

013596-77 KL/RIM
EX-HU-II

nº 441.192

P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

por DIEZ años

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

CHINOIDN GYÓGYSZER ÉS VEGYÉSZETI

TERMÉKEK GYÁRA RT.

entidad húngara, domiciliada en Tó utca 1-5,
Budapest IV., Hungría, relativa a:

"PERFECCIONAMIENTOS EN LOS REACTORES PARA LA
INDUSTRIA QUIMICA Y PROCEDIMIENTO PARA SU UTILI
ZACION"

=====

Fuente de información: Patente húngara nº 157.941
presentada el 31 enero 1969.

BAD ORIGINAL

Int. Cl. ² : <u>B 015</u>
<u>MEMORIA DESCRIPTIVA</u>

5. Los procesos de trabajo de la industria química se realizan con los aparatos más diversos. La fabricación de un producto es generalmente un proceso que comprende una pluralidad de operaciones de trabajo que se realizan de manera consecutiva, en el que puede producirse una pluralidad de reacciones químicas. - -

10. La fabricación más económica de cantidades mayores exigiría configurar la serie de las operaciones de trabajo de una manera tan en continuo como fuese posible. Este objetivo sólo ha sido alcanzado en relativamente pocas ramas de la industria química. Las mediciones efectuadas en el laboratorio para la determinación de las condiciones óptimas para la serie de procesos en continuo, la construcción de disposiciones mediante las cuales puedan realizarse estas condiciones, la ampliación a escala de estas disposiciones efectuada en varias etapas, y finalmente la corrección de las disposiciones que se han puesto en marcha, es un proceso que exige muchísimo tiempo. Por consiguiente, esto solamente es económico en los productos químicos que se necesitan en cantidades particularmente grandes y para los cuales existe en el mercado una demanda elevada y constante durante mucho tiempo (por ejemplo productos de la industria petrolífera e industria de los fertilizantes artificiales), debido a que solamente en este caso se amortiza la construcción cara de los aparatos, la cual exige, además, mucho tiempo. Las ramas de la in-

15.

20.

5. duetria química que requirieron una elasticidad mayor (por ejemplo la industria de los productos farmacéuticos, de las lacas y pinturas, de la fabricación de colorantes) varían sus artículos con mayor frecuencia y tienen que disponerse para la fabricación de un volumen menor. Por este motivo continúan siendo muy extendidas en estas ramas industriales las disposiciones que trabajan de manera discontinua, las cuales representan substancialmente unas formas de ejecución ampliadas de los aparatos de laboratorio. A la selección y a la comercialización de productos químicos precede en estas ramas industriales un largo trabajo de investigación, al cabo del cual, sin embargo, tiene que resolverse en un período de tiempo extraordinariamente rápido la producción a realizar a escala industrial, por lo tanto no hay tiempo suficiente para elaborar en el laboratorio los parámetros necesarios para los procedimientos en continuo, para reproducir de modo semiautomático los procedimientos en continuo, para montar la gran empresa industrial en continuo, para corregir la misma, etc. - - - - -
- 10.
- 15.

20. El problema que se presenta en la conversión de un procedimiento en otro procedimiento en continuo estriba en que los procesos químicos, fisicoquímicos o físicos que se siguen los unos a los otros de manera consecutiva requieren tiempos diferentes, es decir, que se siguen entre sí procesos más cortos y más largos. Mientras que en un caso es necesario pasar rápidamente por una determinada fase de reacción, la siguiente
- 25.

reacción puede ser un proceso de agitación de larga duración, que requiere un tiempo de permanencia mayor y en donde la mezcla de reacción puede ser homogénea o heterogénea. Debido a estos problemas es comprensible que la mayoría de las disposiciones que trabajan en continuo sean conocidas en el sector de las reacciones gaseosas que transcurren en una fase homogénea pura. -----

5.

se presenta, además, el problema, de que la ampliación a escala puede producir resultados inesperados, aún en el caso de los más cuidadosos ensayos piloto. Unos efectos que son despreciablemente reducidos a pequeña escala, pueden convertirse después de la ampliación de las dimensiones en factores que influyen de manera substancial en toda la serie de producción. Cuando se utilizan aparatos convencionales, esto conduce a reconstrucciones de elevado costo, o puede suceder también que los resultados de la gran producción industrial queden rezagados detrás de los obtenidos mediante la producción en el laboratorio. -----

10.

15.

En la industria química y en las ramas industriales similares se utilizan ya desde hace mucho tiempo los reactores provistos de agitadores y de una superficie transmisora del calor para la ejecución de reacciones químicas y de procesos de diversa índole. Debido al incremento de los volúmenes fabricados, y a causa, además, de la introducción de reacciones que tienen lugar bajo condiciones extremas y que por lo tanto presentaban unas exigencias cada vez mayores a las disposiciones utilizadas, se desarrollaron en la industria química y en las industrias si-

20.

