

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

⑩ ES	⑪ NUMERO	⑩ A1
	449.954	
	⑫ FECHA DE PRESENTACION	
	19 julio 1.976	

PATENTE DE INVENCION

③① PRIORIDADES:	③② FECHA	③③ PAIS
③① NUMERO		
89069/75	21.7.1975	japonesa

④⑦ FECHA DE PUBLICIDAD	⑤① CLASIFICACION INTERNACIONAL	⑤② PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO7B	

⑤④ TITULO DE LA INVENCION
MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN PROCEDIMIENTO CONTINUO DE REACCION GAS-LIQUIDO PARA SULFATAR O SULFONATAR UNA SUSTANCIA REACCIONANTE ORGANICA LIQUIDA.

⑦① SOLICITANTE (ES)
KAO SOAP CO. LTD.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
1,1-chome, Nihonbashi-Kayabacho, Chuo-ku, Tokyo, Japon.

⑦② INVENTOR (ES)
Keiichi Tsuto, Kanji Majima, Shigeyasu Imamura todos de nacionalidad japonesa.

⑦③ TITULAR (ES)
El mismo solicitante

⑦④ REPRESENTANTE
DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU.

1

RESUMEN DE LA INVENCION

5

Se realiza la sulfonación de un compuesto orgánico sulfonable mediante una reacción en dos fases con un gas que contiene  $SO_3$ , donde la reacción de la primera fase se lleva a cabo haciendo pasar, en sentido ascendente y en corrientes paralelas, el compuesto orgánico y el gas conteniendo  $SO_3$  por los extremos inferiores de una multiplicidad de cilindros o dobles cilindros colocados verticalmente y la reacción de la segunda fase se lleva a cabo mediante las etapas de recoger el producto de reacción de la primera fase, agregar gas conteniendo  $SO_3$  nuevo al producto de reacción así recogido y haciendo descender en paralelo la mezcla de reacción por el extremo superior de un cilindro o doble cilindro colocado verticalmente.

10

15

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo de la invención

20

Esta invención se refiere a un procedimiento y a un aparato para la sulfonación y sulfatación de compuestos orgánicos que son líquidos a las temperaturas normales o de reacción, entre cuyos compuestos se encuentran los compuestos alcohólicos, compuestos con dobles enlaces sulfonables, hidrocarburos aromáticos y similares.

25

El término "sulfonación" en el sentido utilizado más adelante en la memoria y en las reivindicaciones, se emplea algunas veces en un sentido genérico aplicado a la sulfonación verdadera y a la sulfatación y algunas veces en un sentido específico para referirse a la verdadera sulfonación.

30

El término "sulfonar" o sus derivados se considera genéricamente, salvo que el contexto en el que se utiliza el término requiera el sentido específico.

1 Más específicamente, esta invención se refiere a un  
procedimiento mejorado y a un aparato para la sulfonación,  
donde los compuestos orgánicos líquidos antes mencionados se  
hacen reaccionar con trióxido de azufre gaseoso diluido con  
5 aire u otro gas inerte.

DESCRIPCION DE LA TECNICA ANTERIOR

10 Las reacciones que utilizan ácido sulfúrico concen-  
trado, ácido sulfúrico fumante o ácido clorosulfónico como  
reactivo de sulfonación han sido realizadas convencionalmen-  
te en una mezcla líquido-líquido y la mayoría de ellas son  
procedimientos discontinuos que utilizan una gran cantidad  
del reactivo sulfonatante. Sin embargo, estos procedimientos  
no carecen de diversos inconvenientes tales como que la ca-  
lidad del producto de reacción varía de un lote a otro y/o  
15 el producto de reacción contiene una cantidad considerable  
de compuestos inorgánicos indeseados.

20 En los últimos años, el trióxido de azufre ( $SO_3$ ) ha  
alcanzado una gran difusión como agente de sulfonación y sul-  
fatación. Se han intentado reacciones continuas en fase lí-  
quida-gaseosa y se han empleado a escala comercial utilizan-  
do  $SO_3$ . Sin embargo, los procesos de reacción convencionales  
que utilizan  $SO_3$ , como los mencionados a continuación, plan-  
tean diversos problemas en la ingeniería de producción. Por  
ejemplo, un reactor a base de un sistema de tuberías, descri-  
25 to en la patente estadounidense nº 2.923.728, en la publi-  
cación de patente japonesa nº 37.407/72, en la publicación  
de patente japonesa nº 8087/73, etc., es adecuado para velo-  
cidades de producción limitadas pero no es adecuado para la  
producción en masa. Para obtener una gran cantidad de produc-  
30 tos de reacción sulfonatados mediante el uso de un solo tubo

1 de reacción, el diámetro del tubo de reacción debe ser muy  
grande. Sin embargo, es difícil que el diámetro del tubo de  
reacción sea extraordinariamente grande porque entonces es  
5 difícil conseguir una refrigeración adecuada (eliminación del  
calor de reacción) que es un requisito crítico y por otras  
razones. Cuando se disponen varios tubos de reacción en para-  
lelo, es necesario un control estricto de la relación líquido-  
gas para cada tubo de reacción y por ello este proceso no es  
ventajoso industrialmente.

