

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

CONCEDIDA

|    |    |    |                       |        |    |    |
|----|----|----|-----------------------|--------|----|----|
| 10 | ES | 11 | NUMERO                | 159397 | 19 | A1 |
|    |    | 21 |                       |        |    |    |
|    |    | 22 | FECHA DE PRESENTACION | 1-6-77 |    |    |

PATENTE DE INVENCION

|   |                                |                                      |
|---|--------------------------------|--------------------------------------|
| 30 PRIORIDADES:   |                                |                                      |
| 31 NUMERO   | 32 FECHA                       | 33 PAIS                              |
| 20567/75<br>20568/75  | 15-5-75<br>15-5-75             | Gran Bretaña<br>" "                  |
| 47 FECHA DE PUBLICIDAD  | 51 CLASIFICACION INTERNACIONAL | 62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA |
|   | B01F ; C02B                    | Nº 447.925                           |
| 54 TITULO DE LA INVENCION   |                                |                                      |
| "UN APARATO MEZCLADOR Y UN METODO PARA MEZCLAR AL MENOS DOS FLUI DOS" |                                |                                      |
| 71 SOLICITANTE (ES)   |                                | (MP199/200 Div.)                     |
| ALBRIGHT & WILSON LIMITED   |                                |                                      |
| DOMICILIO DEL SOLICITANTE   |                                |                                      |
| P. O. Box 3, Oldbury, Warley, West Midlands, Inglaterra.              |                                |                                      |
| 72 INVENTOR (ES)  |                                |                                      |
| M.J. CROSBY   |                                |                                      |
| 73 TITULAR (ES)   |                                |                                      |
|   |                                |                                      |
| 74 REPRESENTANTE  |                                |                                      |
| DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ                                      |                                | (P.- 66074)                          |

UNE A - 4 MOD. 3106

1fg  
Concedido el Registro de acuerdo con los requisitos exigidos en la presente del Acta y según el contenido de la memoria adjunta. *AF*

20 III. 1978

UTILICESE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

El presente invento se refiere a un aparato mezclador y a un método para mezclar al menos dos fluidos con miras a la sulfonación o sulfatación de un material orgánico.

Cuando un compuesto orgánico sulfonable o sulfatable, por ejemplo un compuesto aromático tal como benceno o un alcohol graso tal como alcohol laurílico se sulfona o sulfata por trióxido de azufre, hay un considerable desprendimiento de calor, que si se asocia con concentraciones locales elevadas de trióxido de azufre en la mezcla de reacción, puede dar origen a un producto de reacción excesivamente decolorado.

En esta memoria se emplean los términos "sulfonado", "sulfatado", "sulfonable", "sulfatable", "sulfonación", y "sulfatación", dependiendo de la naturaleza del compuesto que reacciona; así los hidrocarburos aromáticos se sulfonan, pero los alcoholes grasos se sulfatan. Con el fin de obtener productos sulfonados o sulfatados ligeramente coloreados, tales como productos de reacción de ácidos sulfónicos aromáticos para empleo, por ejemplo como agentes tensioactivos o hidrótopos o productos de reacción de sulfatos de alcoholes grasos para empleo, por ejemplo como agentes tensioactivos, es usual moderar los efectos del calor de la reacción diluyendo el trióxido de azufre, bien con un gas inerte, por ejemplo a una concentración del 5% en aire seco o con un diluyente líquido inerte, por ejemplo un hidrocarburo clorado o dióxido de azufre líquido. La necesidad del diluyente gaseoso o líquido introduce problemas de purificación del diluyente antes de la reacción y la separación después de ella y problemas en el empleo. Así los diluyentes gaseosos tienen que estar secos antes de su empleo y separarse del producto de reacción después de la reacción sin arrastre

1 del producto, del compuesto sulfonable o sulfatable sin  
reaccionar y/o del diluyente líquido. La presencia de dilu-  
yentes gaseosos en el medio de reacción líquido significa  
que son más difíciles para bombear que las fases líquidas.  
5 solas. Los diluyentes líquidos tienen que separarse del  
producto de reacción. También se ha propuesto emplear trió-  
xido de azufre gaseoso tal cual y sin diluir pero a presión  
reducida aplicada externamente. Es conocido hacer reaccio-  
nar el compuesto sulfonable o sulfatable con trióxido de  
10 azufre líquido en un aparato complicado en el que el trióxi-  
do de azufre se dirige a un compuesto orgánico presente en  
la superficie de al menos cuatro paletas impulsoras móviles  
que están próximas a la superficie de transferencia de ca-  
lor. La mezcla de reacción del compuesto orgánico y el tri-  
15 óxido de azufre se cizalla entre la paleta impulsora y la  
superficie de transferencia de calor para reducir la tempe-  
ratura. Finalmente, es conocido sulfonar o sulfatar compues-  
tos sulfonables o sulfatables con una mezcla de trióxido de  
azufre/aire en un circuito de reacción con separación de  
20 1/5 o 1/3 del producto de reacción y recirculación del res-  
to. Se sugiere en un documento adicional que el trióxido de  
azufre gaseoso sin diluir podría emplearse en un procedi-  
miento en circuito continuo pero no se dan detalles.

25 Los autores del presente invento han encon-  
trado que se puede preparar un producto sulfonado o sulfata-  
do por un procedimiento con trióxido de azufre líquido o  
gaseoso sin diluir en un aparato sencillo con un circuito  
en el que el material de partida orgánico se diluye con su  
producto de reacción sulfonado o sulfatado recirculado, la  
30 puesta en contacto entre el material de partida orgánico y

1 el trióxido de azufre ocurre en condiciones de régimen tur-  
bulento y la magnitud de recirculación es muy elevada. El  
procedimiento tiene la ventaja de no requerir diluyente pa-  
ra el trióxido de azufre y en el caso de materiales de par-  
5 tida de tipo alcoholbencenos frecuentemente da productos li-  
geramente coloreados.

El presente invento proporciona un procedi-  
miento para sulfonar o sulfatar un material de partida orgá-  
nico sulfonable o sulfatable, que es preferiblemente un com-  
10 puesto aromático o un alcohol graso de 8-18 átomos de carbo-  
no, que comprende hacer pasar trióxido de azufre sin diluir  
en forma líquida o gaseosa a través de un líquido reactivo  
que comprende el material de partida orgánico y su derivado  
sulfonado o sulfatado para dar una mezcla de reacción, estan-  
15 do el líquido en un estado de régimen turbulento en el pun-  
to de contacto del trióxido de azufre y el líquido y des-  
pués en la zona de reacción del trióxido de azufre y el lí-  
quido, enfriar la mezcla de reacción antes y/o después de  
separar una parte de la mezcla de reacción como producto  
20 sulfonado o sulfatado, estando la relación en peso de la  
mezcla de reacción separada al resto de la mezcla de reac-  
ción en el intervalo de 1:40 a 1:2.000, añadir más material  
de alimentación orgánico al resto de la mezcla de reacción  
para compensar lo que se ha separado como producto y recons-  
25 tituir el líquido reactivo y recircularlo para ponerlo en  
contacto con más trióxido de azufre.

Los compuestos que pueden sulfonarse en el  
procedimiento del invento, incluyen compuestos aromáticos  
de 6 a 36 átomos de carbono libres de grupos inestables en  
30 las condiciones de reacción, por ejemplo grupos amino li-

1 bres. Son ejemplos benceno y alcohol-bencenos que tienen  
1 a 3 grupos alcohol, cada uno de 1 a 15 átomos de carbono,  
tal como alcohol-bencenos con 1 a 3 grupos alcohol, cada  
5 uno de 1 a 5, especialmente de 1 a 3 átomos de carbono,  
por ejemplo tolueno y los tres isómeros de xileno, y mono-  
alcohol-bencenos en los que el grupo alcohol contiene de  
8 a 15 átomos de carbono, por ejemplo dodecil-bencenos, tales  
10 como benceno con una cadena lateral de dodecilo lineal  
o tetrámero de propileno. El compuesto aromático puede tener  
uno o dos sustituyentes que son átomos de halógeno, tal  
como cloro o bromo (como en los cloro-toluenos), grupos hidroxilo  
(como en el fenol) o grupos carboxílicos (como en  
15 el ácido benzoico); el compuesto aromático puede tener un  
sustituyente nitro o un sustituyente ácido sulfónico. El  
número total de sustituyentes en cualquier anillo de benceno  
generalmente no es mayor de tres. Los equivalentes de  
naftaleno de los compuestos anteriores, por ejemplo el naftaleno  
20 propiamente dicho pueden también ser sulfonados.  
Otras clases de materiales de partida orgánicos sulfonables  
son las olefinas, por ejemplo las de 8 a 20 átomos de carbono,  
tales como dodec-1-eno, hexadec-1-eno y octadec-1-eno o  
hexadeceno insaturado al azar u olefinas de vinilideno, y  
ácidos grasos, por ejemplo los de 8 a 20 átomos de carbono  
25 tales como los ácidos laurico y esteárico, así como ácidos  
olefínicos, por ejemplo de 3 a 20 átomos de carbono, preferiblemente  
de 4 a 18 átomos de carbono tales como los ácidos maléico,  
fumárico y oleico.

Ejemplos de materiales de partida orgánicos sulfatables son los alcoholes,  
preferiblemente los alcoholes grasos de 8 a 20 átomos de carbono, tales como alcohol-  
30

1 les laurílicos, cetílico y estearílico y sus mezclas, in-  
cluyendo mezclas tales como las comercialmente disponibles  
con una gran proporción de uno de los alcoholes y pequeñas  
cantidades de otros alcoholes. Los productos de reacción de  
5 estos alcoholes grasos con óxido de etileno u óxido de pro-  
pileno que contienen generalmente 1 a 10 de unidades estruc-  
turales derivadas del óxido pueden estar sulfatados. También  
pueden sulfatarse los alcohol-fenoles con, por ejemplo 1 a  
12 átomos de carbono en el grupo alcohol, y los productos  
10 de reacción de un mol de estos con, por ejemplo 1 a 10 mo-  
les de óxido de etileno u óxido de propileno, las alcanola-  
midas de ácidos grasos, por ejemplo con 8 a 18 átomos de  
carbono en la parte de ácido graso, por ejemplo las que se  
derivan del ácido laurico y 2 a 12 átomos de carbono en la  
15 parte de alcanolamida por ejemplo, las que se derivan de  
mono, o di- o tri-etanolamina y los productos de reacción  
de 1 mol de las alcanolamidas de ácidos grasos con por ejem-  
plo 1 a 10 moles de óxido de etileno u óxido de propileno.