25.

milares unos aparatos especialmente contruídos para reacciones químicas individuales y para operaciones tecnológicas de trabajo. - - - - -

5. Entre estos aparatos de construcción especial se conoce hace ya tiempo el aparato "Blaszi". De las construcciones más modernas es digna de mención la disposición descrita en DE-PB No 1 181 675, en la que se mantiene una corriente forzo-
sa dentro del recipiente de agitación. Se conoce, además, la solución según la DE-PB No 1 193 482, con la cual puede
10. conseguirse una agitación intensiva de sustancias altamente viscosas y el intercambio de calor en una gran superficie. El aparato descrito en DE-PB No 1 193 808 tiene por objeto la ejecución en continuo de reacciones exotérmicas con agitación intensiva y con una gran superficie de transmisión de calor.
15. Sin embargo, las exigencias de las ramas de la industria química de perfil variable no pueden satisfacerse de manera general con estos aparatos debido a los motivos detallados más arriba. - - - - -

20. La invención se plantea el problema de elaborar un tipo de reactor universal, que no presente solamente la sencillez, la rápida capacidad de modificación, y su utilización para ensayos industriales, así como la condición de poder trabajar bajo condiciones extremas, como lo exige la industria química de perfil variable, sino que ofrezca, además, la posibilidad
25. del funcionamiento en continuo. - - - - -

El objeto de la invención es unos perfeccionamientos en

- los reactores rápidos para procesos químicos industriales, así como un procedimiento industrial. Los perfeccionamientos según la invención se caracterizan porque en el eje vertical de un cuerpo de recipiente cilíndrico se encuentra dispuesto un agitador ajustable en la dirección vertical, el cual posibilita también la elevación en la dirección axial, y porque este agitador está rodeado a una altura que puede modificarse de elementos de transmisión de calor en forma de anillos cilíndricos que pueden ajustarse en la dirección vertical, pudiendo estar apoyado sobre el fondo del reactor el anillo cilíndrico situado más al interior y desde el centro del aparato hacia fuera cada anillo cilíndrico de número impar, y porque el borde superior de los anillos cilíndricos de número par puede sobresalir por encima del borde superior de los anillos cilíndricos de número impar. - - - - -
- 5.
- 10.
- 15.

En la Fig. 1 se ha representado un modo de ejecución de la disposición de reactor rápido según la invención. La pared del recipiente 4 puede estar configurada como pared sencilla o como pared doble. Las medidas del recipiente se aligen convenientemente de tal modo que la proporción entre el diámetro (d) y la longitud (L) L/d sea = 0,5 - 10. El agitador 1 puede estar situado más arriba o más abajo en el recipiente. El agitador puede estar configurado de diferentes formas, siendo solamente substancial que sea adecuado tanto para la agitación radial como también para la elevación axial. Así pueden utilizarse, por ejemplo, mezcladores de turbina, mezcladores

20.

25.

de hélice, combinaciones de estos dos, y demás mezcladores en combinación con una hélice, por ejemplo mezcladores de cazoletas, etc. - - - - -

El agitador se monta convenientemente de manera intercambiable. Se pueden utilizar, por ejemplo, mezcladores de hélice de diferente tamaño. El número de revoluciones del agitador es variable, pero depende de las medidas del aparato, de la clase de utilización, de la consistencia y del peso específico de las sustancias de reacción, de la temperatura aplicada, etc. y se encuentra entre 100 y 280 min^{-1} . Una parte substancial de la disposición está formada por los anillos cilíndricos 2, que rodean concéntricamente el agitador. Estos anillos tienen preferentemente una pared doble y están ejecutados de manera que se puedan refrigerar y/o calentar. Como medio transmisor de calor pueden utilizarse medios líquidos o gaseosos. Como medio refrigerante o de calefacción puede utilizarse agua, vapor, etc. También puede utilizarse la calefacción eléctrica. - - - - -

Los anillos están configurados de forma hueca y pueden comprender varias piezas. Su cometido estriba en aumentar la superficie de refrigeración o de calentamiento, respectivamente, y a obligar al material sometido a agitación en el aparato a que siga un recorrido determinado. Si la instalación se utiliza permanentemente para fabricar un solo producto, los anillos cilíndricos pueden fijarse en su disposición espacial después de haberse determinado la posición óptima de los mis-

nea. En un modo de ejecución preferente de la disposición, los anillos cilíndricos son ajustables en la dirección vertical, es decir, están dispuestos a una altura que puede variarse. De esta manera pueden efectuarse en un solo aparato reacciones con sustancias de diferente consistencia, de diferente peso específico, etc, ajustando siempre la refrigeración (el calentamiento) de manera óptima para la reacción en cuestión y la operación de agitación más favorable en cuanto a la duración y el movimiento que debe seguir el material. Este ajuste se

5. lleva a cabo mediante la elección adecuada de la disposición espacial de los anillos cilíndricos en cuanto a su distancia desde la pared del recipiente, desde el órgano de agitación y entre sí. - - - - -

10.

En la disposición según la invención no puede producirse nunca un sobrecalentamiento o un mezclado irregular del material, debido a que el material introducido se tiene que mover por un recorrido forzoso y se refrigera (o se calienta) y se agita de manera intensa. La solución es por lo tanto particularmente favorable para el tratamiento de sistemas de mayor viscosidad o de sistemas heterogéneos que contienen una fase sólida y/o para procesos unidos a un considerable desarrollo de calor. - - - - -

15.

20.

En la proporción preferente entre el diámetro del espacio interior de elevación y el diámetro del aparato (0,1:1 - 0,5:1) es ventajoso, además, si la sección transversal de la corriente ascendente en el espacio de elevación tenga una rela-

25.

ción de 1:1 - 1:10 respecto a la sección transversal de la corriente descendente en los demás espacios útiles del reactor. El volumen total de los elementos de transmisión térmica (de los anillos cilíndricos) importa como mínimo el 20% del volumen útil de la disposición. El material de construcción de la disposición se elige en función de la reacción química a realizar. Se puede utilizar, por ejemplo acero, acero resistente a los ácidos, chapa plaquesada, chapa esmaltada, vidrio, etc. - - - -

5.