10 En la patente japonesa publicada nº 37.407/72 se des-  
cribe un procedimiento donde una película líquida de un lí-  
quido orgánico sulfonable es elevada mediante un gas que con-  
tiene  $\text{SO}_3$ . En esta propuesta, la cantidad de líquido alimenta-  
do puede ser aumentada sustancialmente, proporcionalmente al  
15 cuadrado del diámetro del tubo pero el área de refrigeración  
de la pared del tubo aumenta solamente en proporción directa  
con el diámetro del tubo. Por lo tanto, puede producirse una  
refrigeración inadecuada y esto da lugar a una temperatura  
de reacción elevada que a su vez produce una variación ina-  
ceptable del color del producto de reacción. Análogamente,  
20 esencialmente el espesor de la película líquida aumenta pro-  
porcionalmente con el diámetro del tubo con lo que se gene-  
ran distribuciones irregulares de concentraciones y tempera-  
turas de las sustancias reaccionantes en el interior de la  
película líquida, creando con ello condiciones inestables y  
25 dificultando la reducción al mínimo de las reacciones secun-  
darias indeseables.

#### COMPENDIO DE LA INVENCION

30 Esta invención se refiere a un procedimiento y a un  
aparato para la sulfonación que puede ser empleado eficaz-

1 mente para la producción a gran escala de compuestos sulfona-  
dos. Aunque esta invención es similar al procedimiento con-  
vencional en la característica de que la reacción se lleva  
5 a cabo como reacción en dos fases, esta invención obtiene  
unos resultados inesperadamente mejorados efectuando la reac-  
ción de la primera fase en una multiplicidad de tubos de  
reacción en paralelo y efectuando la reacción de la segunda  
fase en un solo tubo de reacción.

10 La ventaja conseguida mediante el uso de varios tubos  
de reacción en la primera fase es la siguiente: Debido a que  
la reacción no es completa al 100 % (sobre la base del com-  
puesto orgánico introducido) en la primera fase, la relación  
molar entre el líquido y el gas alimentados a cada uno de  
15 los reactores de la primera fase no tiene que ser controlada  
exactamente. Es decir, puede efectuarse un control preciso  
de la relación líquido-gas sobre la combinación de primera  
fase y segunda fase en conjunto pero no es necesario un con-  
trol estricto de cada fase de reacción y de cada reactor de  
la primera fase. Por ejemplo, cuando la reacción se lleva a  
20 cabo hasta aproximadamente el 80 % de su terminación en la  
primera fase y el resto de la reacción (alrededor del 20 %) se  
completa en la segunda fase, el grado de reacción en cada  
uno de los reactores de la primera fase puede ser diferente,  
por ejemplo el 78 % en un reactor de la primera fase y 82 %  
25 en otro reactor de dicha primera fase. Debido a que se combi-  
nan los productos de reacción de los reactores individuales  
de la primera fase y que la mezcla total es sometida a una  
reacción completa en el posterior reactor de la segunda fase,  
la falta de uniformidad en los grados de reacción en los reac-  
30 tores individuales de la primera fase no ejerce un efecto

1       adverso sobre la calidad y otras propiedades del producto  
          final resultante.

5       Por otra parte, la reacción de sulfonación es una  
          reacción muy exotérmica y la eficacia de refrigeración ejer-  
          ce una influencia importante sobre el color del producto fi-  
10       nal. Sin embargo, es evidente desde el punto de vista prácti-  
          co que el efecto refrigerante es reducido cuando aumenta el  
          diámetro del tubo porque el aumento en la cantidad de flujo  
          es mayor que el aumento de la superficie de transmisión de  
15       calor de la pared del tubo. Esta invención emplea unos tubos  
          de reacción de diámetro relativamente pequeño para la reac-  
          ción de la primera fase, donde la reacción es relativamente  
          rápida, con objeto de garantizar una refrigeración adecuada  
          y de esta forma se reduce al mínimo eficazmente la colora-  
          ción que de otra forma se produciría debido a la producción  
          de temperaturas excesivamente altas.

          Una realización del aparato de reacción de acuerdo  
          con este invento será descrita haciendo referencia a los di-  
20       bujos que acompañan a esta memoria.

20       BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

          La Fig. 1 es una sección central longitudinal de una  
          realización de un aparato de acuerdo con esta invención.