20 Sin embargo preferiblemente el compuesto sul-  
fonable o sulfatable es benceno o un alcohol-benceno, como  
se ha definido antes o un alcohol graso. El trióxido de azu-  
fre está preferiblemente en forma gaseosa.

Los productos sulfonados o sulfatados pueden  
emplearse en composiciones detergentes.

25 Un aspecto esencial de este invento es que  
el trióxido de azufre y el material de partida orgánico es-  
tán en contacto cuando el líquido que contiene el material  
de partida está en un estado de régimen turbulento, prefe-  
riblemente con un número de Reynolds aparente de al menos  
30 2.000, por ejemplo al menos 3.000, generalmente 3.000 a

1 18.000 tal como 3.000 a 10.000 o 10.000 a 15.000. El número  
de Reynolds puede ser mayor que 18.000 pero los valores  
mayores se hacen progresivamente antieconómicos. El número  
de Reynolds aparente se calcula suponiendo que no hay pre-  
5 sente fase gaseosa, es decir en el caso del empleo de  $SO_3$   
gaseoso su volumen se desprecia.

Puede conseguirse la turbulencia con una va-  
riedad de mezcladores, por ejemplo los descritos en "Chemical  
Engineers Handbook", Ed. R. H. Perry y C.H. Chilton,  
10 McGraw Hill Book Co., Nueva York, 5ª Edición, 1.973, sec-  
cción 21, páginas 4-8, tales como mezcladores de chorro,  
mezcladores de placas con orificios, mezcladores "Kenic",  
mezcladores de boquilla y bombas centrífugas y mezcladores  
agitados mecánicamente, tales como mezcladores "Silverson"  
15 (tanto si en el mezclador funcionan los rotores como si no),  
bombas centrífugas y mezcladores tales como los descritos  
en la memoria de la patente británica nº 1052976. En cada  
caso el tubo de entrada para el trióxido de azufre está co-  
locado de tal modo que su extremo está en una región de tur-  
20 bulencia en el mezclador.

Debido a los costes de capital, de funciona-  
miento y de reparación el mezclador es preferiblemente uno  
estático que no tiene partes móviles. Ejemplos de dichos  
mezcladores son los de placas con orificios, mezcladores  
25 "Kenic", Venturi y de chorro, así como los dispositivos en  
los que la tubería de entrada para el trióxido de azufre y  
las tuberías que llevan el líquido de reacción recirculado  
que contiene el material de partida están dispuestas de mo-  
do que, con ayuda de tabiques deflectores, si es necesario  
30 o si se desea, hay el necesario régimen turbulento en las

1 condiciones de temperatura, naturaleza del material de par-  
tida y caudales que actúan en el procedimiento. Especialmen-  
te importantes son los mezcladores de placas con orificios  
que comprenden una placa dispuesta a través del flujo líqui-  
5 do de reacción con al menos un orificio axial, a través del  
cual pasa el líquido, originando el acto del paso la produc-  
ción de régimen turbulento en el orificio, aguas arriba y  
aguas abajo del orificio. Preferiblemente el trióxido de  
azufre se hace pasar a través de una tubería cuya salida es  
10 tá en la región turbulenta en la proximidad del orificio,  
tanto aguas arriba como aguas abajo del orificio o en el  
mismo orificio. El trióxido de azufre puede hacerse pasar  
a la región turbulenta desde una dirección paralela, por  
ejemplo coaxial con la dirección principal del flujo del lí-  
15 quido de reacción o puede hacerse pasar desde una dirección  
sustancialmente perpendicular a la dirección principal del  
flujo. La tubería de entrada para el trióxido de azufre pue-  
de pasar a través del orificio como se muestra en la memo-  
ria de la patente británica nº 975914, o con la tubería de  
20 entrada rodeada por el líquido de reacción aguas arriba del  
orificio y el extremo de la tubería de entrada en el orifi-  
cio en lugar de pasar a través de él. Alternativamente, la  
tubería de entrada puede pasar desde fuera del tubo que lle-  
va la mezcla de reacción directamente a la región de turbu-  
25 lencia aguas abajo del orificio, generalmente perpendicular  
a la dirección principal del flujo del líquido de reacción.

Más preferiblemente el mezclador es un mezcla-  
dor de placas con orificios de régimen turbulento que com-  
prende un orificio que es sustancialmente perpendicular a  
30 la placa y una abertura en la pared interna del orificio,

1 fluyendo el líquido de reacción a través del orificio y pa-  
sando el trióxido de azufre a través de la abertura. El ori-  
ficio constituye un agujero a través de la placa con la  
abertura que constituye un paso en la pared del agujero. La  
5 relación del diámetro del orificio al espesor de la placa,  
es decir la longitud del orificio es generalmente al menos  
0,5:1, por ejemplo 1:1 a 50:1, preferiblemente 1:1 a 20:1  
y especialmente 1,5:1 a 10:1. Se entenderá que las referen-  
cia a una "placa" en la presente memoria incluye una cons-  
10 trucción fabricada compuesta de dos placas delgadas unidas,  
siendo el espacio entre ellas tal que pueda acomodarse una  
tubería de alimentación a la abertura. El "orificio" toma  
luego la forma de una corta longitud de tubería entre las  
dos placas delgadas. Si se desea puede haber más de una  
15 abertura, por ejemplo 2 a 4 aberturas en la pared interna  
del orificio. El conducto que conduce el segundo fluido a  
la abertura en la pared del orificio puede estar perforado  
a través del espesor de la placa, convenientemente en una  
dirección radial. Sin embargo, no es esencial que la aber-  
20 tura esté nivelada con la pared interna, y es posible intro-  
ducir una tubería o collar que sobresalga más allá de la pa-  
red en una dirección radial aguas arriba o aguas abajo. Pre-  
feriblemente el mezclador comprende una placa integral en  
que se ha fabricado un agujero u orificio axial y al menos  
25 un conducto o abertura radial por ejemplo por perforación,  
teniendo el orificio, la abertura en su pared interna. La  
placa puede ser de sección circular, cuadrada o rectangular,  
con el orificio preferiblemente en su centro; el centro de  
la abertura está preferiblemente a igual distancia de los  
30 extremos del orificio, por ejemplo a una distancia de 40-60

1 de la longitud del orificio desde el extremo del orificio.  
Las dimensiones del mezclador de placa de régimen turbulento  
deben ser tales, en relación con la densidad de la masa  
del líquido de reacción, su viscosidad y su velocidad lí-  
5 ncal en el orificio, que el número de Reynolds en el orifi-  
cio es mayor del mínimo para el régimen turbulento, es de-  
cir 2.000, pero preferiblemente mayor que 3.000, por ejem-  
plo de 3.000 a 15.000, tal como 4.500 a 15.000, especialmen-  
te de 10.000 a 15.000. Cuanto mayor es el diámetro del ori-  
10 ficio para un volumen constante de fluido a través del ori-  
ficio, más pequeño es el número de Reynolds y menor la cai-  
da de presión a través de la placa, de modo que la elección  
del diámetro es un compromiso entre el deseo de un número  
de Reynolds elevado que da la turbulencia máxima y evitar  
15 una caída de presión elevada que requiere el máximo consumo  
de energía. En general el diseño será un compromiso de las  
necesidades antagónicas de caudal y número de Reynolds  
elevados con una presión de bomba aplicada razonable por un  
lado y una caída de presión elevada a través de la placa  
20 por otro. Este mezclador de placa con orificios de régimen  
turbulento puede ser de construcción sencilla y las condi-  
ciones para operaciones con éxito de procedimientos a peque-  
ña escala pueden aumentarse de escala fácilmente para pro-  
cedimientos a gran escala.

25 El presente invento proporciona particular-  
mente un procedimiento para sulfonar o sulfatar un material  
de partida orgánico sulfonable o sulfatable, que es prefe-  
riblemente un compuesto aromático o un alcohol graso de 8  
a 18 átomos de carbono, que comprende hacer pasar un líqui-  
do reactivo que comprende el material de partida orgánico  
30

1 y su derivado sulfonado o sulfatado como primer fluido a  
través de un primer orificio de una placa, siendo el orifi-  
cio sustancialmente perpendicular a la placa, y teniendo  
una abertura en la pared interna del orificio, y hacer pa-  
5 sar trióxido de azufre sin diluir como segundo flujo en for-  
ma líquida o gaseosa a través de dicha abertura, estando el  
número de Reynolds aparente del líquido reactivo en el ori-  
ficio en el punto de unión de la abertura en el intervalo  
de 2.000 a 20.000, produciendo la mezcla del trióxido de  
10 azufre y el material de partida una mezcla de reacción, en-  
friar la mezcla de reacción, separar una parte de la mezcla  
de reacción como producto sulfonado o sulfatado, estando la  
relación en peso entre la mezcla de reacción separada y el  
resto de la mezcla de reacción en el intervalo de 1:40 a  
15 1:2.000, añadir más material de partida orgánico al resto  
de la mezcla de reacción para compensar la que se separó co-  
mo producto y reconstituir el líquido de reacción y recir-  
cularlo para ponerlo en contacto con más trióxido de azu-  
fre.

20 El régimen turbulento se alcanza por empleo  
del mezclador y también porque hay una bomba en el circuito  
a través del cual fluye el líquido; el requerimiento para  
el régimen turbulento necesita una bomba que trabaje a una  
elevada velocidad de bombeo. El régimen turbulento existe  
25 en el mezclador y en la zona de reacción donde quiera que  
el trióxido de azufre sin reaccionar se ponga en contacto  
con el material de partida (o sus derivados sulfonados o sul-  
fatados) y reaccione con él. La mayor parte de las bombas y  
los intercambiadores de calor para enfriar la mezcla de reac-  
30 ción mantienen turbulento un líquido alimentado en un esta-

1 do de régimen turbulento. Se prefieren bombas de presión  
fija, por ejemplo bombas centrífugas aunque puede emplearse  
cualquier otro tipo de bomba capaz de una velocidad de bom-  
2 beo elevada. Es posible que el mezclador actúe también co-  
5 mo bomba, por ejemplo el mezclador Silverson con el rotor  
funcionando, pero preferiblemente el mezclador y la bomba  
están separados. Los sulfonatos de color claro a partir de  
los alcohol-bencenos pueden producirse mejor si el líquido  
se mezcla con el trióxido de azufre antes de hacerlo pasar  
10 a través de la bomba en lugar de después, es decir el mez-  
clador está en el lado de entrada de la bomba en lugar de  
en el de salida. El sistema de circuito de recirculación con-  
tiene también un intercambiador de calor como refrigerante,  
y una entrada para el material de partida y una salida para  
15 la mezcla de reacción. El refrigerante está preferiblemente  
entre el mezclador y la salida en la dirección del flujo  
líquido. Por tanto, se produce preferiblemente sulfonación  
o sulfatación en un circuito de reacción con recirculación  
a través del que se bombea el líquido de reacción y la mez-  
20 cla, teniendo el reactor en la dirección del flujo de la  
mezcla de reacción y el líquido, una entrada para el mate-  
rial de partida, proporcionando un mezclador un régimen tur-  
bulento en el que el trióxido de azufre, preferiblemente en  
forma gaseosa se hace pasar por una bomba, un intercambia-  
25 dor de calor como refrigerante y una salida para la mezcla  
de reacción. El líquido de reacción y la mezcla están prefe-  
riblemente en un estado de régimen turbulento en el mezcla-  
dor, en la bomba y en el intercambiador de calor y pueden  
estar en todo el circuito. El trióxido de azufre y el mate-  
30 rial de partida se hacen pasar continuamente por el circuito

1 y el producto de sulfonación o sulfatación se separa conti-  
nuamente.

