



MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de introducción por cinco años, por = Procedimiento para la ejecución de cristalización fraccionada y para la descomposición de cuerpos isómeros. = a favor del Doctor Richard Hans G ä r t n e r, residente en Hamburg ( Alemania ) Heimhuderstrasse 72.-

??=?/?

Es conocido el separar las mezclas isómeras volviendo a calentar lentamente las mezclas enfriadas y solidificadas, de tal manera que los cuerpos que se funden a baja temperatura son primeramente separados por fusión y luego pueden ser sacados gotteando o por presión o de modo que la mezcla isómera se enfria hasta por bajo del punto de fusión del cuerpo de punto de fusión



mas alto y luego es separado, por centrifugación de la lejía madre, o por prensado o goteo. Para ambos procedimientos se requiere una doble operación de trabajo.

Ahora bien se ha encontrado, que puede conseguirse el mismo efecto si se disuelve la mezcla líquida en forma de gotas según uno de los procedimientos conocidos de pulverización y se conduce el enfriamiento de modo que solo se separe por cristalización una de las partes de la mezcla isómera, mientras que la otra parte permanece aun líquida. Estas gotas son llevadas luego a un centrifugo o a un filtro en lugar de la disposición de filtrar conocida hasta el presente.

Puede también emplearse el mismo procedimiento para la ejecución de cristalizaciones fraccionadas en el cual caso se pulveriza de igual manera la solución muy caliente y se regula el enfriamiento de tal manera que solo una parte de la solución se separe por cristalización, mientras que el resto de la solución permanece aun en las gotas. Así se consigue una cristalización fraccionada en un tiempo considerablemente mas corto y con mejor beneficio que cuando se enfria la solución sin pulverización. Además el procedimiento se recomienda especialmente allí donde cuerpos sensibles sufrirían con el oxígeno del aire, pues puede ser ejecutado en una atmosfera indiferente. Además el procedimiento puede emplearse con ventaja allí donde es deseado por motivos higiénicos que los obreros no deban estar en contacto con los cuerpos, por que todo el procedimiento se desarrolla en una instalación cerrada.

Para la explicación de la posibilidad de empleo del nuevo procedimiento pueden ser indicados los siguientes ejemplos:

El para-nitrotoluoil tiene un punto de solidificación de  $+ 51^{\circ}$ , el orto-nitrotoluoil un punto de solidificación de  $- 9^{\circ}$ . En la separación de estos nitrotoluoiles por destilación, no resultan apropiados en la industria, (por separarse primero por destilación el orto-nitrotoluoil) para la obtención de fraccio =



nes apropiadas de para-nitrotoluoil con un punto de solidificación de 30 a 45°. Estas fracciones fueron hasta ahora, bien enfriadas bajo agitación o bien se las hacia separarse por cristalización en reposo. El enfriamiento bajo agitación solo podia naturalmente ser llevada hasta un cierto grado, por regla general hasta 25° para poder seguir elaborando la papilla cristalizabile en el centrifugo. El enfriamiento en reposo puede, por supuesto, ser extendido hasta una temperatura cualquiera. Por motivos de conveniencia solo se llegaba en este caso hasta la temperatura ambiente. Después de esto eran desprendidos por choques los cristales depositados y separados de la lejia madre por centrifugación. La lejia-madre vuelve a ser enseguida nuevamente destilada. Como el orto-nitrotoluoil no se solidifica sino a - 9° se puede enfriar considerablemente por bajo de - 9° la mezcla de para-nitrotoluoil y orto-nitrotoluoil. Por consiguiente cuanto mas profundamente se puede enfriar la mezcla, tanto mas para-nitrotoluoil se separará en el enfriamiento. Por medio del nuevo procedimiento se puede llevar el enfriamiento a cualquier temperatura que se desee en un tiempo considerablemente pequeño. Con las pequeñas gotas no puede haber naturalmente ninguna clase de dificultad en la elaboración subsiguiente, como el atasamiento del agitador o la trituración de las tortas de cristales. El efecto es por consiguiente que se separa mas de la mezcla por cristalización, que todo el procedimiento se realiza en tiempo mucho mas corto y que el servicio de la instalación se simplifica. Se ahorra por consiguiente, en este caso, material de calefacción, porque hay que destilar nuevamente menos lejia madre. Los jornales son disminuidos porque el servicio se simplifica.

Otro ejemplo será la separación del cloronitrobenzol que también se verifica por medio de destilación y cristalización. El para-cloronitrobenzol tiene un punto de solidificación de 81°



y el del orto-cloronitrobenzol es de 31°. El punto eutéctico de la mezcla se encuentra a 16°, es decir al enfriarse una mezcla de ambos isómeros si el para-cloronitrobenzol solo el para-cloronitrobenzol domina, se separa solo este, pero en un nuevo enfriamiento, una mezcla de orto- y para-nitrobenzol. En el funcionamiento en grande escala, se desprende primeramente el para-cloronitrobenzol. Las fracciones ricas en para fueron hasta ahora enfriadas mediante agitación hasta a 25°. No era admisible porque entonces se atascaba el agitador y la mezcla no podía ser extraída de la artesa de agitación. No era practicable una agitación en reposo porque existía el peligro de que, en virtud de un mayor enfriamiento por bajo de 16° se separase también cristalizada una mezcla de para- y orto-cloronitrobenzol y porque a causa de la toxicidad del cloronitrobenzol no era conveniente sacar con palas los cristales. Por medio del enfriamiento a solo 25° no es naturalmente extraído todo el para-cloronitrobenzol. En el nuevo procedimiento pueden ahora bien, ser enfriadas las gotas facilmente hasta 16° para después de esto ser separada a esta temperatura. De esta manera es obtenido por consiguiente mas para-cloronitrobenzol que hasta ahora en la cristalización. Además todo el procedimiento se desarrolla en una instalación cerrada. Los obreros no están expuestos, por consiguiente a ningun peligro de envenenamiento. En una forma completamente correspondiente se verifica la operación con las fracciones posteriores ricas en orto. Como por medio de esta nueva forma de cristalización es obtenida menos lejía - madre, la cual nuevamente debe ser otra vez destilada, el efecto final significa también economía en material de calefacción.

- - - - -



F O T A.  
=====

Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como no practicado en España son las siguientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para la ejecución de cristalizaciones fraccionadas y para la separación de cuerpos isómeros, mediante una regulación del enfriamiento de la mezcla, de tal manera que solo un cuerpo se separa cristalizado mientras que los cuerpos restantes se mantienen aun en estado disuelto o respectivamente liquido, caracterizado porque la mezcla se divide en forma de gotas en forma en si conocida por medio de pulverización y las gotas son enseguida separadas por centrifugación o presión en forma igualmente conocida.

2.- Procedimiento para la ejecución de cristalización fraccionada y para la descomposición de cuerpos isómeros.=  
Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de cinco páginas foliadas y escritas por una sola cara.

Madrid, 5 de Noviembre de 1925.

Leocadio López y López-

P.P.