          La Fig. 2 es una sección tomada sobre la línea A-A  
25       de la Fig. 1.

          Como muestra la Fig. 1, tres tubos verticales 1, 2 y  
          3 están dispuestos concéntricamente definiendo un espacio  
          anular externo entre los tubos 2 y 3 y un espacio anular in-  
          terno entre los tubos 1 y 2. En el espacio anular situado en-  
30       tre los tubos 2 y 3, a una distancia predeterminada del cen-  
          tro del tubo 1 y con separaciones idénticas entre ellos, es-

1 tá dispuesto un cierto número de tubos de reacción vertica-  
les 4 de la primera fase. Los tubos 4 están fijados por sus  
extremos superiores e inferiores a las placas de tubos 5 y 6.  
5 La placa de tubos 6 dispone de un conducto anular 7 que se  
extiende axialmente desde el extremo inferior de cada uno de  
los tubos 4 y de otro conducto 8 que se extiende formando  
ángulos rectos con el conducto 7. En el conducto 7 está si-  
tuada una boquilla vertical 9 que se extiende hacia arriba  
por el extremo inferior del tubo 4. La boquilla 9 es esen-  
10 cialmente concéntrica con el tubo 4 y comunica con él.

Así, se proporcionan dos trayectorias que comunican  
con el interior del tubo 4. Una trayectoria atraviesa el in-  
terior de la boquilla 9 desde la parte inferior de la placa  
de tubos 6 y la otra atraviesa el conducto 8 desde la super-  
15 ficie lateral de la placa de tubos 6 y a través del espacio  
anular definido entre el tubo 4 y la boquilla 9.

Un tubo 10 curvado invertido está unido por uno de sus  
extremos al extremo superior del tubo 4 mediante un reborde  
11 y el otro extremo del tubo 10 se prolonga hacia abajo a  
20 través de una tapa plana 12. La tapa plana 12 cierra una aper-  
tura central de la placa de tubos 5. Una boquilla 13 se ex-  
tiende hacia abajo a través de la tapa plana 12 en el centro  
de la misma. El extremo superior del tubo 1 dispone de una  
sección colectora de líquidos en forma troncocónica invertida  
25 14, cuyo extremo superior está unido a la pared interna del  
tubo 2. Al extremo inferior de la placa de tubos 6, está fi-  
jada una placa terminal 16 en forma de cúpula que define un  
espacio 15 entre ambas placas. Al extremo inferior de la pla-  
ca terminal 16 está conectado un conducto de entrada 17. La  
30 parte inferior del tubo 1 penetra a través de la placa de tu-

1        bos 6 así como a través de la placa terminal 16 y dispone de un pörtico de descarga 18.

5        Al tubo 3 están fijadas una o más boquillas de entrada 19 para el agua refrigerante y boquillas de descarga 20 del agua refrigerante. Análogamente están fijadas al tubo 2 una o más boquillas 21 de entrada del agua refrigerante y boquillas de descarga 22 del agua refrigerante. Así, las superficies externas de los tubos 4 y del tubo 1 son enfriadas por el agua refrigerante suministrada a través de las boquillas.

10       Como puede verse en la Fig. 2, la realización antes mencionada utiliza ocho tubos 4. No es necesario decir que el número de tubos 4 puede ser modificado a voluntad. Análogamente, también puede ser modificado el método de conexión de las boquillas y similares.

15       El aparato de esta invención antes descrito opera de la siguiente forma.

20       Se introduce en cada uno de los conductos 8 una cantidad predeterminada de un compuesto orgánico líquido, mediante una bomba dosificadora o un medio similar. Como el aparato mostrado en las Figuras 1 y 2 contiene ocho tubos 4, también contiene ocho conductos 8. Por lo tanto, el compuesto sulfonable de partida es alimentado continuamente en una cantidad predeterminada dosificada a cada uno de los ocho tubos 4. Se introduce un gas que contiene  $SO_3$  a través de la boquilla 17. El gas conteniendo  $SO_3$  pasa a cada uno de los tubos 4 a través de las boquillas 9. El gas aspira el compuesto orgánico que asciende a través del espacio situado entre la boquilla 9 y el tubo 4 y lo eleva verticalmente formando una delgada película ascendente de compuesto orgánico sobre la pared interna del tubo 4.

25

30

1           La operación de los tubos 4 es descrita con más detalle en la solicitud de patente estadounidense número de serie 243.874, presentada el 13 de Abril de 1972, cuyo contenido completo se incorpora aquí por referencia.