Los anillos cilíndricos pueden estar también ejecutados de forma nervada. Entre las paredes de los anillos cilíndricos pueden incorporarse convenientemente elementos de refuerzo y tubos de apoyo. La disposición de estos elementos se elige de tal manera que producen un movimiento forzoso del medio transmisor de calor. Si el medio transmisor de calor es un líquido, los anillos cilíndricos pueden estar provistos en su interior con placas de guía. - - - - -

10.

15.

En un modo de ejecución preferente del reactor según la invención, el agitador está alojado en el anillo cilíndrico interior, lo cual simplifica considerablemente el ajuste. Para modificar las condiciones de flujo es favorable si a continuación del anillo cilíndrico que rodea el agitador sigue arriba o abajo una placa de guía. - - - - -

20.

Por cada recipiente se emplean generalmente por lo menos dos anillos cilíndricos. En los casos de líquidos de viscosidad más baja se utilizan más anillos cilíndricos en una disposición más densa. Si el material a tratar es espeso y pastoso,

25.

o en el caso de que se efectúa la precipitación de una sustancia durante la reacción, los anillos cilíndricos se disponen a mayor distancia entre sí. - - - - -

5. El reactor rápido para operaciones de trabajo en continuo según la invención funciona del modo siguiente: el material a mezclar se dosifica en continuo en el espacio 5 de elevación rodeado por el anillo cilíndrico interior que se encuentra apoyado sobre el fondo del reactor. Debido a la acción elevadora del agitador, el material se mueve dentro del espacio de elevación hacia arriba y cae finalmente por encima del borde superior del anillo cilíndrico interior. Como quiera que el borde del anillo cilíndrico siguiente se encuentra a mayor altura, el material sólo puede moverse única y exclusivamente hacia abajo en el espacio situado entre el primer y el segundo anillo cilíndrico. Sin embargo, el siguiente anillo cilíndrico no se encuentra apoyado sobre el fondo del reactor, por lo que el material se mueva nuevamente hacia arriba en un recorrido forzoso, pudiéndose elegir de esta manera su tiempo de permanencia en el aparato potestativamente en función del número de los anillos cilíndricos. El material que procede del aparato sale finalmente en continuo a través de una boca de rebosa. -
- 10.
- 15.
- 20.

25. En el caso de que la disposición que trabaja en continuo según la invención tenga que utilizarse para un proceso en el que se requiere un tiempo de permanencia más largo, se utiliza entonces un aparato de mayor diámetro con más anillos cilíndricos o se resuelve el problema mediante la conexión en

serie de una pluralidad de aparatos. - - - - -

5. La solución según la invención posibilita, además, con ayuda de la disposición de reactores rápidos mostrada en la figura 2, la ejecución en continuo de diferentes operaciones químicas industriales consecutivas. - - - - -

10. En la Fig. 2 se ha representado una pluralidad de reactores rápidos conectados en serie. La disposición de trabajo en continuo según la invención está formada por la totalidad de la serie de aparatos (naturalmente con elementos variables). Este sistema es adecuado para la realización tecnológica de las más diversas series de reacciones químicas que exigen agitación y transmisión de calor. - - - - -

15. Mediante la Fig. 2 puede ilustrarse, por ejemplo, la siguiente serie de reacciones: En el espacio de elevación del aparato agitador I provisto de tres anillos cilíndricos se alimentan simultáneamente dos componentes, y en este espacio, que permite también una reagitación, se produce la primera reacción que exige un tiempo de reacción mayor. El producto de reacción no se descompone y permanece también estable en la recondución y en el nuevo mezclado. El producto de la primera reacción penetra después de varias reagitaciones en el espacio interior de elevación del siguiente aparato II. El material pasa por este aparato en un recorrido previamente determinado, prácticamente sin reagitación. Se agita menos y simultáneamente se calienta o se refrigera. Tal como puede verse en los planos, 20. el efecto puede incrementarse todavía más si la pared exterior 25.

- del aparato provisto de tres anillos cilíndricos se ha ejecutado con pared doble con el fin de una transmisión térmica adicional. El producto que sale del reboso se mezcla con el espacio de elevación del siguiente aparato III con un nuevo componente de reacción y realiza con este componente una reacción que exige un tiempo mayor. Para la misma pueden introducirse por ejemplo también sustancias en forma de gas, introduciéndose el gas o el vapor por debajo del nivel del líquido en el interior del espacio de elevación, a ser posible directamente encima de la hélice de agitación. En los planos se ha representado un aparato provisto de cuatro anillos cilíndricos que posibilita la reagitación, desde el cual el material pasa después de mezclado intensivo a través de un reboso al siguiente aparato IV. En esta fase del proceso, el centro de gravedad se encuentra situado menos en un mezclado a fondo del material, sino más bien en el llamado período de postreacción, es decir, el material tiene que mantenerse en esta fase prácticamente sin reagitación y sin la posibilidad de contacto con sustancias extrañas a una temperatura determinada. Para este fin se ha representado en los planos un aparato provisto igualmente con cuatro anillos cilíndricos. Desde este último, el material penetra en el espacio interior de elevación del aparato V. En esta fase de la reacción se requiere nuevamente una agitación intensa, por ejemplo porque empiece una cristalización y la cantidad de calor intercambiada por los anillos cilíndricos es mayor. En los aparatos de este tipo puede efectuarse por ejemplo al final de la serie de reacciones una cristalización o un proceso de condensación por evaporación. - - - - -
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

