

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

05 FEB. 1978

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

ES

11	NUMERO	474.571	10	A1
22	FECHA DE PRESENTACION	26-10-78		

474571

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
29052 A/77	27-10-77	Italia
47 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07B	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA SULFONACION EN CONTINUO DE COMPUESTOS ORGANICOS".		
71 SOLICITANTE (S)		
I.I.T. S.A.S. DI ING. PERANI & C. INPIANTI PER INDUSTRIE DEI TENSIOATTIVI		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Via F. Casati, 36 - MILANO (Italia)		
72 INVENTOR (ES)		
LUIGI PERANI, que cede sus derechos a la Empresa solicitante.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. MIGUEL FERNANDEZ-LOAYSA PINZON		

1 La presente memoria descriptiva tiene como fin la
declaración del objeto sobre el que ha de recaer el privilegio de explotación
industrial y comercial, exclusivo en el territorio nacional de una Patente de
5 Invención, de acuerdo con la vigente Legislación sobre Propiedad Industrial
que, como el enunciado indica, se trata de "PROCEDIMIENTO PARA LA SULFONACION
EN CONTINUO DE COMPUESTOS ORGANICOS".

La presente invención se refiere a un procedimiento
10 que ha sido perfeccionado para obtener una rápida y continua sulfonación de
los compuestos líquidos sulfonables, mediante un tratamiento con un gas que
contiene anhídrido sulfúrico en un sistema de flujo en dos fases gas-líquido
con la misma velocidad.

Con el término "Compuestos orgánicos líquidos",
15 usado en la presente descripción y en las reivindicaciones, se entiende sean
los compuestos orgánicos en estado líquido a temperatura ambiente, sean aqué-
llos que se transforman tales a la temperatura del tratamiento de sulfonación.

El término "sulfonación" es usado en la presente
20 descripción y en las reivindicaciones, en un senso muy genérico, como agrega-
ción del radical SO_3 a una cadena orgánica, por lo tanto, comprende sea la
sulfonación que la sulfatación.

Como es sabido, el proceso de sulfonación, se usa
25 generalmente para la producción de sustancias tensioactivas que se emplean
para la fabricación de detergentes, cosméticos, etc..

Más para estas aplicaciones, se requiere que los
30 compuestos sulfonados tengan óptimas características químicas-físicas, espe-
cialmente un óptimo color, una alta solubilidad y el mas bajo porcentaje posi-
ble de residuos de compuestos orgánicos que no han sido sulfonados.

La sulfonación de los compuestos orgánicos con
anhídrido sulfúrico es una reacción sumamente veloz e isotérmica. El calor
que la reacción desarrolla, si no es adecuadamente dispersado y controlado,
35 produce fenómenos de degradación.

1 Este hecho es debido a que la mayor parte de los productos que se obtienen en la reacción de sulfonación y principalmente los ésteres sulfúricos orgánicos, son muy inestable, y tienden a descomponerse por el efecto del calor.

5 Además el anhídrido sulfúrico especialmente si no es homogéneamente mezclado con las sustancias orgánicas, o, si se usa en cantidad excesiva, puede reaccionar con los compuestos orgánicos formando los polisulfonados u otros productos no deseados. Por lo tanto, no presentan las propiedades necesarias y requeridas para ser ventajosamente empleados en la fabricación de detergentes y de cosméticos.

10 Por todo lo indicado es evidente que un contacto no uniforme de los reagentes, un excesivo uso de anhídrido sulfúrico para disminuir el porcentaje de residuos de compuestos que no han sido sulfonados, un no perfecto control u dispersión de calor de reacción como así también un largo tiempo de permanencia de los productos inestables en la zona caliente de la reacción, influyen negativamente sobre el calor y sobre la solubilidad del producto sulfonado.

15 Para evitar todos estos inconvenientes es necesario un proceso que permita realizar, en el mismo tiempo, un contacto interfase uniforme con una buena mezcla entre los reagentes, un control eficaz de la temperatura en la zona de reacción y un breve tiempo de permanencia de los productos de reacción en la zona de reacción.

20 Un tipo de procedimiento que satisface estas demandas y, que ha dado resultados bastantes satisfactorios es una columna a film, en la cual el compuesto orgánico líquido, en extracto muy delgado (film) baja a través de la pared de la cámara de reacción quedándose adherente, mientras la mezcla de gas que contiene anhídrido sulfúrico, corre en el mismo tiempo y lamea el líquido.