5           El compuesto orgánico descargado a través del tubo curvado 10 (es decir, el producto incompletamente sulfonado) se recoge en el dispositivo colector de líquido 14 y desde allí desciende a lo largo de la pared interna del tubo individual 1 en forma de película delgada. El gas descargado del tubo curvado 10, por otra parte, desciende por el interior del tubo 1 junto con gas conteniendo  $SO_3$  nuevo que es alimentado desde la boquilla 13. El compuesto orgánico sulfonado prácticamente por completo y el gas son descargados por el pórtico inferior 18. La mezcla de compuesto orgánico así descargado (producto sulfonado) y gas es sometida a una separación de gas-líquido mediante un ciclón o un medio similar y después el producto sulfonado es neutralizado para obtener un producto final. La separación gas-líquido y la neutralización pueden ser de cualquier tipo habitual adecuado y estas operaciones no están ilustradas en los dibujos que acompañan a esta memoria.

15           Como la reacción de sulfonación es una reacción exotérmica, se introduce agua de refrigeración por la boquilla 19 para evitar un aumento excesivo de la temperatura del compuesto orgánico sometido a la primera fase de reacción en el interior de los tubos 4. En la segunda fase de reacción en el interior del tubo 1, por su parte, se evita de forma similar la producción de un aumento excesivo de temperatura del compuesto orgánico mediante la introducción de agua de refrigeración por la boquilla 21. Las boquillas 20 y 22 están dis-

20

25

30

1 puestas para descargar el agua de refrigeración. El sistema  
de suministro de agua de refrigeración no está específicamen-  
te limitado a la disposición antes mencionada. Por ejemplo,  
5 el agua de refrigeración puede ser introducida desde la bo-  
quilla 20 y descargada por la boquilla 19. Cuando los tubos  
1 y 4 tienen una longitud considerable, por ejemplo, pueden  
disponerse varios pódicos de alimentación y descarga para  
el agua de refrigeración.

10 En la primera fase de la reacción de acuerdo con este  
invento, se introduce continuamente desde abajo hacia arri-  
ba, en los tubos verticales 4, el material de partida de la  
reacción más una corriente de aire o un gas inerte que con-  
tiene de 1 a 20 % en volumen de trióxido de azufre ( $SO_3$ ). La  
15 velocidad de la corriente gaseosa en el interior de los tu-  
bos 4 se selecciona de manera que sea superior a 20 m/segundo  
de forma que el gas actúe por sí mismo como fuerza propulsora,  
forme una película anular ascendente del material orgánico  
sulfonable en el interior del tubo de reacción 4 y así garan-  
tice una mezcla suficiente de las sustancias reaccionantes y  
20 una refrigeración adecuada de la mezcla de reacción sobre la  
superficie de la pared interna del tubo. Como la película  
anular ascendente es elevada contra el efecto de la gravedad,  
es sometida a una acción de mezcla y de esta manera se redu-  
cen al mínimo las reacciones secundarias indeseables.

25 Cuando la velocidad del gas en los tubos 4 es superior  
a 120 m/segundo, la película líquida es agitada de forma ex-  
traordinariamente intensa, formando con ello una niebla de  
líquido disperso en el gas. En consecuencia, el contacto gas-  
líquido resulta indeseablemente excesivo, con lo que la velo-  
30 cidad de reacción también es excesivamente alta y el calor

1 de reacción es incontrolablemente intenso. Además, también  
aumenta la pérdida de presión y esto da lugar a inconvenien-  
tes desde el punto de vista económico. Por lo tanto, la velo-  
cidad máxima del gas en los tubos 4 es de 120 m/segundo.

5 El contacto gas-líquido es iniciado en el punto donde  
la corriente de gas es expulsada de la boquilla 9. Alterna-  
tivamente, la materia orgánica líquida de partida puede ser  
inyectada junto con un gas inerte formando así una película  
anular ascendente en el interior del tubo de reacción, des-  
pués de lo cual puede introducirse una segunda corriente ga-  
seosa de  $\text{SO}_3$  gaseoso o de una mezcla gaseosa que contiene una  
10 gran concentración de  $\text{SO}_3$  y ponerse en contacto con el líqui-  
do. Véase la patente estadounidense nº 2.923.728 que ilustra  
esta técnica.

15 Las condiciones de formación de la película anular  
ascendente varían con las propiedades de las sustancias reac-  
cionantes, es decir, la sustancia orgánica de partida así co-  
mo con la mezcla de gas inerte y  $\text{SO}_3$  y con las propiedades  
de los productos intermedios. En el caso del material de par-  
20 tida utilizado en esta invención que será descrito más ade-  
lante, la película anular ascendente puede ser formada cuando  
la velocidad del gas está comprendida entre 20 y 120 m/segun-  
do.