La temperatura del líquido a medida que en-  
tra al mezclador antes de la reacción con el trióxido de  
5 azufre está influida principalmente por la necesidad de con-  
trolar la viscosidad del líquido, siendo el límite inferior  
el que mantiene una viscosidad tal que haya régimen turbu-  
lento, siendo el límite superior preferiblemente 150°C, y  
con presión en el sistema si es necesario detener la volatili-  
10 zación del compuesto orgánico a la temperatura del líquido.  
Preferiblemente la temperatura del líquido es 0 a 80°C y es-  
pecialmente 20 a 60°C. El empleo de temperaturas elevadas  
puede tender a dar mayor decoloración en los productos sul-  
fonados que la que ocurre a temperaturas más bajas, pero la  
15 viscosidad del líquido de reacción es inferior a temperaturas  
elevadas, produciendo mayor turbulencia para el mismo consu-  
mo de energía por la bomba o la misma turbulencia con un  
consumo de energía menor. Se deduce un equilibrio entre los  
factores opuestos. Durante la reacción, se desarrolla calor  
20 y la temperatura máxima de la mezcla de reacción efluente  
es preferiblemente 150°C; la temperatura usual es 25 a 65°C.  
Generalmente, no se aplica vacío de modo externo sobre el  
sistema de circuito en el que se mantienen la mezcla de reac-  
ción y el líquido de reacción. El sistema de circuito se man-  
25 tiene generalmente con una presión externa de al menos sus-  
tancialmente la atmosférica, por ejemplo hasta 10 atmósfe-  
ras y preferiblemente a alrededor de la presión atmosférica,  
es decir preferiblemente no hay presión o vacío aplicados  
de modo externo.

30 El líquido que se hace reaccionar con el tri

1 óxido de azufre puede contener un diluyente líquido inerte,  
tal como un hidrocarburo alifático clorado, por ejemplo te-  
tracloruro de carbono. Puede descarse dicho diluyente cuan-  
do el producto de reacción es de tan alto punto de fusión o  
5 de tal viscosidad que la temperatura necesitada para recir-  
cular el producto de reacción cuando se encuentra líquido y  
dar un régimen turbulento en el mezclador sería bastante  
elevada lo que daría como resultado una decoloración inde-  
bida y/o formación de otros subproductos. Ejemplos de dichos  
10 productos de reacción son los derivados de los compuestos  
de naftaleno, alcanolamidas, sus derivados alcoxilados y al-  
coholes y fenoles alcoxilados. Sin embargo, preferiblemente  
falta el diluyente inerte de modo que no se necesita ningun-  
na etapa de separación del diluyente después de la reacción  
15 y el producto final está constituido sustancialmente por  
los productos sulfonados o sulfatados o el contaminante lí-  
quido principal es material de partida sin reaccionar que  
puede prepararse y recircularse para su nuevo uso.

Después que se ha producido la reacción, la  
20 mezcla de reacción se enfría, generalmente a una temperatu-  
ra igual a la temperatura de entrada del líquido de recir-  
culación antes de la reacción. La reacción es exotérmica,  
siendo absorbido el calor de reacción en la masa del líqui-  
do de circulación como un sumidero de calor. El enfriamien-  
to es preferiblemente tal que da una diferencia de tempera-  
25 tura máxima del líquido en diferentes partes del circuito  
de 50°C, especialmente una diferencia máxima de 10°C. El  
enfriamiento puede tener lugar en una o más etapas, hacién-  
dose pasar la mezcla de reacción por uno o más inte-cambia-  
dores de calor. Generalmente la parte de la mezcla de reac-  
30

1 ción se retira como producto de reacción después de enfria-  
miento al menos parcial del líquido de reacción y el resto  
se mezcla con material de partida orgánico de nueva aporta-  
ción para compensar el material de partida orgánico reaccio-  
5 nado y separado, y volver a llevar el contenido del mate-  
rial de partida en la mezcla hasta el valor deseado para la  
alimentación de entrada en la reacción con trióxido de azu-  
fre. El líquido con el contenido del compuesto orgánico sul-  
fonable o sulfatable restablecido de esta forma se recircu-  
10 la luego para posterior reacción con trióxido de azufre. De  
modo alternativo pero menos preferido, la mezcla de reac-  
ción puede enfriarse después de que se retire la parte,  
existiendo enfriamiento antes o después de que se añade el  
material de partida de nueva aportación.

15 La parte de la mezcla de reacción sacada del  
sistema constituye  $1/40$  a  $1/2.000$  partes del peso del resto  
de la mezcla de reacción recirculada, es decir una relación  
de recirculación de  $40:1$  a  $2.000:1$ , preferiblemente  $100:1$  a  
 $1.000:1$ , por ejemplo  $100:1$  a  $700:1$  y especialmente  $150-650:$   
20  $1$ , por ejemplo  $150-275:1$  o  $275-350:1$ .

La cantidad del material de partida en el  
líquido de reacción depende, de la naturaleza del material  
de partida, la composición deseada del producto separado  
del sistema y la relación de recirculación.

25 Cuando el material de partida se degrada por  
un exceso sustancial de trióxido de azufre y cuando es difi-  
cil separar cualquier cantidad de material de partida sin  
reaccionar del producto sulfonado o sulfatado, como ocurre  
con la mayor parte de los materiales de partida alifáticos  
30 y también por ejemplo con el dodecil-benceno, la relación

1 molar de  $\text{SO}_3$  a material de partida es generalmente de 0,9:1  
a 1,1:1, por ejemplo 0,9:1 a 1,05:1, preferiblemente 0,93:1  
a 1,05:1, especialmente 0,93:1 a 1,0:1. En estos casos la  
relación molar de la cantidad del material de partida en el  
5 líquido de reacción que ha de ponerse en contacto con  $\text{SO}_3$   
a la cantidad de derivado sulfonado o sulfatado en ese lí-  
quido es preferiblemente de 0,01:99,99 a 5:95 y especial-  
mente alrededor de 0,1:99,9 a 3:97. Cuando el material de  
partida que ha de sulfonarse no se degrada fácilmente por  
10 un exceso de  $\text{SO}_3$ , la relación molar de  $\text{SO}_3$  al material de  
partida puede ser mayor de 1:1, por ejemplo en el interva-  
lo de 0,9:1 a 2:1 o si el material de partida sin reaccionar  
se separa más fácilmente del producto de reacción, como con  
los alcohilo inferior bencenos, entonces la relación molar  
15 de  $\text{SO}_3$  al material de partida puede ser de 0,1:1 a 1:1, por  
ejemplo 0,5:1 a 0,95:1. Se emplean relaciones molares de  
 $\text{SO}_3$  a material de partida mayores de 1,2:1 cuando se desea  
disulfonación, por ejemplo de hidrocarburos aromáticos. La  
composición del líquido que ha de reaccionar con  $\text{SO}_3$  puede  
20 variar en un amplio intervalo. Cuando el nivel de material  
de partida sin reaccionar en el producto separado del siste-  
ma ha de mantenerse bajo de modo que la mezcla de reacción  
esté sustancialmente libre de material sin reaccionar (es  
decir menos del 2%), la relación molar del material de par-  
25 tida a derivado sulfonado puede ser 0,01:99,99 a 10:90, pre-  
feriblemente 0,01:99,99 a 5:95, por ejemplo 0,1:99,9 a 3:97.  
Cuando se desea que el producto contenga una cantidad sustan-  
cial de material de partida volátil sin reaccionar, la rela-  
ción molar de material de partida a derivado sulfonado pue-  
30 de ser de 5:95 a 90:10, por ejemplo 15:85 a 90:10. Estas úl

1 timas proporciones pueden a menudo ser ventajosas si el pro-  
ducto ha de purificarse por separación de las sulfonas ob-  
tenidas con los materiales de partida constituidos por hi-  
drocarburos aromáticos, debido a que el producto bruto pue-  
5 de tratarse con agua y la capa acuosa de ácido sulfónico se  
separa de una capa orgánica que comprende material de parti-  
da sin reaccionar e impurezas insolubles en agua, tal como  
las sulfonas. La relación molar trióxido de azufre: material  
de partida está determinada por la composición deseada del  
10 producto, así como por la naturaleza del material de parti-  
da.

El producto separado del sistema puede emplear-  
se tal cual o convertirse en la sal correspondiente por tra-  
tamiento con una base y/o purificarse separando las impure-  
15 zas.