25 Los procedimientos industriales, a film; generalmente comprenden una sola cámara de reacción con forma de conducto anular o sino más

1 de una cámara paralelas entre sí con forma de tubos circulares; todos tienen
la misma características: que el gas los recorre a elevada velocidad. La velo-
5 cidad y la agitación de la fase líquida, el control de la temperatura de reac-
ción y el tiempo de permanencia del producto sulfonado, depende antes de todo
de la velocidad de la fase gaseosa y la calidad del producto mejora al aumentar
la velocidad de la fase gaseosa. En la practica, cuando aumenta la velocidad
gaseosa, el mejoramiento de la calidad del producto llega a ser muy pequeña, has-
ta ser prácticamente inapreciable en ciertos límites, sobre los cuales los in-
significantes mejoramientos de calidad obtenidos no justifican los mayores cos-
10 tos de construcción necesarios y de funcionamiento.

Por lo tanto, antes de la presente invención, se consideraba
prácticamente imposible obtener, en modo económico y con alto rendimiento pro-
ductos sulfonados con alto grado de pureza, color y solubilidad con un proceso
de sulfonación continuo, empleando una columna a film.

15 El requirente con gran sorpresa ha descubierto, que, en un
procedimiento de sulfonación en continuo de compuestos orgánicos líquidos con
anhídrido sulfúrico, en el cual los dos flujos (líquido y gaseoso) corren para-
lelamente y con la misma velocidad en una o más cámaras de reacción en direc-
ción descendente enfriados externamente; es posible mejorar ulteriormente y en
20 modo económico el color y la pureza del producto sulfonado efectuando la reac-
ción de sulfonación en una superficie rugosa. Las rugosidades, continuas o dis-
continuas, deben ser dispuestas en orden transversal respecto al flujo de la
reacción.

25 Según una interpretación no limitativa, se piensa que el mejo-
ramiento se deba al hecho de que la rugosidad de la superficie de reacción, rom-
pa la continuidad del film líquido que desliza sobre ella, renovando así conti-
nuamente la superficie de contacto con la fase gaseosa. Por lo tanto en la fase
gaseosa se crean una cantidad de componentes turbulentos, que aquí denominare-
mos "turbulencia inducida", que se suman a aquellas normalmente presentes en un
30 gas que se mueve a alta velocidad en un conducto con superficie lisa.

1 Aquellas normalmente presentes se distribuyen en toda
la masa del gas y se transmiten solo en parte al líquido que se mueve, por lo
tanto, con movimiento substancialmente laminar. En cambio los nuevos componen-
tes turbulentos se concentran en la zona de contacto entre el film líquido y
5 la capa de gas adyacente donde se verifica la reacción y en la cual esta local-
lizada la mayor resistencia al cambio de masa y de calor.

Una característica principal es que la pared sobre la
cual se desliza el film de material líquido está provista de una serie de minia-
letas, sobresalientes en la parte inferior de la pared, continuas o disconti-
10 nuas, dispuestas en orden transversal con respecto al flujo de la reacción.

Las minialetas se pueden recavar directamente en las
paredes de la cámara de reacción o también se pueden aplicar sobre la superfi-
cie anillos, espirales helicoidales, etc., introduciéndolos en la cámara de
reacción, a directo contacto con las paredes.

15 La forma, las dimensiones y el espacio entre las minia-
letas se establecen en manera tal de evitarse cualquier restañó de líquido.
Lógicamente la presencia de obstáculos, en la superficie de reacción, podría
crear zonas subyacentes de restañó, en las cuales se obtendría la descomposi-
ción y/o la sobresulfonación con la carbonización de los productos.

20 Para evitar estos inconvenientes, según la presente in-
vención, las minialetas se construirán con espesores superiores a aquéllos del
film líquido, o sino con espesores superiores pero con sección circular o de
cualquier modo achaflanadas en la dirección del flujo. O más bien, estarán dis-
puestas según un comportamiento helicoidal de manera tal que la componente tan-
25 gencial de movimiento que se produce cree el recambio en las zonas que se en-
cuentran debajo de las minialetas (zona sotavento).

El espesor de las minialetas se comprende generalmente
entre 0,1 y 10, más es preferible entre 0,5 a 3 mm.

30 La proporción entre la distancia de dos minialetas contiguas (paso) y el espe-
sor se comprende entre 2,5 y 50.

1 La proporción entre el paso y el diámetro de la cámara de reacción es inferior a 1 y preferiblemente comprendido entre 0,01 y 1.