25 En este caso, la película anular no asciende en un  
flujo laminar sencillo a lo largo de la pared del tubo. Por  
el contrario, la mezcla de reacción líquida asciende al mismo  
tiempo que experimenta un flujo giratorio de manera que la  
película es agitada moderadamente y partes de la película son  
30 arrancadas de la superficie de la pared para exponer superfi-  
cies de reacción nuevas pero sin que se destruya la película

1 como un todo.

La reacción de la primera fase es de la máxima importancia para controlar la coloración del producto. En esta intervención, la reacción de la primera fase se lleva a cabo mediante la película ascendente al mismo tiempo que se garantiza una refrigeración adecuada mediante una multiplicidad de tubos dispuestos en paralelo, con la consecuencia de que el producto sulfonado resultante es de una calidad extraordinariamente buena. La reacción de la segunda fase, por su parte, se efectúa fundamentalmente para completar la reacción. Por lo tanto, no aparece ningún problema tal como refrigeración inadecuada y similares cuando la reacción se lleva a cabo mediante una sola película descendente en el tubo 1. Análogamente, debido a que el flujo del reactivo líquido en la segunda fase es favorecido por la acción de la gravedad, la velocidad de la corriente gaseosa en el tubo 1 no es crítica.

El grado de reacción en la primera fase está comprendido entre 60 y 95 %, preferiblemente entre 75 y 95 % y el resto de la reacción es completada en la segunda fase. La cantidad de gas conteniendo  $\text{SO}_3$  suministrada a través del conducto 17, en proporción con el compuesto orgánico suministrado por los conductos 8 en la reacción de la primera fase, es seleccionada adecuadamente para que satisfaga el grado de reacción antes mencionado en la primera fase.

La proporción de compuesto orgánico a  $\text{SO}_3$  total suministrado al sistema de reacción completo, incluidas las reacciones de la primera y de la segunda fases, es controlada preferiblemente de manera que la cantidad de  $\text{SO}_3$  sea de 1,0 a 1,1 moles por mol de compuesto orgánico.

1 El diámetro del tubo 1 es mayor que el diámetro de los  
tubos 4 de manera que las corrientes líquidas combinadas de  
los tubos 4 desciendan a lo largo del tubo 1 formando una  
película delgada. La película que fluye a lo largo del tubo 1  
5 puede ser más gruesa que las películas que fluyen a lo largo  
de los tubos 4. Por ejemplo, las películas que ascienden por  
los tubos 4 pueden tener un espesor de 0,012 a 0,12 cm y la  
película que desciende por el tubo 1 puede tener un espesor  
de hasta unos 0,5 cm.

10 Los compuestos que son sulfonados en esta invención  
son los materiales sulfonables y sulfatables convencionales  
que son líquidos a las temperaturas normales o de reacción  
(es decir, alrededor de 10° a 125°C) y entre estos se encuen-  
tran los siguientes:

- 15 1. Alcoholes de cadena lineal o ramificada de 8 a 20 átomos  
de carbono y mezclas de estos alcoholes.
2. Alquilbencenos con una cadena lateral alquímica de 0 a 25  
átomos de carbono y mezclas de los mismos.
- 20 3. Olefinas de cadena lineal de 6 a 25 átomos de carbono y  
mezclas de las mismas.
4. Aductos de óxidos de alquileo y compuestos con hidrógeno  
activo como alcoholes, fenoles o ácidos grasos.
5. Alquilolamidas de ácidos grasos de 10 a 20 átomos de car-  
25 bono.
6. Ácidos grasos de 8 a 20 átomos de carbono y mezclas de los  
mismos y ésteres de alcoholes inferiores de estos ácidos  
grasos y mezclas de estos ésteres de alcoholes inferiores.
7. Esteres de alcoholes polihídricos de ácidos grasos, de 8 a  
30 20 átomos de carbono y aductos de óxido de alquileo de los  
mismos.

1 Los compuestos antes mencionados de las clases 1 a 7 pueden ser mezclados si se desea y la mezcla puede ser sometida a la reacción de sulfonación de este invento.

5 Como ejemplo de gas conteniendo  $SO_3$ , podemos mencionar el anhídrido sulfúrico estabilizado (v.g. "Sulfan", nombre comercial) que primero se evapora y después se diluye con aire o con un gas inerte o el llamado gas de convertidor obtenido por conversión de un gas de combustión de azufre, que se utiliza como tal o después de diluido. La concentración de  $SO_3$  en el gas que contiene  $SO_3$  es de 1 a 20 % en volumen, preferiblemente de 2 a 10 % en volumen.

10 EJEMPLO

15 La sulfonación se lleva a cabo utilizando el aparato del tipo indicado en el dibujo, donde se utilizan ocho tubos de un diámetro interno de 25 mm y una longitud de 3 m para la primera fase de reacción y un solo tubo de un diámetro interno de 81 mm y una longitud de 8 m (incluida una tubería de 5 m que se extiende debajo de la placa 6 para conectar con un ciclón) en la segunda fase de reacción.