También se desprende de la representación efectuada a modo de croquis que con un mismo tipo de aparato se pueden efectuar consecutivamente los procesos más diversos. Mediante la modificación de la altura de los anillos cilíndricos o de la disposición de los anillos, respectivamente, pueden optimizarse las condiciones para procesos semitécnicos y grandes procesos industriales. -----

5.
Por lo tanto también es objeto de la invención una combinación de aparatos mediante la cual pueden realizarse en continuo y económicamente las más diversas secuencias de procesos químicos. -----

10.
La serie de aparatos se equipa convenientemente con bocas de entrada y salida, así como con bocas de medición de la temperatura y de destilación. La disposición puede comprender aparatos calentados y/o refrigerados y/o aparatos sin intercambio térmico forzoso. En la disposición de aparatos según la invención pueden realizarse los más diversos tipos de reacciones o de series de las mismas, con homogeneidad de las condiciones de la temperatura y del flujo dentro del aparato, pudiéndose mantener en el caso de desearlo un estado sin reagitación y variarse el tiempo de permanencia. -----

15.
20.
La ventaja de la invención estriba en que ofrece a las ramas de la industria química que exigen elasticidad una combinación de aparatos que puede utilizarse de manera universal o una disposición adecuada para el funcionamiento en continuo, -----

25.

- sin que por ello la industria constructora de maquinaria tenga que resolver ningún problema especial. La disposición es adecuada tanto para procesos en los que el material es suficientemente estable para una reagitación de mayor duración como también para procesos con sustancias sensibles. El tratamiento puede denominarse como cuidadoso. Debido a la gran superficie transmisora de calor puede transmitirse también con un t pequeño una considerable cantidad de calor. Esto posibilita la fabricación de sustancias más puras, un mejor rendimiento y produce sedimentaciones más reducidas que en el caso de las disposiciones conocidas hasta ahora que trabajan de modo discontinuo. Es substancial que en los procedimientos que pueden ejecutarse también de por sí con un buen rendimiento, se puede conseguir mediante la solución según la invención un considerable incremento de la capacidad. - - - - -
- 5.
- 10.
- 15.

La disposición puede utilizarse para numerosos procesos químicos fundamentales, por ejemplo para nitraciones, halogenaciones, decarboxilaciones, condensaciones, arilaciones, alquilaciones, etc., y además para procesos físicos, como por ejemplo cristalización, recristalización, calentamiento, refrigeración, homogeneización, destilación, separación por congelación, fraccionamiento, etc., o para series de estos procesos. Como ejemplo mencionaremos las siguientes series de reacción: Tratamiento térmico del éster dietílico del ácido picolilamino-metilen-malónico a 250°C en solución de éter, a continuación

20.

25.

5. etilación del éster metiridin-etílico obtenido de este modo; acetilación de anilina en anhídrido de ácido acético, a continuación clorosulfonación de la acetanilida obtenida a p-acetilaminobenzolsulfocloruro a unos 30°C; clorosulfonación de ácidos diclorobenzocícos; fabricación de isocianatos o de diisocianatos de 2,4-toluileno-diamina o de 2,6-toluileno-diamina con fosgeno; procesos de diazotación, nitración de 5-nitrofururoldiacetato con acetilnitrato a 0°C aproximadamente en anhídrido de ácido acético, etc. - - - - -

10. En los ejemplos que siguen a continuación se explican detalles del procedimiento industrial según la invención y de la disposición según la invención. - - - - -

Ejemplo 1

15. Fabricación de dimetoxibencilcianuro en el reactor rápido. - - - - -

20. Disposición: 5 reactores rápidos de 5 litros de volumen útil cada uno, provistos de anillos cilíndricos, conectados en serie. Cada uno de los reactores tiene tres anillos cilíndricos transmisores de calor y una hélice como órgano agitador. La proporción entre la longitud del aparato (parte cilíndrica de la superficie lateral) y el diámetro importa 1:1,2:1,0. La distancia entre dos anillos cilíndricos es de 15 mm, la distancia entre las paredes de un anillo cilíndrico igualmente 15 mm. La distancia entre el fondo del aparato y el

borde inferior del anillo cilíndrico interior es en el primer reactor (en la Fig. 2 el reactor I) un óptimo de 20-25 mm. En los demás reactores, los anillos cilíndricos de número impar se encuentran apoyados sobre el fondo del aparato (como en el reactor II de la Fig. 2). - - - - -

5.