Así en el caso de reacción de los compuestos  
aromáticos con trióxido de azufre en una relación molar me-  
nor de 1:1,2, el líquido separado del sistema comprende  
cualquier compuesto aromático sin reaccionar y compuestos  
20 sulfonados que son principalmente los ácidos monosulfónicos  
de los compuestos aromáticos y diluyente líquido inerte (si  
se emplea en la reacción) y también puede contener pequeñas  
cantidades de ácidos disulfónicos, ácido sulfúrico y/o sul-  
fonas. Cuando la relación molar de trióxido de azufre a ma-  
25 terial de partida aromático es mayor de 1,2:1, el líquido  
separado del sistema comprende compuestos sulfonados que  
son ácidos disulfónicos y ácidos monosulfónicos y diluyen-  
te líquido inerte (si se emplea en la reacción) y puede con-  
tener también pequeñas cantidades de compuesto aromático sin  
30 reaccionar, ácido sulfúrico y/o sulfonas. Los ácidos sulfó-

1 nicos pueden venderse tal cual, o después de tratamiento  
con una base para formar una fase acuosa que comprende una  
solución de una sal sulfonato. La base puede ser una solu-  
5 ción acuosa de un hidróxido, carbonato o bicarbonato de me-  
tal alcalino, por ejemplo hidróxido de sodio o carbonato de  
sodio o amoníaco o una amina orgánica, tal como una trial-  
cohilamina o dialcohilamina, cada una con 1 a 4 átomos de  
carbono en cada grupo alcohol, por ejemplo dimetilamina o  
una alcohilamina, por ejemplo etanolamina. Alternativamen-  
10 te el líquido se trata con agua, opcionalmente después de  
añadir un disolvente de tipo hidrocarburo, por ejemplo benceno,  
tolueno, xileno o parafina para provocar la separación  
en una fase acuosa que contiene los ácidos sulfónicos y una  
fase orgánica que contiene el compuesto aromático sin reac-  
15 cionar y sulfona (y el hidrocarburo añadido). No es neces-  
ario añadir más hidrocarburo si el producto separado del sis-  
tema contiene una cantidad sustancial de compuesto aromáti-  
co volátil sin reaccionar, como se ha mencionado antes, o  
diluyente líquido inmiscible en agua. El ácido sulfónico  
20 acuoso puede emplearse tal cual o convertirse en una sal co-  
mo se ha descrito antes. El tratamiento del líquido bruto  
con la solución acuosa de la base puede ir seguido también  
por separación de la fase orgánica como se ha descrito an-  
tes. Pueden separarse trazas del material de partida orgáni-  
25 co residual o hidrocarburos a partir del producto de ácido  
sulfónico o su sal por eliminación de compuestos volátiles,  
por ejemplo bajo vacío.

Con el fin de hacer mínima la producción de  
sulfonas en la reacción de sulfonación, cuando el material  
30 de partida es benceno o benceno sustituido por al menos una

1 cadena de alcohol de 1 a 5 átomos de carbono, la reacción se lleva a cabo preferiblemente en presencia de un inhibidor de sulfonas.

5 El inhibidor de sulfonas se añade generalmente con el material de partida si es soluble en él, pero si no, se añade separadamente al líquido de reacción generalmente antes de la adición del trióxido de azufre. Pueden emplearse cantidades de inhibidor de hasta 10% (en peso basados sobre el peso del producto sulfonado), por ejemplo  
10 hasta 5%, preferiblemente 0,5 a 5%, especialmente 1 a 5%. Los inhibidores pueden ser compuestos oxigenados, compuestos nitrogenados o sales metálicas. La clase de los compuestos oxigenados incluye los descritos en la memoria de patente británica N<sup>o</sup> 1306226 de la firma solicitante tal como  
15 éteres cíclicos, por ejemplo de 4 a 8 átomos de carbono tal como dioxano o tetrahydrofurano, éteres dialcolílicos, por ejemplo de 1 a 4 átomos de carbono en cada grupo alcohol tal como éter dietílico, dialcolilcetonas, por ejemplo de 3 a 7 átomos de carbono tal como acetona y metiltilcetona,  
20 cetonas cicloalifáticas tal como ciclo-hexanona, ácidos carboxílicos, por ejemplo de 2 a 6 átomos de carbono tal como los ácidos acético o propiónico, ésteres de estos ácidos carboxílicos, por ejemplo con alcoholes de 1 a 6 átomos de carbono tal como acetato de etilo y anhídridos de éstos ácidos  
25 carboxílicos tal como anhídrido acético; se prefiere el ácido acético y el anhídrido acético. La clase de los compuestos nitrogenados incluye los descritos en la memoria de la patente británica n<sup>o</sup> 1304514 de la firma solicitante e incluye monoaminas, por ejemplo de fórmula  $R_2N$  en la que cada R, que puede ser igual o diferente, es hidrógeno, alcohol por  
30

1 ejemplo de 1 a 6 átomos de carbono, cicloalcoholo, por ejem-  
plo de 5 a 7 átomos de carbono o arilo (preferiblemente hi-  
drocarbilo aromático) por ejemplo de 6 a 12 átomos de car-  
bono, tal como amoniaco, di-alcoholaminas y tri-alcoholami-  
5 nas tal como trietilamina y diisopropilamina, aminas aromá-  
ticas primarias y cicloalcoholaminas tal como anilina y ci-  
clohexilamina; diaminas y triaminas, por ejemplo alcoholen-  
diaminas de 2 a 6 átomos de carbono tal como etilen-diamina  
y alcoholen-triaminas de 4 a 10 átomos de carbono tal como  
10 dietilen-triamina; aminas heterocíclicas tal como piridina,  
quinoleína e isoquinoleína; amidas de ácidos carboxílicos,  
por ejemplo la amida a partir de cualquier amina primaria  
o secundaria antes mencionada preferiblemente amoniaco o di-  
metil-amina y un ácido carboxílico de 1 a 4 átomos de carbo-  
15 no tal como ácido carbónico, fórmico y acético, preferible-  
mente urea, dimetil-formamida y dimetil-acetamida; sales  
de amina, en las que la parte de amina puede basarse en  
cualquiera de las aminas antes mencionadas, por ejemplo amo-  
niaco y la parte de ácido es de un ácido inorgánico tal co-  
20 mo ácido clorhídrico, sulfúrico o fosfórico, o un ácido or-  
gánico, sulfónico o carboxílico tal como ácidos hidrocarbilo  
sulfónicos o alcohol-sulfónicos aromáticos, tales como áci-  
dos xilenosulfónico, toluen-sulfónico, bencenosulfónico o  
metanosulfónico. Las sales metálicas incluyen sales de meta-  
25 les alcalinos de ácidos orgánicos o inorgánicos, que son  
las equivalentes a las sales de metal alcalino de las sales  
de amina antes mencionadas.

Cuando el producto aromático sulfonado se de-  
sea en su forma ácida, el inhibidor es preferiblemente un  
30 compuesto oxigenado, por ejemplo ácido acético o anhídrido

1 acético debido a que los otros inhibidores introducen a me-  
nudo compuestos indeseables en el ácido, por ejemplo sales  
de amonio. Cuando el producto aromático sulfonado se desea  
en su forma de sal, la presencia de sales de amonio o la  
5 producción de amoníaco como subproductos, por ejemplo urea  
no es de importancia debido a que la neutralización del  
producto de ácido libre libera la amina o amoníaco, que pue  
de separarse de la sal.

El material de partida o el inhibidor de sul  
10 fonas (si no se añade este último con el material de parti-  
da) puede mezclarse con 300% (en peso de inhibidor), prefe-  
riblemente de 20 a 170% de agua, o el agua puede añadirse  
al líquido de reacción. El agua parece que actúa como inhi-  
bidor auxiliar de sulfonas pero puede dar como resultado un  
15 mayor porcentaje de ácido sulfúrico libre en el producto de  
reacción, que puede ser deseable en ciertas aplicaciones.  
El agua añadida sola es un inhibidor de sulfonas pobre y  
aumenta considerablemente el contenido de ácido sulfúrico  
libre en el producto de reacción. Ejemplos de combinaciones  
20 útiles de inhibidor y agua son agua y ácidos carboxílico,  
ésteres o anhídridos, por ejemplo agua y ácido acético, an-  
hídrido acético o acetato de etilo.

Cuando el material de partida orgánico sulfa  
25 tado es un alcohol graso, la mezcla de reacción separada  
del sistema comprende alcohol sin reaccionar y el mono-alco-  
hil-sulfato deseado (y diluyente inerte si está presente)  
algunas veces junto con el éster del dial-cohil-sulfato. La  
mezcla se trata generalmente con una solución acuosa de una  
base, por ejemplo la descrita antes para formar una fase  
30 acuosa que comprende una solución acuosa de una sal sulfato.

1 La cantidad de base es al menos suficiente para neutrali-  
zar el producto de reacción. Pueden llevarse a cabo opera-  
ciones similares cuando el material de partida es cualquier  
otro compuesto capaz de ser sulfatado.

5 Los productos de sulfonados o sulfatados de  
presente invento pueden tratarse por cualquiera de las téc-  
nicas conocidas empleadas para producir materiales vendi-  
bles. Por ejemplo, en el caso de la sulfonación de olefinas  
que tienen 6 a 20 átomos de carbono es necesario incluir  
10 una etapa de procedimiento que de como resultado la hidró-  
lisis de la sulfona formada en la reacción. Otro ejemplo es  
que en el caso de la sulfonación de dodecil-benceno puede  
ser deseable añadir pequeñas cantidades de agua al producto  
ácido sulfónico con el fin de evitar que se oscurezca el co-  
15 lor del ácido sulfónico en el almacenamiento y evitar que  
se desvie del pH de las sales producidas a partir de él. Es-  
te procedimiento está descrito en la memoria de la patente  
británica 804349. Si se desea una de las etapas del procedi-  
miento en el tratamiento de los productos del invento puede  
20 ser un tratamiento de blanqueo por cualquier medio adecuado.

En los procedimientos más preferidos, la  
sulfonación o sulfatación se lleva a cabo en un reactor con  
circuito de recirculación que tiene en la dirección del flu-  
jo del líquido de reacción y de la mezcla, una entrada para  
25 el material de partida, un mezclador de placas con orificios  
y una entrada para el trióxido de azufre juntas o separadas,  
preferiblemente juntas en un mezclador que comprende una pla-  
ca que tiene un orificio, que es sustancialmente perpendicu-  
lar a dicha placa y una abertura en la pared interna del ori-  
30 ficio, siendo la relación del diámetro del orificio al espe-

1 sor de la placa 1:1 a 20:1, una bomba, un intercambiador de  
calor como refrigerante y una salida para dicha mezcla de  
reacción, llevándose a cabo la reacción de sulfonación o  
5 sulfatación con trióxido de azufre gaseoso sin diluir y un  
líquido de reacción libre de diluyente inerte a una tempera-  
tura de 20-80°C sin presión o vacío y aplicados sustancial-  
mente de modo externo, siendo el número de Reynolds en el  
punto de mezcla 10.000 a 15.000, siendo la relación en peso  
10 entre la recirculación de la mezcla de reacción separada y  
el resto recirculado 150 a 350:1, preferiblemente 150 a  
275:1 y cuando el material de partida es benceno o un alco-  
hil-benceno, el líquido de reacción contiene también un in-  
hibidor de sulfonas en una cantidad de 1 a 5% en peso del  
material de partida.

15 El mezclador de placa de régimen turbulen-  
to descrito antes con un orificio axial que tiene una abertu-  
ra en su pared interna se cree que es nuevo y constituye  
un aspecto adicional del invento. El empleo de este mezclador  
para mezclar dos o más fluidos constituyen en general  
20 otro aspecto del invento.