20 Los resultados se encuentran en la siguiente tabla.

25 Con fines comparativos, también se ilustran los resultados de dos experimentos donde la reacción se termina después de solamente la primera fase de reacción (Ejemplo Comparativo 1) y donde la reacción en la película delgada ascendente se lleva a cabo utilizando un solo tubo con un diámetro interno de 90 mm y una longitud de 30 m (Ejemplo Comparativo 2).

	<u>Esta invención</u>	<u>Ejemplo Comparativo 1</u>	<u>Ejemplo Comparativo 2</u>
1	Alcohol laurílico, caudal (kg/h)	245	178
	SO <sub>3</sub> + aire, caudal (NM <sup>3</sup> /h)	1164	1075
5	Concentración de SO <sub>3</sub> , %	2,32	1,81
	Relación de distribución de SO <sub>3</sub> , primera fase/segunda <sup>3</sup> fase	84/16	-
	Grado de reacción, %	96,8	96,5
10	Color del producto de reacción (producto neutralizado), índice de Klett	10	40
	Laurexipolietoxietanol (P.M. 320), caudal (kg/h)	237	278
	SO <sub>3</sub> + aire, caudal (NM <sup>3</sup> /h)	905	1075
15	Concentración de SO <sub>3</sub> , %	1,80	1,78
	Relación de distribución de SO <sub>3</sub> , primera fase/segunda <sup>3</sup> fase	80/20	-
	Grado de reacción, %	96,7	95,2
20	Color del producto de reacción (producto neutralizado), índice de Klett	31	50

Observaciones:

El índice de Klett se obtiene así: se neutraliza el producto de reacción y se ajusta para formar una solución acuosa que contiene 10 % del componente sulfonatado. La absorción a 420 mμ en una célula de 1 cm se multiplica por 1000 para dar el índice de Klett.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

30 1. Mejoras introducidas en un procelimiento continuo de reacción gas-líquido para sulfatar o sulfonar una sustancia reac-

1 cionante orgánica líquida capaz de ser sulfatada o sulfona-  
tada por reacción con trióxido de azufre gaseoso, que com-  
prende las etapas de hacer ascender a los extremos inferio-  
5 cados verticalmente una corriente de dicha sustancia reaccio-  
nante orgánica líquida y una corriente de un gas conteni-  
do  $\text{SO}_2$ , ascendiendo dichas corrientes en flujo paralelo si-  
multáneo a través de dichos cilindros de la primera fase,  
recoger y combinar las corrientes líquida y gaseosa de los  
10 cilindros de la primera fase, agregar gas conteniendo  $\text{SO}_2$   
nuevo a dichas corrientes y después hacer descender todas  
ellas a través de un cilindro de segunda fase colocado ver-  
ticalmente.

15 2. Mejoras según la reivindicación 1, donde la  
sustancia reaccionante orgánica citada se hace reaccionar  
con trióxido de azufre gaseoso para obtener el correspondien-  
te producto de reacción sulfatado o sulfonatado, caracteri-  
zadas las mejoras porque consisten en introducir continuamen-  
te en cada una de una multiplicidad de zonas de reacción dis-  
20 tintas de primera fase (A) una corriente anular externa cons-  
tituida por la sustancia reaccionante orgánica líquida cita-  
da, ascendiendo dicha corriente, y esencialmente llenándolo,  
a través de un espacio anular de pequeño espesor radial de-  
finido entre un elemento cilíndrico externo y un elemento  
25 cilíndrico interno y desde allí verticalmente hasta el extre-  
mo inferior de una zona de reacción cilíndrica vertical alar-  
gada de primera fase y simultáneamente ascendiendo continua-  
mente a través de dicho elemento cilíndrico interno (B) una  
corriente gaseosa interna constituida por una mezcla de al-  
30 rededor de 1 a 20% en volumen de trióxido de azufre y el res

1 to de un diluyente gaseoso inerte, fluyendo dichas corrientes en flujo simultáneo esencialmente paralelo y dirigido verticalmente hacia arriba y a través de dicha zona de reacción cilíndrica vertical alargada de la primera fase estando dispuesta la totalidad de la corriente gaseosa citada en el interior de dicho cilindro interno y aislada de la corriente de sustancia reaccionante orgánica antes de la entrada de dichas corrientes en la zona de reacción, ascendiendo las corrientes a través de dicha zona de reacción en contacto gas-líquido, formando la corriente de sustancia reaccionante líquida una película líquida externa ascendente, anular, delgada y continua, de espesor esencialmente uniforme, sobre la pared de dicha zona de reacción y extendiéndose a lo largo de toda la longitud de la misma, ascendiendo la citada corriente gaseosa dentro de dicha película líquida a través de toda la longitud de la zona de reacción y con una velocidad de flujo comprendida aproximadamente entre 20 y 120 m/segundo, poniéndose la citada corriente gaseosa en contacto uniformemente con la película líquida anular en toda su superficie interna en la citada zona de reacción para producir un movimiento ascendente y mezclar la película líquida, con la que la sustancia reaccionante orgánica y el trióxido de azufre gaseoso se mezclan y se ponen en contacto entre sí para efectuar la reacción y extrayendo rápidamente el calor de la mezcla de reacción resultante a medida que asciende a través de la zona de reacción;