Procedimiento: A una velocidad de dosificación de 36 l/h (170 g/l) se alimenta cloruro varátrico y con una velocidad de dosificación de 24 l/h (139 g/l) se alimenta cianuro sódico en el primer aparato, a saber, 30 mm por encima del agitador. El agitador eleva la mezcla de reacción fuera del anillo cilíndrico central hacia el espacio entre los anillos cilíndricos o hacia el espacio entre el anillo cilíndrico exterior y la superficie lateral del aparato. El tiempo de permanencia de la mezcla de reacción en este reactor se regula con ayuda de las bombas dosificadoras o mediante el ajuste de la altura de los anillos cilíndricos de tal manera que la proporción entre la mezcla de reacción que sale del reboso y la mezcla de reacción reagitada corresponda al valor determinado mediante ensayos previos. En el presente caso, la distancia entre el fondo del reactor y el borde inferior del anillo cilíndrico interior imposta 20-25 mm. Una parte de la mezcla de reacción fluye a través de la boca de reboso lateral hacia el anillo cilíndrico interior del siguiente elemento de la serie de reactores. La cantidad de material que fluye desde una unidad a la unidad siguiente se determina mediante rotámetros. Los componentes de reacción se introducen mediante

10.

15.

20.

25.

5. bombas dosificadoras. La temperatura interior en cada reactor es de 80°C. De la boca de derivación del quinto reactor salen cada hora 35 litros de solución orgánica y 25 litros de fase acuosa. Las dos fases se separan entre sí. El dimetoxibenciloanilino se extrae de la fase orgánica de modo de por sí conocido. El rendimiento es de 3,75 kg/h, lo cual equivale en una semana de trabajo de seis días a tres turnos a un rendimiento de 540 kg/semana de dimetoxibenciloanilino. - - - - -

Ejemplo 2

10. Fabricación de N,N'-bis- 2-(1-oxibutil) -etilendiamina en la serie de reactores rápidos. - - - - -

Disposición: En total 7 reactores rápidos conectados en serie (disposición según el principio representado en la Fig. 2). - - - - -

15. El reactor rápido I tiene un diámetro exterior de 355 mm, su parte cilíndrica tiene una longitud de 420 mm. Presenta dos anillos cilíndricos transmisores de calor. El agitador de hélices está alojado en el anillo cilíndrico interior, tiene un diámetro de 110 mm y un número de revoluciones de 960 min^{-1} . - -

20. Dimensiones de los anillos cilíndricos: - - - - -

1º \varnothing exterior 300 mm, \varnothing interior 240 mm

2º \varnothing exterior 180 mm, \varnothing interior 120 mm

El diámetro exterior del reactor II importa 600 mm, la longitud de su parte cilíndrica 1500 mm. Presenta dos anillos

cilíndricos transmisores de calor, cuyas dimensiones son las siguientes: - - - - -

1ª \varnothing exterior 500 mm, \varnothing interior 440 mm

2ª \varnothing exterior 355 mm, \varnothing interior 280 mm

5. A continuación del anillo cilíndrico interior sigue hacia abajo una placa de guía, la cual está apoyada sobre el fondo del aparato. El agitador de hélice tiene un diámetro de 265 mm, está alojado en el anillo cilíndrico interior y se mueve con un número de revoluciones de 360 min^{-1} . - - - - -

10. La construcción del reactor III es parecida a la del reactor I, pero sus dimensiones geométricas difieren de las de este último y son las siguientes: \varnothing 800 mm, longitud de la parte cilíndrica 800 mm, número de los anillos cilíndricos incorporados: 4, dimensiones de los anillos cilíndricos (desde fuera hacia dentro): - - - - -

15.

1ª \varnothing exterior 720 mm, \varnothing interior 660 mm

2ª \varnothing exterior 600 mm, \varnothing interior 540 mm

3ª \varnothing exterior 480 mm, \varnothing interior 420 mm

4ª \varnothing exterior 360 mm, \varnothing interior 300 mm

20. El órgano agitador es una hélice, la cual presenta un diámetro de 280 mm y un número de revoluciones de 350 min^{-1} . -

El reactor rápido IV es parecido al reactor II en la estructura de su construcción, siendo meramente diferentes sus dimensiones geométricas. Su diámetro exterior importa 500 mm, la longitud de su parte cilíndrica importa 1500 mm. Dimensiones

25.

de los anillos cilíndricos: - - - - -

1a ϕ exterior 440 mm, ϕ interior 380 mm

2a ϕ exterior 320 mm, ϕ interior 260 mm

5.

El agitador de hélice tiene un diámetro de 250 mm, un número de revoluciones de 500 min^{-1} y está alojado en el anillo cilíndrico interior. - - - - -

10.

El reactor rápido V presenta la misma construcción que el reactor rápido III. A continuación del reactor V sigue un reactor del mismo tipo que el reactor I y luego sigue un reactor del mismo tipo que el reactor IV. - - - - -

La disposición se completa mediante una centrifuga que trabaja en continuo, un filtro de tambor que trabaja igualmente en continuo, y además mediante depósitos de reserva, bombas de impulsión, etc. - - - - -

15.

Procedimiento: En el espacio interior de elevación del reactor rápido I se alimenta en continuo y a través de bocas dosificadoras separadas cada hora 44,5 kg de (+)-2-aminobutano-1-ol y 21,2 kg de dibrometano, a saber 100 mm por encima del agitador. La mezcla de reacción se mantiene a una temperatura de 20-30°C. La mezcla de reacción penetra a través del robose en el espacio interior de elevación del aparato II. La altura de entrada se encuentra 100 mm por encima del agitador. En el aparato II se produce la postreacción, manteniéndose la temperatura de la mezcla de reacción mediante el calentamiento por

20.

