

18214



22 MAYO 1930

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, constituida en Gran Bretaña y establecida en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, INGLATERRA, por "Mejoras en la fabricación de cloruro bencílico"

- o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o - o -

Este invento se refiere al tratamiento de mezclas crudas que contengan alcohol bencílico y que se recuperan en la fabricación de bencilcelulosa. Estas mezclas pueden contener cloruro de bencilo, éter bibencílico y otras sustancias, por ejemplo, derivados de celulosa.

Conforme al presente invento, estas mezclas crudas se elaboran para fabricar cloruro de bencilo por tratamiento con ácido clorhídrico. El invento consiste asimismo en un procedimiento en que hay un tratamiento preliminar con álcali, y otro que comprende un

tratamiento con cloro.

15 Hemos visto ahora que un tratamiento previo de la mezcla cruda arriba mencionada con una sustancia de reacción alcalina con agua, es muy útil cuando las mezclas crudas contienen (como suelen) vestigios de hierro u otros compuestos metálicos, que producen polimerización del cloruro de bencilo.

20 Es preferible tratar la mezcla cruda, con poca agua, con una sustancia alcalina anhidra. Por ejemplo, la mezcla cruda arriba citada se trata de este modo con carbonato de sodio anhidro, y se filtra, quedando lista para ser tratada con ácido clorhídrico. En lugar de tratar la muestra misma con ácido clorhídrico, podemos destilarla primero, empleando el destilado.



25 El tratamiento puede efectuarse con gas de ácido clorhídrico o con soluciones acuosas del mismo. Cuando se trata con el gas, pasamos la
30 mezcla con dicho gas por una torre caldeada, de arriba a abajo. Se necesita poco calor externo, pues basta con el de la reacción para mantener una temperatura suficientemente alta. Cuando se trata con soluciones acuosas, la mezcla se digiere con un exceso de ácido
35 clorhídrico, con preferencia 28-36°Tw., a una temperatura aproximada de 80°C. En ambos casos, la capa oleaginoso que se separa acusa abundante contenido en cloruro de bencilo, que puede recuperarse por destilación.

40 EJEMPLO 1º.

La celulosa de bencilo crudo en solución con alcohol bencílico se trata mezclándola con 10 por 100 en peso de carbonato de sodio calcinado, y se

filtra del exceso de álcali.

45

200 partes de la solución de celulosa bencílica tratada se mezclan con 300 partes de ácido clorhídrico de 1.14 de peso específico, calentándose a 80-90°C con constante agitación durante seis horas. La porción acuosa se separa entonces de la capa de cloruro de bencilo crudo. Este se filtra luego a través de ceniza de sosa, y se destila. Se recuperan 120 partes de cloruro de bencilo de peso específico 1, 11, con un 90 por 100 de cloruro de bencilo puro.

50

55

EJEMPLO 2º.-

250 partes de solución de celulosa bencílica (después de tratada con ceniza de sosa) se hacen bajar lentamente por una torre guarnecida de sílice y calentada por fuera, con una corriente opuesta de gas de ácido clorhídrico introducida por la base de la torre.

60

El cloruro de bencilo crudo se trata luego como en el ejemplo 1º, dando 128 partes de cloruro de bencilo de 1,11 de peso específico, con un 90% de cloruro de bencilo puro.

65

Hemos comprobado además que las mezclas originales contienen productos de condensación de cloruro de bencilo o de alcohol de bencilo de composición indefinida, y, por consiguiente, el rendimiento de cloruro de bencilo no corresponde a la cantidad total de compuestos de bencilo presentes. Pero también hemos visto que es posible separar estos productos de condensación tratando con cloro, para producir cloruro de bencilo y benzaldehído, con algo de cloruro de bencilo y derivados nucleares clorados.

70

75



Conforme a nuestro invento, por consiguiente, empleamos cloro, y de este modo puede recuperarse una considerable cantidad de cloruro de bencilo de la mezcla que ha de tratarse, destinada a perderse de otro modo.

80

La acción del cloro sobre la mezcla desarrolla ácido clorhídrico al mismo tiempo, y divide los productos de condensación en cloruro de bencilo y benzaldehído, formándose simultáneamente cloruro de bencilo por la reacción de alcohol bencílico y ácido clorhídrico, conforme se describe en nuestra solicitud pendiente.