Hay muchas operaciones de mezcla en las que  
dos o más fluidos han de mezclarse tan rápidamente como sea  
posible para evitar elevadas concentraciones locales de uno  
de los fluidos en contacto con el otro fluido. Ejemplos de  
25 tales operaciones son las reacciones de sulfonación, sulfatación  
y halogenación en las que el reactivo orgánico es  
sensible a elevadas concentraciones del reactivo de sulfona-  
ción/sulfatación/halogenación. Entre los mezcladores conoci-  
dos están los mezcladores de placas con orificios, que están  
30 descritos para empleo en dichas reacciones en por ejemplo

1 la memoria de la patente británica No 975914. En esta memo-  
ria de patente, el reactivo de sulfonación/sulfatación, que  
es una mezcla de trióxido de azufre/aire, se hace fluir en  
una tubería dirigida axialmente que pasa por el orificio  
5 axial del mezclador de placa con orificio con emisión del  
reactivo en la zona turbulenta aguas abajo de mezclador.

Ahora se ha encontrado que puede obtenerse  
una acción de mezcla mejorada si uno de los fluidos se in-  
troduce a través de una abertura situada en la pared inter-  
10 na del orificio axial de la placa.

El presente invento proporciona un mezclador  
de placa de régimen turbulento para mezclar al menos dos  
fluidos que comprende un orificio que es sustancialmente  
perpendicular a la placa y una abertura en la pared interna  
15 del orificio, siendo el orificio para el paso del primer  
fluido y siendo la abertura para el paso del segundo orifi-  
cio. El orificio constituye un agujero a través de la placa  
con la abertura un paso en la pared del agujero.

Esta configuración da un grado elevado de  
20 turbulencia y mezcla debido a que el flujo que pasa a través  
de un orificio en la placa experimenta una caída de presión  
relativamente elevada y tiene un elevado número de Reynolds  
en el punto de mezcla de los dos fluidos; esto es verdad  
incluso si el diámetro del orificio es relativamente gran-  
25 de; la longitud del orificio es relativamente pequeña, sien-  
do solamente el espesor de la placa, permitiendo así una  
formación de vórtices sustancial y una turbulencia aguas  
abajo del orificio así como en el mismo orificio.

Estas características distinguen el mezclador  
30 de placa de régimen turbulento del invento de los tubos ven

1 turi en los que la caída de presión se hace mínima propor-  
cionando una entrada convergente y una salida divergente  
del tubo, ambas de pequeño ángulo; la velocidad se hace má-  
xima y la turbulencia mínima proporcionando un diámetro de  
5 agujero relativamente pequeño; y la longitud del tubo es  
relativamente grande.

El conducto que conduce el segundo fluido a  
la abertura en la pared del orificio puede estar perforado  
a través del espesor de la placa, convenientemente en una  
10 dirección radial. Sin embargo, no es esencial que la abertu-  
ra esté nivelada con la pared interna y es posible introdu-  
cir una tubería o un collar que sobresalga por debajo de la  
pared en una dirección radial aguas arriba o aguas abajo.

La placa puede ser de sección circular, cua-  
15 drada o rectangular con el orificio preferiblemente en su  
centro; el centro de la abertura está preferiblemente a  
igual distancia de los extremos del orificio, por ejemplo  
a una distancia de 40 a 60% de la longitud del orificio des-  
de el extremo del orificio.

20 Como se ha mencionado antes, la configura-  
ción del mezclador de acuerdo con el invento puede dar un  
elevado número de Reynolds para un fluido que pase a través  
del orificio. Las dimensiones deben ser tales, en relación  
con la densidad de la masa del primer fluido, su viscosidad  
25 y su velocidad lineal en el orificio, que el número de Rey-  
nolds en el orificio sea mayor que el mínimo para régimen  
turbulento, es decir 2.000, pero preferiblemente mayor que  
5.000, por ejemplo 3.000-20.000, preferiblemente 4.500-  
15.000 y especialmente 10.000-15.000 cuando el primer fluido  
30 es un líquido y el segundo fluido es soluble en él o reac-

1 ciona con él. Cuanto mayor es el diámetro del orificio para  
un volumen constante de fluido a través del orificio, más  
pequeño es el número de Reynolds y la caída de presión a  
través de la placa, de modo que la elección del diámetro es  
5 un compromiso entre el deseo de un elevado número de Reynolds  
que da la máxima turbulencia y evitar una elevada caída de  
presión que requiere un consumo energía máximo. En general  
el diseño será un compromiso de los requisitos antagónicos  
de caudal y número de Reynolds elevados con una presión de  
10 bomba aplicada razonable por un lado y una caída de presión  
elevada a través de la placa por otro.

El diámetro del orificio en relación con el  
espesor de la placa, es decir la longitud del orificio es  
relativamente alta, generalmente de al menos 0,5:1, por  
15 ejemplo 1:1 a 50:1, preferiblemente 1:1 a 20:1, especial-  
mente 1,5:1 a 10:1. Se entenderá que cuando se hace referen-  
cia a una "placa" en la presente memoria se incluye una cons-  
trucción fabricada formada de dos placas delgadas unidas,  
siendo el espacio entre ellas tal que se puede acomodar una  
20 tubería de alimentación a la abertura. El "orificio" tiene  
luego la forma de una longitud corta de tubería entre las  
dos placas delgadas.

Si se desea puede haber más de una abertura,  
por ejemplo 2 a 4 aberturas en la pared interna del orifi-  
25 cio. Estas pueden emplearse para introducir el mismo o di-  
ferentes fluidos.

Preferiblemente el primer fluido es un mate-  
rial de partida orgánico que ha de reaccionar con el segun-  
do fluido de forma que se haga mínimo el exceso de reacción  
30 así el segundo fluido puede ser un agente de sulfonación,

1 sulfatación o halogenación en donde el exceso de reacción  
puede producir decoloración del producto u obtención de un  
producto que tenga mayor número de grupos sustituyentes que  
el deseado. Este exceso de reacción puede ocurrir también  
5 en la reacción de materiales de partida orgánicos hidroxí-  
licos con un óxido de alcoholeno, por ejemplo óxido de eti-  
leno donde se desea añadir solamente cierto número de uni-  
dades de óxido de alcoholeno al material de partida y por  
tanto hacer mínima la dispersión del número de unidades de  
10 óxido de alcoholeno en el producto. Aunque los fluidos pue-  
den ser líquidos o gaseosos, el primer fluido es preferible  
mente líquido, mientras que el segundo fluido puede ser lí-  
quido o gaseoso. En general los fluidos son mutuamente mis-  
cibles debido bien a una solución o reacción mutua.

15 El presente invento proporciona también un mé-  
todo para mezclar al menos dos fluidos que comprende hacer  
pasar un primer fluido a través de un orificio que está en  
una placa y sustancialmente perpendicular a la placa y hacer  
pasar un segundo fluido al seno del primer fluido a través  
20 de una abertura en una pared interna del orificio.

El método de mezcla del invento se describirá  
a continuación con referencia a la sulfonación/sulfatación  
de materiales de partida orgánicos con trióxido de azufre  
en un sistema con circuito de recirculación, pero se puede  
25 aplicar igualmente a otras reacciones en las que el exceso  
de reacción es indeseable tanto si se adopta a un sistema  
con circuito de circulación como si no, por ejemplo en un  
sistema de tuberías con mezcla de reactivos en el mezclador  
y subsiguiente recolección de los productos de reacción.

30 En el procedimiento preferido la placa mez-

1 cladora empleada en el presente invento forma parte de un  
circuito de recirculación que comprende la placa, una bomba,  
un intercambiador de calor, una tubería que los une en un  
circuito y tuberías de entrada al circuito para el material  
5 de partida y el trióxido de azufre y una tubería de salida  
para el producto. La tubería de entrada para el material de  
partida está antes que la placa mezcladora en la dirección  
del flujo en el circuito y la tubería de entrada para el  
trióxido de azufre está en el mezclador. Por tanto el segun  
10 do fluido es el trióxido de azufre en forma gaseosa o líquida  
y el primer fluido es una mezcla de material de partida  
orgánico y su producto sulfonado o sulfatado. Preferiblemen  
te los fluidos se mezclan en el mezclador antes de que alcan  
cen la bomba, es decir el mezclador está en el lado de entra  
15 da de la bomba y preferiblemente los fluidos pasan a través  
del mezclador, la bomba y el intercambiador de calor antes  
de que alcancen la tubería de salida.

La placa mezcladora del invento puede ser  
de construcción sencilla y las condiciones para operación  
20 con éxito de los procedimientos de mezcla y reacción empleán  
dola en pequeña escala, por ejemplo al menos 4,5 kg/hora de  
peso total de trióxido de azufre, y el material de partida  
añadido puede aumentarse de escala fácilmente para procedi  
mientos en gran escala, por ejemplo al menos 90 kg/hora.

25 El invento puede ilustrarse con referencia  
a los dibujos que se acompañan, en los cuales la Figura 1  
represente un diagrama de flujo de un procedimiento preferi  
do, la Figura 2 un diagrama de flujo de un procedimiento al  
30 ternativo pero menos preferido, la Figura 3 representa una  
sección o corte a través de una placa mezcladora, y su cana

1 lización asociada como se emplea en el método del invento,  
tomándose el corte a lo largo de la línea AA de la Figura 4  
y la Figura 4 representa un corte a lo largo de la línea BB  
a través de la placa mezcladora de la Figura 3.

5 En las figuras 1 y 2 de los dibujos el circuito tiene una tubería de entrada 1, una bomba 2, un mezclador de régimen turbulento 3, una tubería de entrada 4 al mezclador 3, un intercambiador de calor 5 y una tubería de salida 6.

10 En el funcionamiento de la Figura 1, la mezcla de material de partida orgánico sin reaccionar y el material orgánico sulfonado o sulfatado (llamado más adelante "talón") se hace circular alrededor del circuito por la bomba 2. El material de partida orgánico de nueva aportación se hace pasar al circuito desde la tubería 1 y la mezcla de él y el talón se hace turbulenta, de modo que la mezcla es turbulenta en el punto del mezclador 3 cuando el trióxido de azufre entra al circuito desde la tubería 4. La mezcla de reacción producida se retira a través de la bomba 2 y se bombea más alrededor del circuito a través del intercambiador de calor 5. Una porción muy pequeña de la mezcla de reacción se separa por la tubería 6 y el resto se recircula por contacto con material de partida orgánico de nueva aportación desde la tubería 1. Alternativamente el resto de la  
15  
20  
25 pequeña parte de la mezcla de reacción puede separarse antes de pasar por el intercambiador de calor.

El funcionamiento de la Figura 2 es similar, excepto que la bomba 2 y el mezclador 3 están transpuestos.