- agua de los anillos cilíndricos y de la superficie lateral del reactor a 38-40°C. El material pasa a continuación a través del reboso al reactor rápido III que dispone de un volumen útil de 300 litros, en el cual se adiciona a la mezcla de reacción en continuo con una velocidad de dosificación de 80 l/h una solución de hidróxido potásico preparada con alcohol etílico absoluto que contiene por cada litro 11,2 g de hidróxido potásico. Los componentes de reacción se introducen en el espacio interior de elevación del aparato. Las condiciones de flujo se regulan mediante el ajuste de los anillos cilíndricos. La altura óptima de los anillos cilíndricos importa 50-60 mm aproximadamente. El material pasa a continuación a través de la boca de reboso al reactor rápido IV. En este reactor, la mezcla de reacción se enfría a 0°C mediante una mezcla salina de refrigeración conducida en circuito. La mezcla heterogénea, que contiene una precipitación cristalina, sale sin reagitación del reboso y es conducida para los fines de la separación mediante filtrado del precipitado a un filtro de tambor que trabaja en continuo. La mezcla de reacción filtrada es conducida entonces en continuo al reactor rápido V, el cual funciona como un condensador por evaporación que trabaja a la presión atmosférica. Los anillos cilíndricos son calentados por agua caliente conducida en circuito. El residuo se extrae en continuo del reactor rápido y se somete a una destilación bajo vacío en un destilador provisto de un agitador. Por cada hora se recuperan 26,1 kg de (+)2-aminobutano-1-ol. El residuo se disuelve en 100 litros de etanol y la solución se dosifica con una velocidad
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

de dosificación de 125 l/h en un reactor del tipo I que presenta un volumen útil de 63 litros. - - - - -

5. La alimentación se efectúa a unos 100 mm por encima del agitador. Simultáneamente se alimenta con ayuda de una bomba de impulsión y con una velocidad de dosificación de 100 litros/h una mezcla de etanol y de n-propanol igualmente a una altura de 100 mm por encima del agitador. Al lado del ojo se introduce, además, simultáneamente con una velocidad de dosificación de 60 litros/h alcohol etílico anhidrico. La distancia entre el anillo cilíndrico interior y el fondo del reactor importa 20 mm. La
10. mezcla de reacción es conducida a través de la boca de reboso a un reactor del tipo II que presenta dos anillos, el cual dispone de una capacidad de 300 litros de volumen útil. La mezcla de reacción conducida al espacio interior de elevación de este reactor efectúa aquí una postreacción. El producto de la reacción se precipita de manera seguida de la mezcla y sale en continuo sin reagitación del reactor a través del reboso del mismo. El
15. producto final cristalino se separa mediante una centrifuga que trabaja en continuo. De esta manera se obtienen cada hora 23 kg de N,N'-bis-²-(1-oxibutil) -etilendiamina-dihidrocloreto. Rendimiento 80,5%; punto de fusión: 200-203°C. - - - - -
- 20.

Ejemplo 3

Fabricación de (+)2-aminobutanol-ol en el reactor rápido.

25. Disposición: 5 reactores rápidos, de los cuales el primero corresponde al tipo I, siendo también adecuado para la reagitación, el segundo y el tercero corresponden al tipo II, es de-

oir que aseguren de modo continuo el movimiento en un recorrido forzoso, mientras que el cuarto y el quinto reactor corresponden al tipo V y trabajen como destiladores (Fig. 2). - - - -

- Procedimiento: En un reactor del tipo I, el cual está
5. provisto de 3 anillos cilíndricos transmisores de calor, un agitador de hélice y una superficie lateral exterior de refrigeración, se introduce debajo del nivel del líquido en continuo y con una velocidad de 3 kg/h una solución acuosa preparada en una proporción de 1:1,2 de (+)2-amino-butano-1-ol tartárico.
 10. Simultáneamente se introduce igualmente en el anillo cilíndrico interior con una velocidad de dosificación de 3,6 kg/h una solución acuosa al 21-22% de hidróxido amónico técnico por debajo del nivel del líquido. La temperatura de la mezcla de reacción se mantiene a 18-22°C mediante agua temperada conducida en circuito a través de los anillos cilíndricos y de la pared hueca lateral del aparato. La distancia entre el anillo cilíndrico interior y el fondo del aparato importa 15-20 mm aproximadamente. La mezcla de reacción sale a través de una boca de rebosa y penetra en un reactor del tipo II que dispone de un volumen superior a los 300 litros, que está equipado con tres anillos cilíndricos y con un agitador de hélice. Cada anillo cilíndrico de número impar está provisto de una placa de guía y está apoyado sobre el fondo del recipiente. La mezcla de reacción se conduce al tercio inferior del espacio rodeado por el anillo cilíndrico situado más al interior.
 15. Simultáneamente se adiciona acetona a la mezcla de reacción con una velocidad de dosificación de 30 litros/h. A continuación, la mezcla de reacción diluida con acetona que sale del rebosa, pasa a un reactor rápido
 - 20.
 - 25.