sacar continuamente las corrientes líquidas y las corrientes gaseosas citadas por los extremos superiores de todas las zonas de reacción de primera fase, combinar todas las corrientes para formar una sola película anular de dicho

1 líquido y una sola corriente de dicho gas, inyectar en dicho  
gas desde el exterior del sistema un suministro nuevo de una  
corriente gaseosa constituida por una mezcla de alrededor  
de 1 a 20 % en volumen de trióxido de azufre y el resto de  
5 un diluyente gaseoso inerte, hacer pasar las corrientes de  
líquido y gas en flujo simultáneo, esencialmente paralelo  
y dirigido verticalmente hacia abajo al interior y a través  
de una sola zona de reacción vertical alargada de segunda  
fase, descendiendo dichas corrientes a través de la zona de  
10 reacción de segunda fase en contacto gas-líquido con dicha  
corriente de sustancia reaccionante líquida, formando una  
película líquida externa continua, anular, delgada y descen-  
dente de espesor esencialmente uniforme sobre la pared de  
la zona de reacción de segunda fase y extendiéndose a lo lar-  
15 go de toda la longitud de la misma, fluyendo la citada co-  
rriente gaseosa en el interior de la película líquida descen-  
diendo a través de toda la longitud de la zona de reacción  
de segunda fase y poniéndose en contacto sustancialmente  
uniforme con dicha película líquida anular con lo que la pe-  
20 lícula líquida y el trióxido de azufre gaseoso se mezclan y  
se ponen en contacto entre sí para efectuar la reacción y  
extrayendo rápidamente el calor de la mezcla de reacción re-  
sultante a medida que desciende a través de la zona de reac-  
ción de la segunda fase;

25           separar la fase líquida de la fase gaseosa después de  
que éstas han salido por el fondo de la zona de reacción de  
la segunda fase y recuperar el producto de reacción de la  
fase líquida.

30           3. Mejoras según la Reivindicación 2, donde la suma  
de las cantidades de trióxido de azufre suministradas a la

1 primera y segunda zonas de reacción es de 1,0 a 1,1 moles  
por cada mol de dicha sustancia reaccionante orgánica líquida y la cantidad de trióxido de azufre suministrada a dicha  
5 primera zona está seleccionada de manera que la reacción de  
sulfonación o sulfatación presenta un grado de reacción del  
60 al 95 % cuando la corriente líquida y la corriente gaseosa entran en la segunda zona de reacción.

10 4. Mejoras según la Reivindicación 3, donde la  
reacción de sulfonación o sulfatación presenta un grado de  
reacción de 75 a 95 % cuando la corriente líquida y la corriente gaseosa entran en la segunda zona de reacción.

5 5. Mejoras según la Reivindicación 2, donde el  
citado gas contiene de 2 a 10 % en volumen de trióxido de  
azufre.

15 6. Se reivindica por último como objeto sobre el  
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:  
MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN PROCEDIMIENTO CONTINUO DE REAC-  
CION GAS-LIQUIDO PARA SULFATAR O SULFONATAR UNA SUSTANCIA  
REACCIONANTE ORGANICA LIQUIDA.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la  
presente memoria descriptiva que consta de diecinueve páginas mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

Madrid, 19 julio 1.976

BERNARDO UNGRIA

P.P.