85



22

90

Preferimos, sin embargo, tratar la mezcla cruda conforme queda descrito en nuestra solicitud pendiente, con ácido clorhídrico, y recuperar todo el cloruro de bencilo que podemos por este medio. Luego tomamos el residuo obtenido después de destilar todo el cloruro de bencilo, y lo tratamos con cloro.

95

De este modo, el residuo se convierte en una mezcla que contiene substancialmente cloruro de bencilo y benzaldehído.

100

Ohtenido un producto por cualquiera de los métodos ya descritos, consistente en cloruro de bencilo y benzaldehído, éstos pueden separarse por un método conocido, por ejemplo, destilación parcial, o extrayendo el benzaldehído con solución de bisulfito sódico y fraccionando el cloruro de bencilo remanente del cloruro benzoílico y los derivados nucleares de cloro que lo acompañan.

105

Por este medio hemos obtenido rendimiento de cloruro de bencilo de la mezcla original, que aumentan en un 35%, y además, productos secundarios

valiosos, como benzaldehido y cloruro benzofílico.

110

La producción de cloruro benzofílico puede tambien evitarse usando una cantidad limitada de cloro de modo que no exceda de la necesaria para dividir el producto de condensación en benzaldehido y cloruro de bencilo, sin ulterior cloración.

115

EJEMPLO 3º.

Las soluciones de celulosa benzofílica cruda con alcohol benzofílico, se tratan mezclando con 10% en peso de carbonato sodio calcinado, y filtrando.

120



200 partes de la solución de celulosa benzofílica tratada se mezclan con 300 partes de ácido clorhídrico de peso específico 1,14, y se calientan a 80-90°C con constante agitación durante seis horas. La parte acuosa se separa luego de la capa de cloruro benzofílico crudo. Este se filtra luego por ceniza de sosa y se destila. Se recuperan 120 partes de cloruro de bencilo de 1,11 de peso específico, con 90% de cloruro de bencilo puro.

125

El procedimiento continúa luego como

130

sigue:

EJEMPLO 4º.

135

160 partes de residuos muertos de 1,06 de peso específico, del procedimiento anterior, se tratan con 40 partes de cloro a temperatura ordinaria. El producto crudo, al final de la cloración, es de 1,095 de peso específico. Luego se destilan obteniéndose 124 partes de peso específico 1,085, con 50% de cloruro de bencilo puro. El benzaldehido se recupera por extracción con bisulfito de sodio, y el aceite remanente se vuelve a destilar para cloruro de bencilo.

140

En la modificación de nuestro invento en que empleamos gas de cloro, podemos tratar la mezcla original cruda mencionada antes de esterizarla con ácido clorhídrico, o esterilizarla con ácido clorhídrico y tratarla luego con cloro.

145

-----o N O T A o-----

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta Patente de VEINTE años, son los siguientes:

150

1º.- El procedimiento de elaborar las soluciones crudas obtenidas al fabricar celulosa bencílica, que consiste en tratarlas con ácido clorhídrico para producir cloruro de bencilo ($C_6H_4.CH_2Cl$).



155

2º.- El procedimiento conforme se reivindica en el punto 1º, en que la mezcla cruda se trata con una substancia alcalina para retirar hierro u otro metal nocivo.

160

3º.- Un procedimiento conforme se reivindica en el punto 2º, en que la mezcla cruda, con poca agua, se trata con un exceso de una substancia alcalina anhidra, después de lo cual se separa el líquido y se esteriza con ácido clorhídrico.

165

4º.- Un procedimiento conforme se reivindica en el punto 1º, en que la mezcla cruda se trata con cloro.

170

5º.- Un procedimiento conforme se reivindica en el punto 4º, en que la cantidad de cloro se limita para evitar la producción de cloruro benzóico ($C_6H_5.CO.Cl$).

6º.- Un procedimiento conforme se reivindica en el punto 1º, en que, después de esterizar

la mezcla cruda con ácido clorhídrico, el residuo se trata luego con cloro.

175

72.- Mejoras en la fabricación de cloruro bencílico.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

180

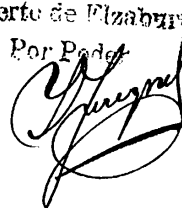
Esta Memoria consta de siete hojas, escritas por una sola cara.

Madrid, 22 de mayo de 1930.

P. A.

Alberto de Eizaburu

Por Poder



27