- del tipo II, mantenido igualmente a 18-20°C, que coincide totalmente con el segundo aparato en cuanto a su estructura y dimensiones y está provisto igualmente de anillos cilíndricos apoyados sobre el fondo. En esta fase de la secuencia de reacciones, el producto secundario se precipita en continuo de la mezcla de reacción. La mezcla heterogénea de reacción que sale de la boca de rebosa es conducida a un filtro de tambor que trabaja en continuo, en donde se separa el tartrato amónico mediante filtraje. El filtrado es conducido en continuo a un reactor rápido del tipo V fabricado de vidrio, el cual tiene una temperatura interior de 60-60°C graduada mediante calefacción por agua. El amoníaco excedente y la acetona se separan en continuo de la mezcla de reacción, la cual penetra finalmente en un reactor rápido del tipo V, igualmente fabricado de vidrio, que trabaja bajo vacío (10-12 Torr). En esta disposición se efectúa la condensación de la mezcla de reacción. El agua y la acetona que salen de la boca de destilación que sigue a la disposición, se reconducen a la fase correspondiente de la fabricación en continuo; previamente se efectúa la destilación, en su caso, de la acetona. Del quinto reactor rápido sale (+)2-aminobutanol con una velocidad de 1,53 kg/h. Este producto puede utilizarse sin ninguna purificación previa para otras reacciones. En su caso puede purificarse el producto mediante destilación bajo vacío, $\frac{20}{D} = 8,8$. Calculado sobre el producto purificado, el rendimiento de la producción importa 1,05 kg/h. - - - - -

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus

territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - -

REIVINDICACIONES

- 1.- Perfeccionamientos en los reactores para la industria química, caracterizados porque en el eje vertical de un cuerpo de recipiente cilíndrico se encuentra dispuesto un agitador (1) ajustable en la dirección vertical, el cual posibilita también la elevación en la dirección axial, y porque este agitador está rodeado a una altura que puede modificarse de elementos (2) de transmisión de calor en forma de anillos cilíndricos que pueden ajustarse en la dirección vertical, pudiendo estar apoyado sobre el fondo del reactor el anillo cilíndrico situado más al interior y desde el centro del aparato hacia fuera cada anillo cilíndrico de número impar, y porque el borde superior de los anillos cilíndricos de número par puede sobresalir por encima del borde superior de los anillos cilíndricos de número impar.-
- 5.
- 10.
- 15.

2.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque el agitador (1) está alojado en el anillo cilíndrico situado más al interior. - - - - -

- 20.
- 3.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque comprende una pluralidad de unidades conectadas en serie, estando la boca de salida del aparato anterior en comunicación con el espacio interior de elevación del siguiente aparato situado dentro de la serie. - -

- 4.- Perfeccionamientos según la reivindicación 3, caracterizados porque comprende unidades refrigeradas y/o calentadas y/o unidades que trabajan evitando el intercambio térmico forzoso, conectadas en serie. - - - - -
5. 5.- Perfeccionamientos según una de las reivindicaciones 1-4, caracterizados porque el anillo cilíndrico que rodea el agitador sigue arriba o abajo una placa de guía. -
10. 6.- Perfeccionamientos según una de las reivindicaciones 1-5, caracterizados porque la proporción entre la sección transversal del flujo ascendente en el espacio de agitación delimitado por el anillo cilíndrico interior y la sección transversal del flujo descendente en los demás espacios útiles del reactor es de 1:1-1:10 y porque la proporción entre el diámetro interior del espacio interior de elevación y el diámetro del aparato es de 0,1:1-0,5:1. - - - -
15. 7.- Perfeccionamientos según una de las reivindicaciones 1-6, caracterizados porque el volumen total de los elementos transmisores de calor importa por lo menos el 20% del volumen útil del reactor. - - - - -
20. 8.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque la proporción entre el diámetro y la longitud del aparato es de $d/l = 0,5-10$. - - - - -
25. 9.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1, caracterizados porque los bordes superiores de los anillos cilíndricos individuales se encuentran desde dentro hacia

fuera a distancias y alturas decrecientes. - - - - -

5. 10.- Procedimiento de utilización del reactor rápido según la reivindicación 1, caracterizado porque los productos químicos se dosifican en continuo en el espacio delimitado por el anillo cilíndrico interior (2) apoyado sobre el fondo del reactor, moviéndose el material en un recorrido forzoso determinado por el anillo cilíndrico (2) y por el agitador (1) y saliendo después de rodear el anillo cilíndrico exterior (2) en continuo de una boca de rebosa del reactor rápido. - - - - -

15. 11.- Procedimiento de utilización del reactor rápido según una de las reivindicaciones 1, 3 ó 4, caracterizado porque los productos químicos se dosifican en continuo en el espacio interior de elevación del primer aparato de la serie, saliendo la mezcla de reacción de la boca de rebosa del reactor y penetrando en el espacio interior de elevación del reactor que sigue a continuación, saliendo luego finalmente de la boca de salida del último aparato de la serie, y regulándose las condiciones de la transmisión del calor y del flujo de los reactores individuales mediante el ajuste de la posición de los anillos cilíndricos y del agitador, del número de revoluciones del agitador y mediante la regulación de la temperatura de los anillos cilíndricos.

25. 12.- "PERFECCIONAMIENTOS EN LOS REACTORES PARA LA INDUSTRIA QUIMICA Y PROCEDIMIENTO PARA SU UTILIZACION". - -

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veintisiete hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras, y de dos láminas de dibujos que la ilustran.