30 El mezclador es uno que imparte turbulencia al líquido que fluye por él en el punto de introducción del

1 trióxido de azufre y después en la zona de reacción. Se han descrito antes diversos tipos de mezcladores.

Volviendo ahora a las Figuras 3 y 4, el conducto 7 con el saliente 8 está separado del correspondiente  
5 conducto 9 y el saliente 10 por una placa mezcladora 11 que tiene un orificio axial 12 en su centro. La relación del diámetro del orificio axial a la longitud del orificio es particularmente 1,63:1. Desde el medio del orificio 12 está dispuesta una abertura secundaria radial 13, el extremo  
10 externo de la cual ha sido taladrado en una corta distancia para recibir una tubería de alimentación (no mostrada).

Durante su empleo un primer fluido se hace pasar por un conducto 7 y desde allí por un orificio axial 12, donde se hace turbulento y encuentra al segundo fluido,  
15 que ha pasado por la abertura secundaria 13. La mezcla turbulenta del primero y el segundo fluidos pasa luego además al conducto 9. El mezclador que se describe respecto a las Figuras 3 y 4 puede emplearse en los procedimientos de sulfonación o sulfatación, mostrándose sus diagramas de flujo en  
20 las Figuras 1 y 2.

El invento se ilustra por los Ejemplos descritos en las Tablas siguientes.

Para los Ejemplos 1 y 2, el aparato fue el mostrado en la Figura 2, mientras que para los Ejemplos 3-12,  
25 se empleó el de la Figura 1. La Tabla da el número de Reynolds aproximado en el punto de mezcla del  $\text{SO}_2$  y el líquido de reacción, siendo él número citado calculado suponiendo que no hay presente fase gaseosa. El mezclador "Silverson" era un emulsificador con mezclador de tubería, modelo de  
30 0,5 caballos, y en los Ejemplos 1-3 trabajaba con su meca-

1 mismo de rotores y en el Ejemplo 4 sin energía en el rotor  
con el extremo del tubo de entrada de  $\text{SO}_3$  en el orificio  
que separa la cámara del rotor de la cámara base a la que  
se hacen pasar el material de partida y el de recirculación.  
5 El mezclador de placa con orificio "capaz de girar" en los  
Ejemplos 5-8 era un mezclador de placas con orificio con un  
orificio de 1,27 centímetros y una tubería de entrada para  
el  $\text{SO}_3$ , que estaba rodeada por el líquido de reacción aguas  
arriba del orificio y la posición del extremo del tubo era  
10 ajustable para estar aguas arriba, aguas abajo o en el ori-  
ficio, descargando el  $\text{SO}_3$  en una dirección coaxial del flu-  
jo respecto a la dirección principal del flujo del líquido;  
en estos Ejemplos el extremo del tubo estaba dentro del ori-  
ficio. En los Ejemplos 9-11 el mezclador era el del invento  
15 como se ilustró con referencia a las Figuras 3 y 4 con una  
relación de diámetro de orificio a espesor de placa de 0,87:  
1 y en el Ejemplo 12 el mezclador era el del invento como  
se ilustró con referencia a las Figuras 3 y 4 pero modifica-  
do con una relación de diámetro de orificio a espesor de  
20 placa de 3,5:1.

La relación de recirculación citada es la re-  
lación en peso del caudal de circulación al caudal de ali-  
mentación del material de partida y el  $\text{SO}_3$  en el circuito;  
el caudal de alimentación de entrada es el mismo que el cau-  
25 dal de salida.

Para los Ejemplos 1-7, 9, 10 y 12 el producto  
de reacción retirado del circuito por la salida 6 se analizó  
en cuanto a acidez total (valoración con álcali, y expresa-  
da como tanto por ciento de ácido sulfúrico), tanto por cien-  
30 to de ácido sulfúrico libre, tanto por ciento de sulfona,

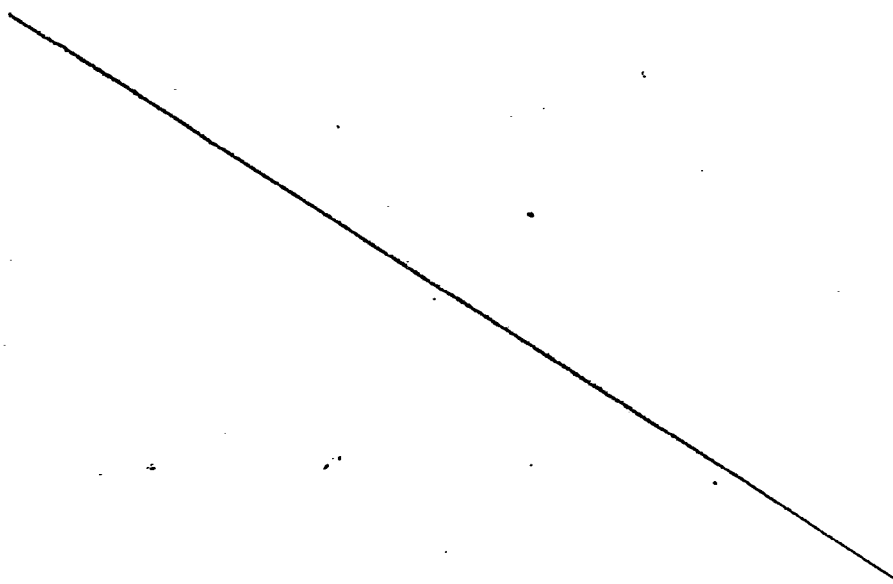
1 tanto por ciento de hidrocarburo libre y tanto por ciento  
de ácidos disulfónicos. El color citado era 10 veces la lec-  
tura medida empleando un colorímetro Eel con un filtro azul  
303 en una solución acuosa del producto de reacción, obte-  
5 nido añadiendo agua al producto de reacción para dar un 65%  
en peso de solución acuosa de ácido sulfónico y separando  
el hidrocarburo sin reaccionar y cualquier precipitado de  
sulfona.

Para los Ejemplos 8 y 11, el alcohol sulfata-  
10 do era una mezcla de alcoholes grasos en los que predomina-  
ban alcoholes de  $C_{12}$  y  $C_{14}$ , siendo la mezcla la vendida con  
la marca registrada "Laurex NC". El producto de reacción se  
neutralizó con hidróxido de sodio acuoso para dar una solu-  
ción acuosa al 28%, cuyo color se midió como se ha indicado  
15 antes. El producto de reacción neutralizado se analizó tam-  
bién en cuanto a la materia tensioactiva total, sulfato de  
sodio y materia grasa libres (por extracción con éter del  
producto neutralizado).

20

.25

30



| Ejemplo | Material de partida | Caudal de alimentación (kg/h) | Estado físico del SO <sub>2</sub> | Caudal de alimentación del SO <sub>2</sub> (kg/h) | Caudal de alimentación molar SO <sub>2</sub> : material de partida | Inhibidor de sulfona añadido con el material (% en peso del material de partida) | Mezclador                       | No de Reynolds | Caudal de circulación |             | Temperatura del líquido de reacción en el circuito | Relación de recirculación |
|---------|---------------------|-------------------------------|-----------------------------------|---|--|--|---------------------------------|----------------|-----------------------|-------------|--|---------------------------|
|         |                     |                               |                                   |   |  |  |                                 |                | litros/h              | aprox. kg/h |  |                           |
| 1       | Tolueno             | 4,5                           | Líquido                           | 4,05  | 1:0,97   | Acetato de etilo (1,75%)   | Silverson (funcionando)         | 1.530          | 3178                  | 4095        | 27 - 32  | 480                       |
| 2       | Tolueno             | 4,2                           | Vapor                             | 3,7   | 1:1  | "  | "                               | 1.330          | 3178                  | 4095        | 29 - 33  | 515                       |
| 3       | Xileno              | 9,4                           | Vapor                             | 4,05  | 1:1,75   | "  | "                               | 1.896          | 4540                  | 4500        | 21 - 23  | 555                       |
| 4       | Tolueno             | 10,8                          | Vapor                             | 8,1   | 1:1,16   | "  | Silverson (desconocido)         | 2.500          | 4540                  | 562,5       | 51 - 53  | 298                       |
| 5       | Xileno              | 10,7                          | Vapor                             | 8,1   | 1:1  | "  | Orificio (susceptible de girar) | 3.600          | 4540                  | 585         | 45 - 50  | 310                       |
| 6       | Xileno              | 10,7                          | Vapor                             | 8,1   | 1:1  | Dimetil-Formamida (1,75%)  | "                               | 4.110          | 4540                  | 585         | 51 - 55  | 310                       |
| 7       | Xileno              | 11,25                         | Vapor                             | 8,1   | 1:1,05   | Anhidrido Acético (1,75%)  | "                               | 4.110          | 4540                  | 585         | 48 - 53  | 310                       |
| 8       | Alcohol "Laurex NC" | 11,25                         | Vapor                             | 4,5   | 1:1,05   | Ninguno  | "                               | 3.200          | 4540                  | 4500        | 28 - 30  | 286                       |

En los casos de los Ejemplos 1-3, el número de Reynolds citado es una cifra mínima calculada suponiendo que el rotor en el mezclador Silverson no es móvil. De hecho la turbulencia significativa resulta del movimiento del rotor, de modo que el líquido de reacción está en un estado de régimen turbulento en el punto de entrada del trióxido de azufre y aguas abajo.

| Ejemplo | Material de partida | Caudal de alimentación (kg/h) | Estado físico del SO <sub>2</sub> | Caudal de alimentación del SO <sub>2</sub> (kg/h) | Relación molar SO <sub>2</sub> : material de partida | Inhibidor de sulfona añadido con el material de partida (% en peso del material de partida) |
|---------|---------------------|-------------------------------|-----------------------------------|---|--|---|
| 1       | Tolueno             | 4,5                           | Líquido                           | 4,05  | 1:0,97   | Acetato de etilo (1,75%)  |
| 2       | Tolueno             | 4,2                           | Vapor                             | 3,7   | 1:1  | "   |
| 3       | Xileno              | 9,4                           | Vapor                             | 4,05  | 1:1,75   | "   |
| 4       | Tolueno             | 10,8                          | Vapor                             | 8,1   | 1:1,16   | "   |
| 5       | Xileno              | 10,7                          | Vapor                             | 8,1   | 1:1  | "   |
| 6       | Xileno              | 10,7                          | Vapor                             | 8,1   | 1:1  | Dimetil-Formamida (1,75%)   |
| 7       | Xileno              | 11,25                         | Vapor                             | 8,1   | 1:1,05   | Anhídrido Acético (1,75%)   |
| 8       | Alcohol "Laurex NC" | 11,25                         | Vapor                             | 4,5   | 1:1,03   | Ninguno   |