La proporción entre el espesor de las minialetas y el diámetro de la cámara de reacción se comprende entre 0,004 y 0, 4.

5 Las pérdidas totales de carga que se crean en el conjunto según la presente invención, son muy similares a aquélla de un conjunto con paredes lisas. en cuanto los aumentos debido al elevado coeficiente de fricción causado por las rugosidades, se igualan con una menor longitud necesaria del mismo. Es sabido en efecto, que la longitud de un conjunto de sulfonación es universalmente proporcional al coeficiente del cambio térmico.

10 Con objeto de facilitación, el conjunto de sulfonación según la presente invención tiene una longitud comprendida entre 0,5 a 6 mt.

15 La superior calidad que se obtiene con el procedimiento objeto de la presente invención se puede atribuir al hecho que la turbulencia inducida, obtenida mediante la rugosidad de la superficie de reacción, implica todo el espesor del film de la substancia líquida, renovando velozmente y continuamente las superficies de contacto gas-líquido y líquido-paredes del reactor, por lo tanto, así se aumenta de un lado la probabilidad estadística de encuentro entre el anhídrido sulfúrico y la substancia orgánica que todavía no ha sido reaccionada y del otro el coeficiente de cambio térmico.

20 Para comprender mejor la naturaleza del invento, en los planos adjuntos representamos (a título de ejemplo meramente ilustrativo y no limitativo) una forma preferente de realización industrial, a la que nos remitimos en nuestra descripción; sobre dichos planos.

25 La figura 1 representa la vista esquemática de la sección igual a aquella de la figura 2, del conjunto de sulfonación (1) aprovisionado de unas minialetas (4A) con forma de anillos que tienen un espesor inferior al espesor del film líquido.

30 La figura 2 representa la vista esquemática de la sección obtenida con un plano que pasa por el eje longitudinal de un conjunto de - -

1 sulfonación (1) quien está aprovisionado internamente de unas minialetas (4B) a sección circular dispuestas en espiral.

5 La figura 3 representa la vista esquemática de la sección, igual a aquélla de la figura 2, del conjunto sulfonación (1) aprovisionado de unas minialetas (4C) con superficie achaflanada en la dirección de flujo del film líquido.

10 Con referencia a las figuras (1, 2, 3) el conjunto de sulfonación (I) comprende una cámara cilíndrica (2) que puede ser dispuesta verticalmente o inclinada hasta cerca de 30° respecto a la posición vertical.

Más en la práctica se prefiere la posición esencial vertical porque el espesor del film es uniforme.

15 Las paredes (3) de la cámara (2) están aprovisionadas de unas minialetas (4A, 4B ó 4C) que pueden ser: minialetas a espiral (4B) como se puede ver en la figura 2, o a anillos con igual distancia entre si, figuras 1 y 3 inclinados ó no (4A) a sección circular achaflanadas (4C) en el senso del flujo del film. Las minialetas (4A, 4B ó 4C) preferiblemente tendrían que ser de acero inoxidable.

20 La cámara (2) esta abastecida, en la pared superior, de un elemento distribuidor (5) en el cual está recabada una cámara anular (6) para el compuesto orgánico sulfonable, alimentado de un tubo de entrada (7).

25 La cámara anular (6) distribuye el compuesto sulfonable en fase líquida y en una capa muy delgada y homogénea (12) sobre toda la superficie interna de la cámara de reacción.

30 El elemento distribuidor (5) tiene también una cobertura (8) concéntrica a la cámara anular (6) de distribución del compuesto orgánico, para alimentar en la cámara (2) la mezcla de anhídrido sulfúrico-gas inerte.

Los dos reagentes, compuestos orgánico y mezcla

1 gaseosa, recorren toda la cámara (2) con movimiento descendente y con la misma velocidad y la reacción se produce durante el trayecto.

5 A causa del choque de la mezcla gaseosa con las minialetas (4A, 4B ó 4C) se crean componentes de turbulencia adicionales, turbulencia inducida, que se encuentran en el gas cerca de las paredes (3) y en todo el film líquido. Además, las minialetas (4A, 4B ó 4C) obstaculizan el movimiento laminar del líquido, que, a cada minialeta, está obligado a separarse de la pared (3), renovando así su superficie de contacto con la mezcla y gaseosa y mezclándose íntimamente con el gas.

10 Para la remoción del calor de reacción, las paredes (3) de la cámara (2) están enfriadas con agua que circula en la canisa de refrigeración (9) externa; en la cual, el agua entra por el tubo (10) y sale por el tubo (11).