MADRID, 23 SET. 1975

F.A. M. CURELL SUÑOL



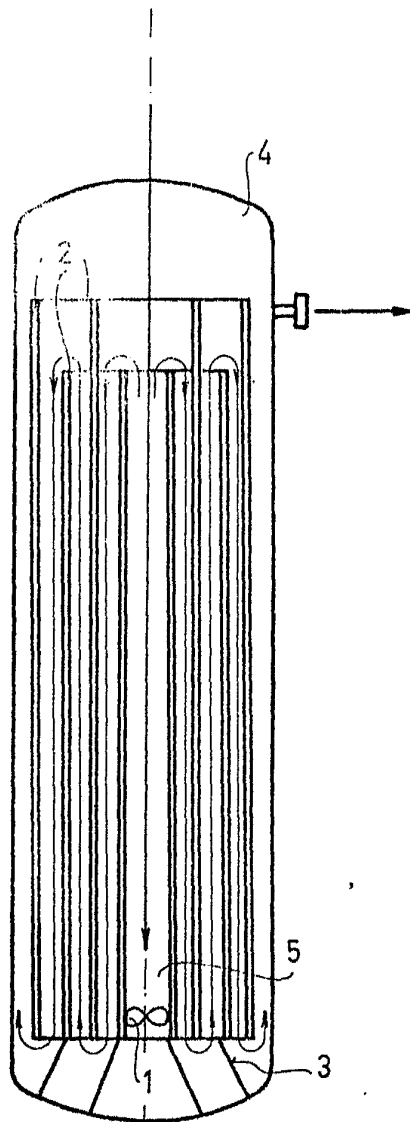


Fig.1

MARTEL, 23 SET. 1975

M. CURELL SUÑOL

Alcántara

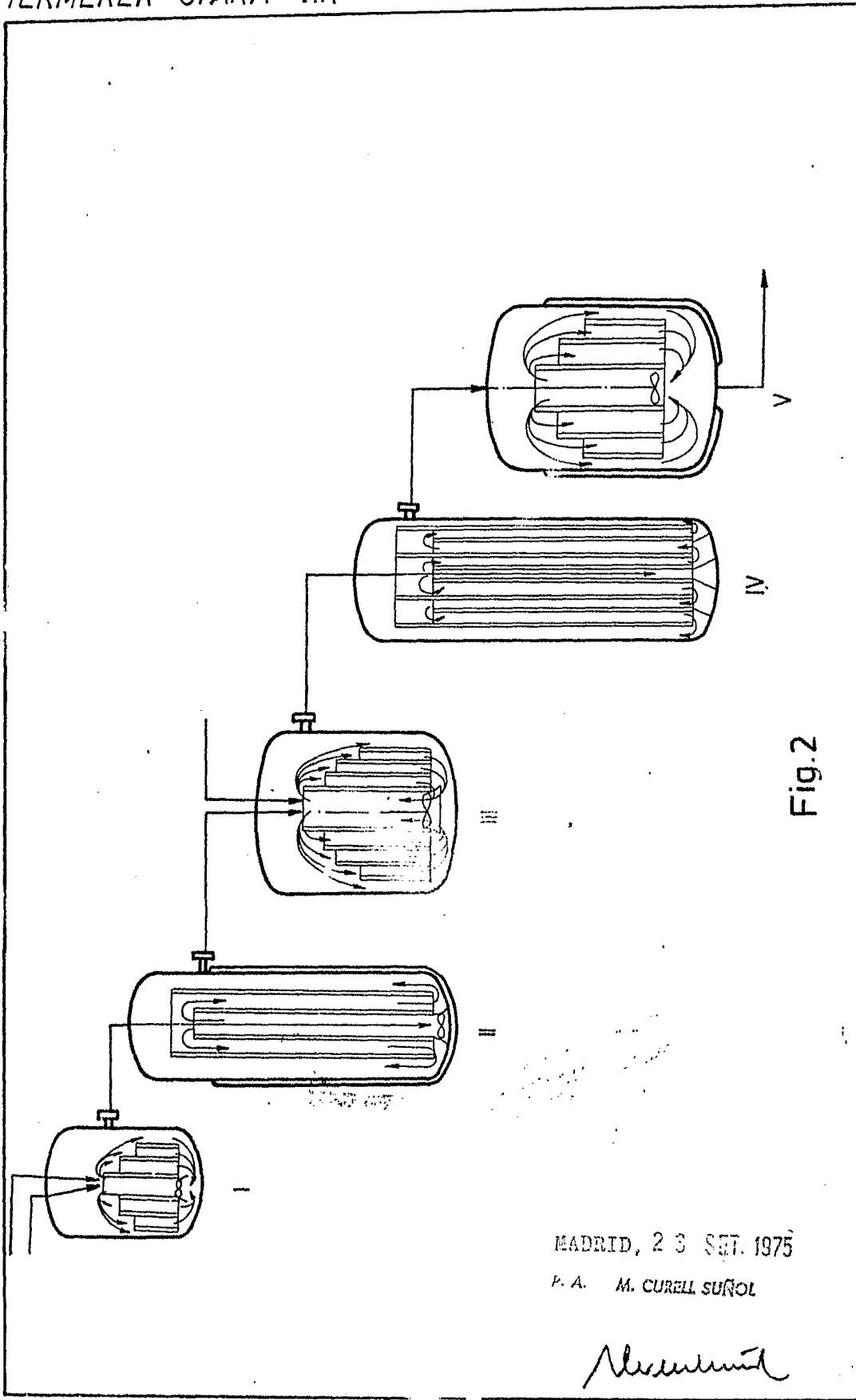


Fig. 2

MADRID, 23 SET. 1975

P. A. M. CURELL SUÑOL

M. Curell Suñol