25

30

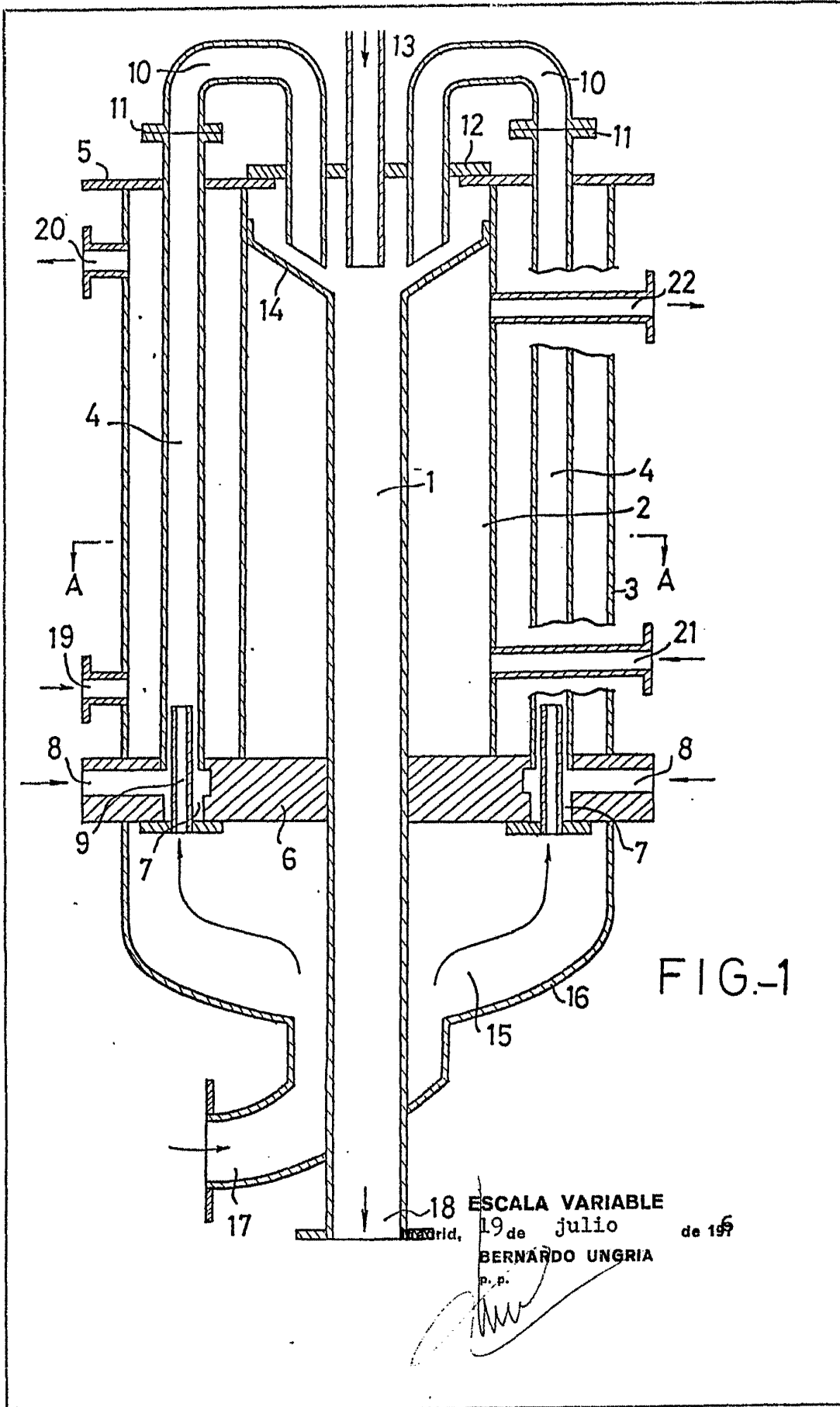


FIG.-1

18 ESCALA VARIABLE  
19 de julio de 1967  
BERNARDO UNGRIA  
p. p.

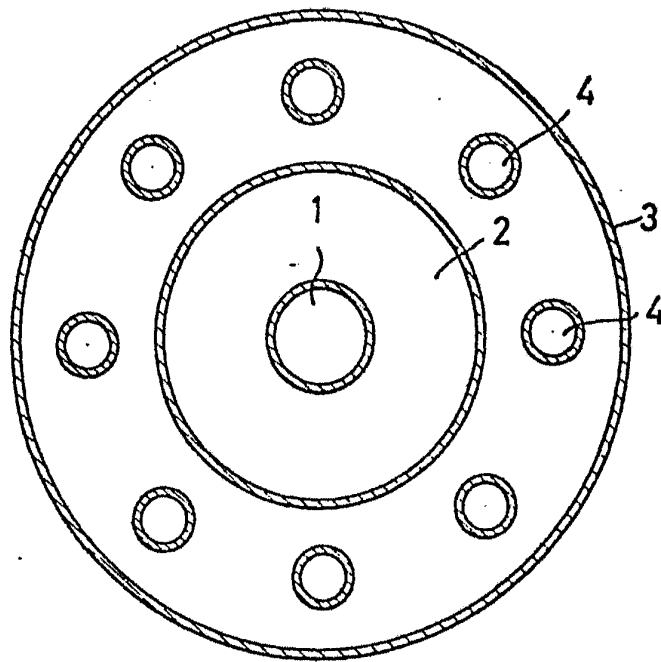


FIG.-2

ÉSCALA VARIABLE  
Madrid, 19 de julio de 1976  
BERNARDO UNGRIA  
p. p.