En los casos de los Ejemplos 1-3, el número de Reynolds citado es una mezclador Silverston no es móvil. De hecho la turbulencia significativa do de reacción está en un estado de régimen turbulento en el punto

| Inhibidor de<br>óxido de hierro<br>añadido<br>con el mate-<br>rial de parti-<br>da (% en peso<br>del material<br>partida) | Mezcla-<br>dor                             | Nº de<br>Reynolds | Caudal de circu-<br>lación |                | Temperatura<br>°C del lí-<br>quido de<br>reacción en<br>el circuito | Rela-<br>ción de<br>recircu-<br>lación |
|---|--|-------------------|----------------------------|----------------|---|--|
|   |  |                   | litros/h                   | aprox.<br>kg/h |   |  |
| acetato de etil<br>(1,75%)  | Silverson<br>(funcionando)                 | 1.330             | 3178                       | 4095           | 27 - 32   | 480                                    |
| "   | "  | 1.330             | 3178                       | 4095           | 29 - 33   | 515                                    |
| "   | "  | 1.896             | 4540                       | 4500           | 21 - 23   | 355                                    |
| "   | Silverson<br>(desconec-<br>tado)           | 2.300             | 4540                       | 562,5          | 31 - 33   | 298                                    |
| "   | Orificio<br>(suscepti-<br>ble de<br>girar) | 3.600             | 4540                       | 585            | 45 - 50   | 310                                    |
| metil-Forma-<br>da (1,75%)  | "  | 4.110             | 4540                       | 585            | 51 - 55   | 310                                    |
| hidrido<br>ácido<br>(1,75%)   | "  | 4.110             | 4540                       | 585            | 48 - 53   | 310                                    |
| ninguno   | "  | 3.200             | 4540                       | 4500           | 28 - 30   | 286                                    |

El valor indicado es una cifra mínima calculada suponiendo que el rotor en el punto de entrada del trióxido de azufre y aguas abajo, de modo que el líquido en el punto de entrada del trióxido de azufre y aguas abajo.

ANÁLISIS  
DE PRODUCTO

| Ejemplo | Acidez total (%)                      | Acido sulfúrico (%)  | Sulfonas (%)                  | Hidrocarburo libre (%) | Acido disulfónico (%) | Color (Eel B) |
|---------|---------------------------------------|----------------------|-------------------------------|------------------------|-----------------------|---------------|
| 1       | 28,9                                  | 2,1                  | 5,9                           | 0,5                    | 4,4                   | 18            |
| 2       | 28,1                                  | 1,4                  | 4,3                           | 0,6                    | 1,1                   | 13            |
| 3       | 19,7                                  | 1,6                  | 5,3                           | 30,0                   | 0,9                   | 7             |
| 4       | 26,5                                  | 2,0                  | 4,7                           | 6,6<br>menos de        | 0,2                   | 8             |
| 5       | 27,8                                  | 2,2                  | 3,0                           | 0,1                    | 0,6                   | 2             |
| 6       | 26,1                                  | 1,3                  | 1,8                           | 1,1                    | 1,5                   | 4             |
| 7       | 25,2                                  | 0,7                  | 3,8                           | 4,7                    | 0,5                   | 2             |
| Ejemplo | Materia tensioac-<br>tiva (%) en peso | Sulfato de sodio (%) | Materia orga-<br>nica libre % | Color<br>(Eel B)       |                       |               |
| 8       | 27,0                                  | 0,7                  | 0,5                           | 9                      |                       |               |

1  
5  
10  
15  
20  
25  
30

ANALISIS DE PRODUCTO

| Ejemplo | Acidez total | Acido sulfúrico (%) | Sulfonas (%) |
|---------|--------------|---------------------|--------------|
| 1       | 28,9         | 2,1                 | 3,9          |
| 2       | 28,1         | 1,4                 | 4,3          |
| 3       | 19,7         | 1,6                 | 5,3          |
| 4       | 26,5         | 2,0                 | 4,7          |
| 5       | 27,8         | 2,2                 | 3,0          |
| 6       | 26,1         | 1,3                 | 1,8          |
| 7       | 25,2         | 0,7                 | 3,8          |

| Ejemplo | Materia tensioac-<br>tiva (%) en peso | Sulfato de sodio (%) | Materia gra-<br>sa libre % |
|---------|---------------------------------------|----------------------|----------------------------|
| 8       | 27,0                                  | 0,7                  | 0,5                        |

DE PRODUCTO

| Sulfonas (%) | Hidrocarburo libre (%) | Acido disulfónico (%) | Color (Eel B) |
|--------------|------------------------|-----------------------|---------------|
| 3,9          | 0,5                    | 4,4                   | 18            |
| 4,3          | 0,6                    | 1,1                   | 13            |
| 5,3          | 30,0                   | 0,9                   | 7             |
| 4,7          | 6,6                    | 0,2                   | 8             |
| 3,0          | menos de 0,1           | 0,6                   | 2             |
| 1,8          | 1,1                    | 1,5                   | 4             |
| 3,8          | 4,7                    | 0,5                   | 2             |

| Materia grasa libre % | Color (Eel B) |
|-----------------------|---------------|
| 0,5                   | 9             |

| Ejemplo | Material de partida              | Caudal de material de partida (kg/h) | Estado de físico de SO <sub>3</sub> | Caudal de alimentación de SO <sub>3</sub> (Kg/h) | Caudal de inhihidor de sulfona (en peso de material de partida) | Caudal de circulación |             | Relación de recirculación | Temperatura de funcionamiento a °C | Caida de presión a través de la placa (cm de Hg) | Número de Reynolds |
|---------|----------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|--|---|-----------------------|-------------|---------------------------|------------------------------------|--|--------------------|
|         |                                  |                                      |                                     |  |   | Litros/h              | aprox. kg/h |                           |                                    |  |                    |
| 9       | Tolueno                          | 19,8                                 | Vapor                               | 16   | ácido acético (3,4,3)   | 7219                  | 9450        | 258:1                     | 53 - 56                            | 64,5   | 6.700              |
| 10      | Tolueno                          | 22,5                                 | Vapor                               | 15,4   | ácido acético (3,4,3)   | 6946                  | 7560        | 199:1                     | 52 - 55                            | 59,6   | 13.820             |
| 11      | Alcohol N <sup>o</sup> Laurex NC | 20                                   | Vapor                               | 8  | Anhidrido acético   | 7627                  | 7560        | 207:1                     | 59 - 43                            | 60,0   | 4.950              |
| 12      | Tolueno                          | 95                                   | Vapor                               | 81   | Anhidrido acético   | 5448                  | 105.750     | 600:1                     | 50 - 55                            | 41,0   | 12.040             |

(1,75,)

Las relaciones molar SO<sub>3</sub>: material de partida eran:

Ej. 9 1 : 1,06

Ej. 10 1 : 1,27

Ej. 11 1 : 1,03

Ej. 12 1 : 1,20

1  
5  
10  
15  
20  
25  
30

| Ejemplo | Material de partida | Caudal de material de partida (kg/h) | Estado de físico de SO <sub>3</sub> | Caudal de alimentación de SO <sub>3</sub> (Kg/h) | Inhibidor de sulfona (% en peso de material de partida) | Caudal de circulación |     |
|---------|---------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|--|---|-----------------------|-----|
|         |                     |                                      |                                     |  |   | Litros/h              | kg/ |
| 9       | Tolueno             | 19,8                                 | Vapor                               | 16   | ácido acético (3,4%)                                    | 7219                  | 9   |
| 10      | Tolueno             | 22,5                                 | Vapor                               | 15,4   | ácido acético (3,4%)                                    | 6946                  | 7   |
| 11      | Alcohol "Laurex NC" | 20                                   | Vapor                               | 8  |   | 7627                  | 7   |
| 12      | Tolueno             | 95                                   | Vapor                               | 81   | Anhídrido acético                                       | 5448                  | 105 |

(1,75%)

Las relaciones molar SO<sub>3</sub>: material de partida eran:

Ej. 9     1 : 1,06  
 Ej. 10    1 : 1,27  
 Ej. 11    1 : 1,05  
 Ej. 12    1 : 1,20

| Caudal de circulación |             | Relación de recirculación | Temperatura de funcionamiento °C | Caida de presión a través de la placa (cm de Hg) | Número de Reynolds aproximado |
|-----------------------|-------------|---------------------------|----------------------------------|--|-------------------------------|
| Litros/h              | aprox. kg/h |                           |                                  |  |                               |
| 7219                  | 9450        | 258:1                     | 53 - 56                          | 64,5   | 6.700                         |
| 6946                  | 7560        | 199:1                     | 52 - 55                          | 59,6   | 13.820                        |
| 7627                  | 7560        | 267:1                     | 39 - 43                          | 60,0   | 4.950                         |
| 5448                  | 105.750     | 600:1                     | 50 - 55                          | 41,0   | 12.040                        |

ANÁLISIS DE PRODUCTO

| Ejemplo | % de acidez total (como ácido sulfúrico) | Acido sulfúrico (%) | Sulfonas (%)              | Hidrocarburo Libre (%) | Acido disulfónico (%) | Color (Eel B) |
|---------|--|---------------------|---------------------------|------------------------|-----------------------|---------------|
| 9       | 27,8                                     | 1,6                 | 2,6                       | 3,8                    | <0,1                  | 5             |
| 10      | 25,3                                     | 1,7                 | 3,9                       | 13,0                   | <0,1                  | 4             |
| 12      | 27,7                                     | 1,8                 | 4,8                       | 3,9                    | 0,5                   | 8             |
| Ejemplo | % de materia activa                      | % de sulfato sódico | % de materia gruesa libre |                        | Color (Eel B)         |               |
| 11      | 27,0                                     | 0,37                | 0,58                      |                        | 6                     |               |

ANALISIS DE PRODUCTO

| Ejemplo | % de acidez total<br>(como ácido sulfú-<br>rico) | Acido sulfúrico<br>(%) | Sulfonas<br>(%)       |
|---------|--|------------------------|-----------------------|
| 9       | 27,8   | 1,6                    | 2,6                   |
| 10      | 25,3   | 1,7                    | 3,9                   |
| 12      | 27,7   | 1,8                    | 4,8                   |
| Ejemplo | % de materia activa                              | % de sulfato sódico    | % de materia<br>libre |
| 11      | 27,0   | 0,37                   | 0,58                  |

PRODUCTO

| Sulfonas (%) | Hydrocarburo libre (%) | Acido disulfónico (%) | Color (Eel B) |
|--------------|------------------------|-----------------------|---------------|
| 2,6          | 3,8                    | <0,1                  | 5             |
| 3,9          | 13,0                   | <0,1                  | 4             |
| 4,8          | 3,9                    | 0,5                   | 8             |

| % de materia grasa libre | Color (Eel B) |
|--------------------------|---------------|
| 0,58                     | 6             |

REIVINDICACIONES

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

1ª.- Un aparato mezclador de placa en régimen turbulento que comprende un orificio que es sustancialmente perpendicular a la placa, caracterizado por comprender una abertura (13) en la pared interna (12) del orificio, siendo el orificio para el paso de un primer fluido y siendo la abertura para el paso de un segundo fluido que ha de mezclarse con el primer fluido.