15 Descrita suficientemente la naturaleza del presente invento, así como su realización industrial, sólo cabe añadir que en su conjunto y partes constitutivas es posible introducir cambios de forma, materia y disposición, sin salirse del cuadro del invento en cuanto tales alteraciones no desvirtuen su fundamento.

20 El solicitante, al amparo de los Convenios Internacionales sobre Propiedad Industrial, se reserva el derecho de extender la presente demanda a los países extranjeros, si fuera posible, reivindicando la misma prioridad de la presente solicitud.

25 Igualmente el solicitante se reserva el derecho de solicitar los adecuados Certificados de Adición, en la forma señalada por la Ley, al introducir en el presente invento cuantos perfeccionamientos se deriven del mismo.

NOTA

30 La Patente de Invención que se solicita por veinte años como nueva en España, de acuerdo con la vigente Legislación sobre Propiedad Industrial, deberá recaer sobre "PROCEDIMIENTO PARA LA SULFONACION EN

1 CONTINUO DE COMPUESTOS ORGANICOS", en todo de acuerdo con las siguientes:

REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento para la sulfonación en continuo de compuestos orgánicos, compuestos orgánicos líquidos con anhídrido sulfúrico, caracterizado porque los dos flujos, líquido y gaseoso, se mueve paralelamente y con la misma velocidad en una ó más cámaras de reacción a flujo descendente, enfriadas externamente efectuándose la reacción de sulfonación sobre una superficie rugosa, con rugosidades continuas y discontinuas, dispuestas según un orden transversal respecto al flujo de reacción.

10 2.- Procedimiento para la sulfonación en continuo de compuestos orgánicos, compuestos orgánicos líquidos con anhídrido sulfúrico, en todo de acuerdo con la primera reivindicación, caracterizado porque comprende una ó más cámaras de reacción, que poseen un elemento distribuidor del compuesto orgánico sulfonable y de la mezcla anhídrido sulfúrico-gas inerte y en el que las paredes internas de la o de las cámaras, sobre las cuales corre el film de material orgánico líquido, están abastecidas de minialetas, que sobre-salen en la parte interna de la pared, en un orden transversal respecto al flujo de reacción.

20 3.- Procedimiento para la sulfonación en continuo de compuestos orgánicos, en todo de acuerdo con la segunda reivindicación, caracterizado por el hecho de que el espesor de las minialetas está comprendido entre 0,1 y 10 mm.

25 4.- Procedimiento para la sulfonación en continuo de compuestos orgánicos, en todo de acuerdo con la tercera reivindicación, caracterizado porque el espesor de las minialetas, está comprendido entre 0,5 y 3 mm.

30 5.- Procedimiento para la sulfonación en continuo de compuestos orgánicos, en todo de acuerdo con las reivindicaciones segunda a cuarta, caracterizado por el hecho que la proporción distancia entre dos minialetas contiguas/espesor de cada minialeta está comprendida entre 2,5 y 50.

6.- Procedimiento para la sulfonación en continuo de compues-

WJ

1 tos orgánicos, en todo de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones segun-
da a quinta, caracterizado por el hecho que la proporción distancia entre dos
minialetas contiguas/diámetro de la cámara de reacción es inferior a 1 y pre-
feriblemente comprendida entre 0,01 y 1.

5 7.- Procedimiento para la sulfonación en continuo de compues-
tos orgánicos, en todo de acuerdo con las reivindicaciones dos a seis, caracte-
rizado por el hecho que la proporción entre el espesor de las minialetas y el
diámetro de la cámara de reacción, esta comprendida entre 0,004 y 0,4.

10 8.- Procedimiento para la sulfonación en continuo de compues-
tos orgánicos, en todo de acuerdo con cualquiera de las precedentes reivindica-
ciones de dos a siete, caracterizado por el hecho de que las minialetas son re-
cavadas directamente en las paredes de la cámara de reacción.

15 9.- Procedimiento para la sulfonación en continuo de compues-
tos orgánicos, en todo de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivin-
dicaciones de dos a siete, caracterizado por el hecho de que las minialetas tie-
nen la forma de anillos o espiras helicoidales aplicados a directo contacto so-
bre las paredes de las cámaras de reacción.

20 10.- Procedimiento para la sulfonación en continuo de compues-
tos orgánicos, en todo de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivin-
dicaciones de la segunda a la novena, caracterizado por el hecho de que cada
minialeta tiene un espesor inferior al del film de la substancia orgánica lí-
quida.

