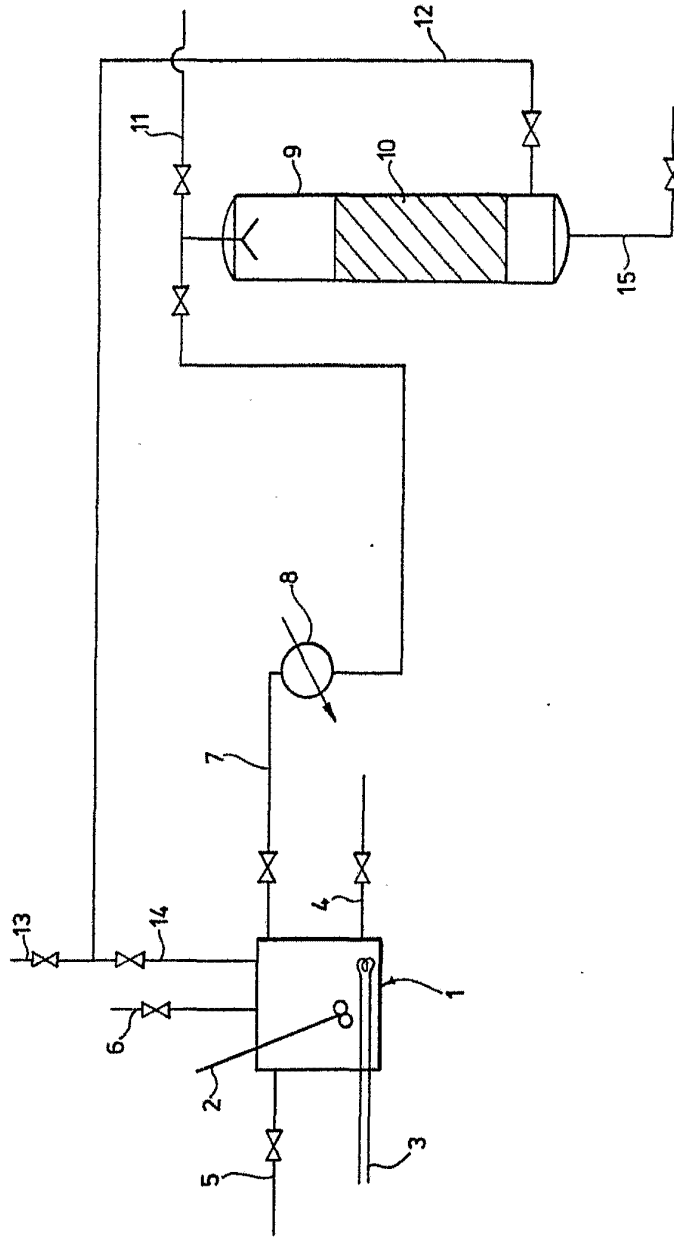
6.- "PROCEDIMIENTO DE REACCIÓN DE DOS O MÁS REACIONANTES, CON ELIMINACIÓN DE EXCESOS". - - - - -

15. Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de diez hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras y de una lámina de dibujos que la ilustra.

MADRID, - 3 SET. 1975

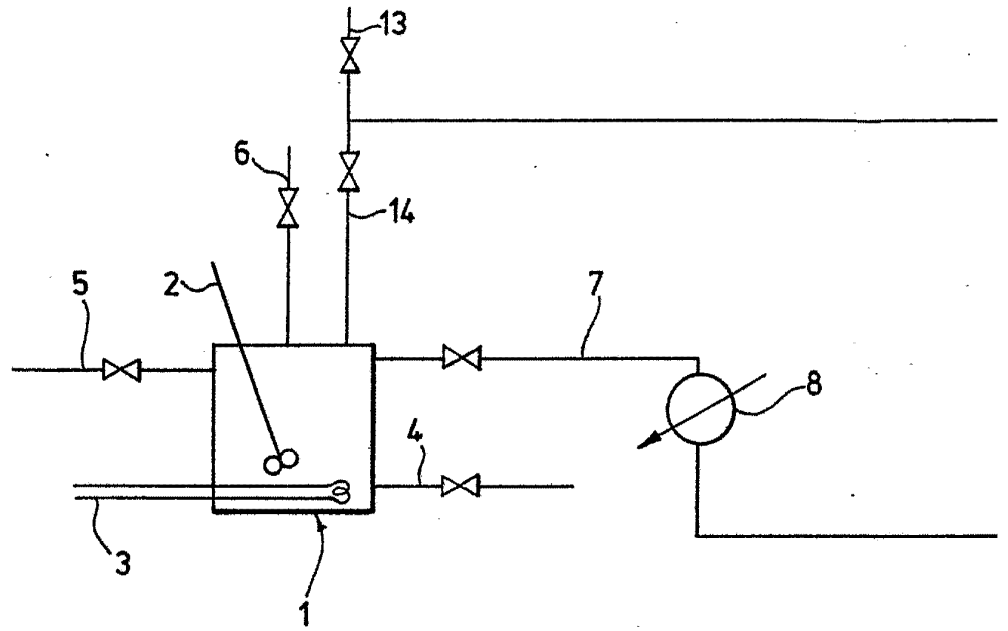
P. A. M. CURELL SUÑOL

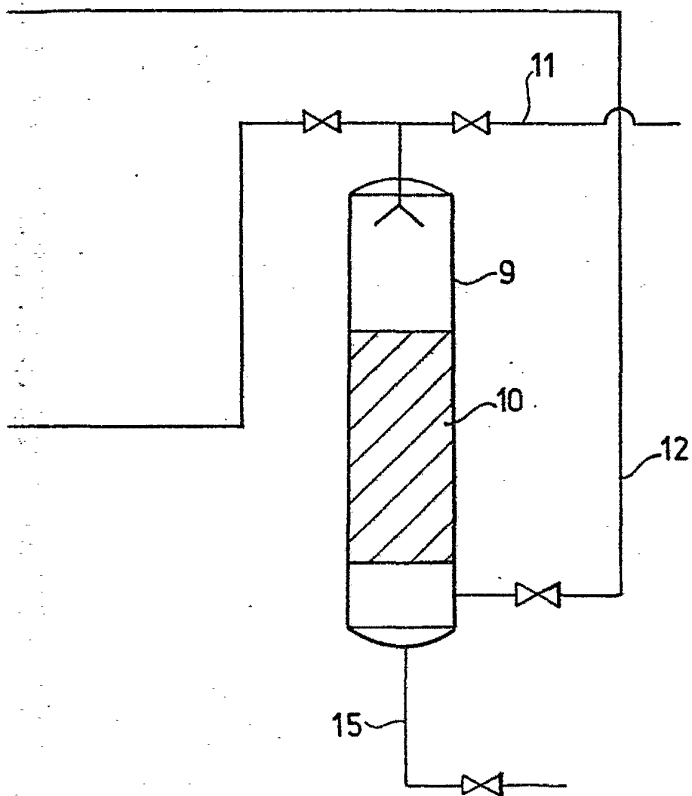




PRINTED AT THE  
ROHM AND HAAS COMPANY

*Albrecht*





REVISOR: [illegible]  
DISEÑADOR: [illegible]  
[illegible]  
[illegible]

*Alvarez*