2ª.- Un aparato de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado porque la relación del diámetro del orificio al espesor de la placa es 1:1 a 10:1.

3ª.- Un método para mezclar al menos dos fluidos, caracterizado porque comprende hacer pasar un primer fluido a través de un orificio que está en una placa y sustancialmente perpendicular a la placa y hacer pasar un segundo fluido en el primer fluido a través de una abertura en una pared interna del orificio.

4ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 3ª, caracterizado porque el número de Reynolds aparente del primer fluido líquido en el punto de contacto con el segundo fluido, que es soluble o reacciona con el primer fluido, es 10.000 a 15.000.

5ª.- Un método según la reivindicación 3ª, en el que se sulfona o sulfata un material de partida orgánico sulfonable o sulfatable, que es preferiblemente un

compuesto aromático o un alcohol graso de 8 a 18 átomos de carbono, y que comprende hacer pasar un líquido reactivo que comprende el material de partida orgánico y su derivado sulfonado o sulfatado como primer fluido a través de un primer orificio de una placa, siendo el orificio sustancialmente perpendicular a la placa, y teniendo una abertura en la pared interna del orificio, y hacer pasar trióxido de azufre sin diluir como segundo fluido en forma líquida o gaseosa a través de dicha abertura, estando el número de Reynolds aparante del líquido reactivo en el orificio en el punto de unión de la abertura en el intervalo de 2.000 a 20.000, produciendo la mezcla del trióxido de azufre y el material de partida una mezcla de reacción, enfriar la mezcla de reacción, separar una parte de la mezcla de reacción como producto sulfonado o sulfatado, estando la relación en peso entre la mezcla de reacción separada y el resto de la mezcla de reacción en el intervalo de 1:40 a 1:2.000, añadir más material de partida orgánico al resto de la mezcla de reacción para compensar la que se separó como producto y reconstituir el líquido de reacción y recircularlo para ponerlo en contacto con más trióxido de azufre.

6ª.- Un aparato mezclador y un método para mezclar al menos dos fluidos.

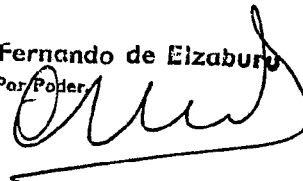
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 01 JUN 1977

P.A.

Fernando de Elizaburu  
Per/Poder.



5

10

15

20

25

30



CAL.

66074

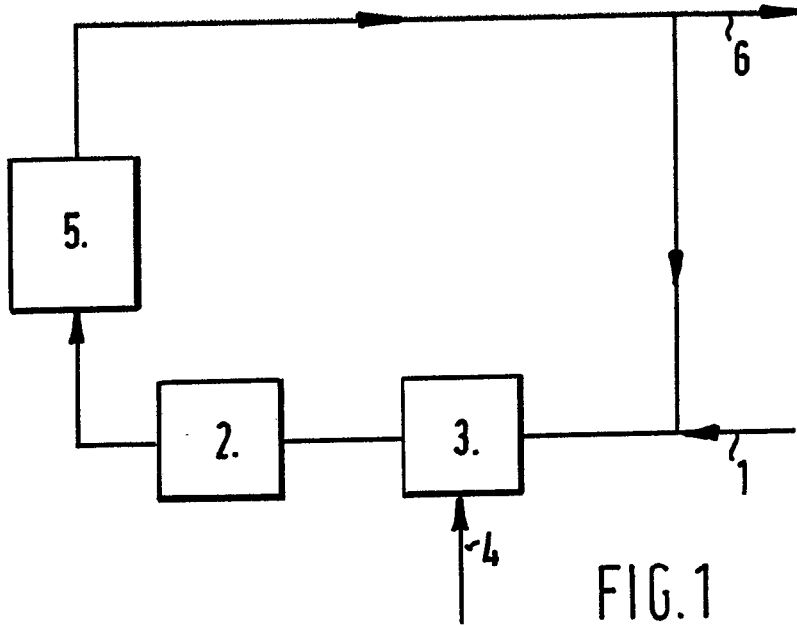


FIG. 1

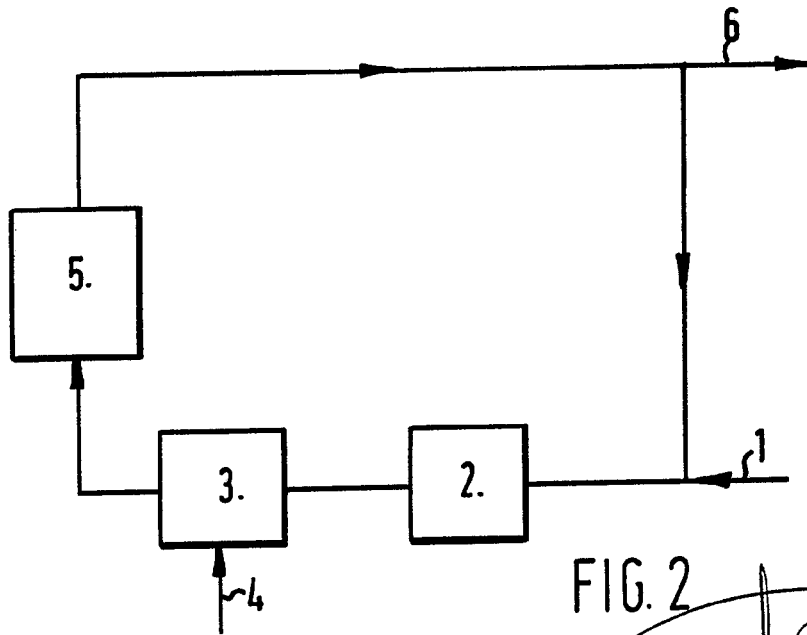


FIG. 2

Fernando de Elizaburu  
Per Fedon

66074

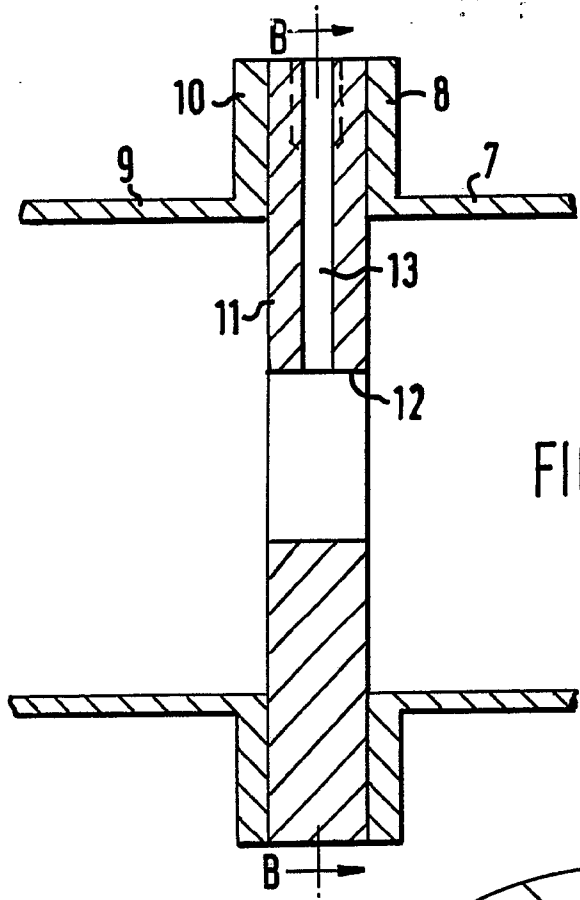
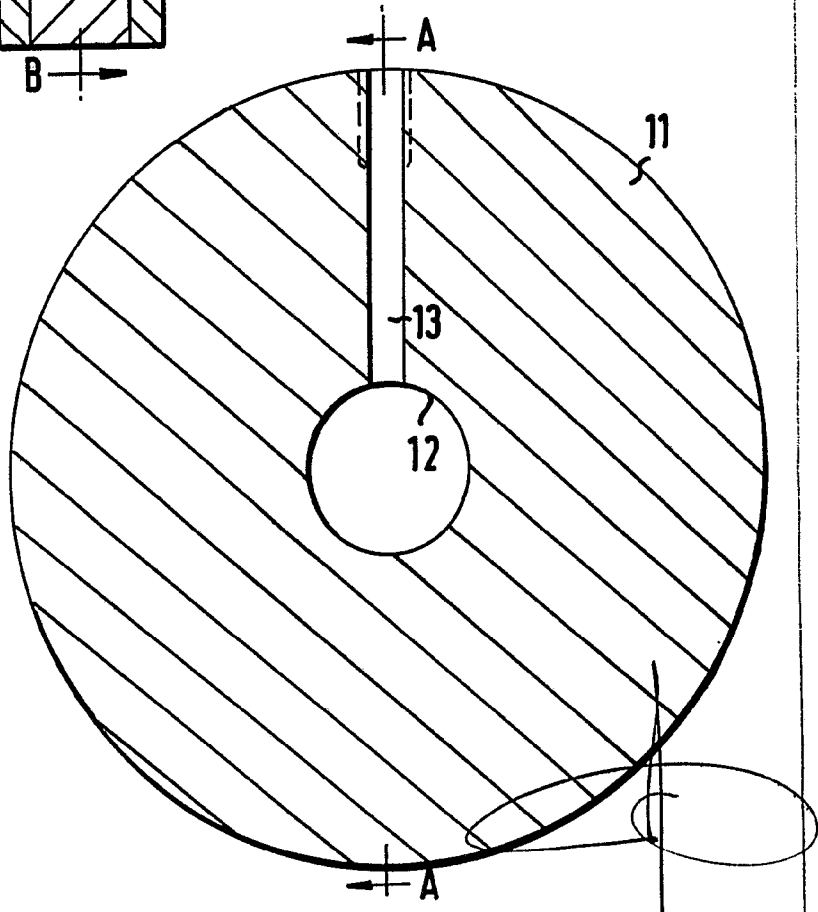


FIG. 3

FIG. 4



Fernando de Elzabure  
Per Fedon.