25 11.- Procedimiento para la sulfonación en continuo de compues-
tos orgánicos, en todo de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivin-
dicaciones de la segunda a la novena, caracterizado por el hecho que cada minia-
letas tiene un espesor superior al del film de la substancia orgánica líquida
y tiene una sección circular o de cualquier modo achaflanada en la dirección
del flujo.

30 12.- Procedimiento para la sulfonación en continuo de compues-
tos orgánicos, en todo de acuerdo con una cualquiera de las presentes reivindi-



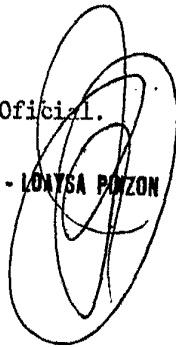
1 caciones de la segunda a la novena, caracterizado por el hecho de que las minia-
letas tienen un espesor superior al del film de la sustancia orgánica líquida
y están dispuestas según una dirección helicoidal.

5 13.- "PROCEDIMIENTO PARA LA SULFONACION EN CONTINUO DE COM-
PUESTOS ORGANICOS".

Madrid,

El Agente Oficial.

MIGUEL FERNANDEZ - LONISA PAZON
P. P.



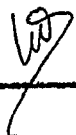
10

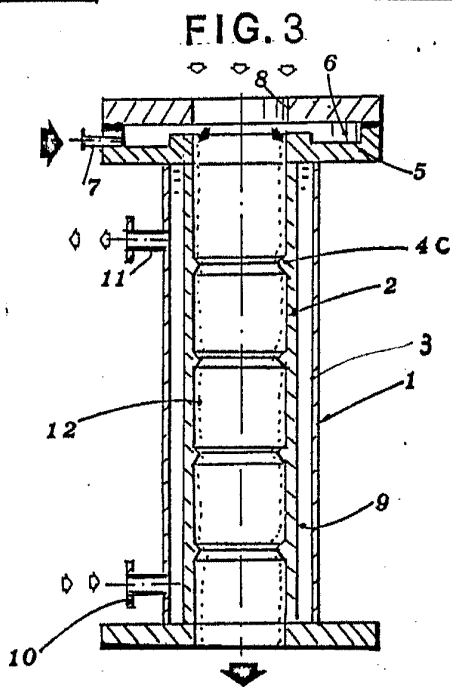
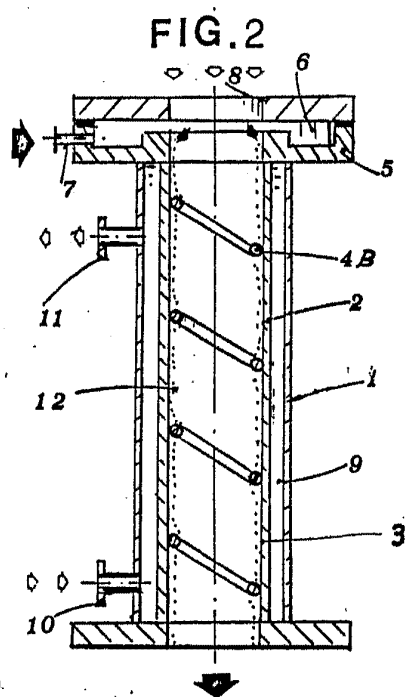
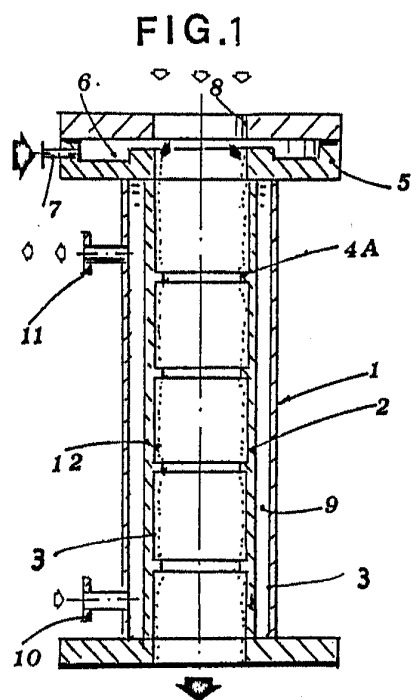
15

20

25

30





Escala variable

Madrid

El Agente Oficial

MIGUEL FERNANDEZ BAYSA PINZON
P. C.