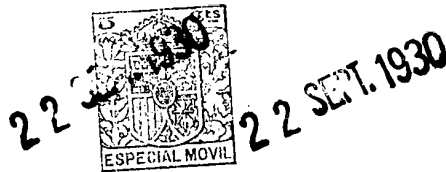


NUMERO 19.594

" F. 12891 "
Fall 1 "

119890



MEMORIA DESCRIPTIVA

Para solicitar

PATENTE DE INVENCIÓN

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de Franz HOEWIMMER y Josef MEISSNER, re-
sidentes en Elumau h/Felixdorf, Austria y Burbach
1/W., KRUIS SIEGEN, Alemania, respectivamente, por

" UNA MEJORA EN LA PRODUCCION DE CUERPOS
NITROGENADOS DE COMBINACIONES AROMA-
TICAS".

~~El presente documento es una copia de un documento original que se encuentra en el archivo de la Oficina de Patentes de España.~~

5 En la práctica de los procedimien-
tos conocidos para la producción de cuerpos ni-
trogenados de combinaciones aromáticas, era ne-
cesario hasta ahora - cuando el cuerpo nitroge-
nado era sólido - o bien dejar reposar la carga
nitrante durante algún tiempo, manteniendo de-
terminada temperatura, separar después el ácido

10

sobrante del nitrógeno líquido, o enfriar la carga agitando a la temperatura ordinaria, recuperando el nitrógeno precipitado en polvo fino o manojos cristales absorbiéndolo del ácido sobrante.

Ambos métodos llevan consigo una serie de inconvenientes.

15

Cuando se emplea el primero, quedan disueltas en el ácido sobrante grandes cantidades del cuerpo nitrogenado, que solo se separan en parte después de enfriar, ocasionando en la gran industria las dificultades conocidas, y que han de recuperarse por procedimientos relativamente costosos.

20



25

Se ha propuesto (patente alemana 254.754, de 15 julio 1909) añadir a la carga nitrante, antes de comenzar la separación, grandes cantidades de agua, para obviar tales dificultades. Pero aparte de que en esa forma pierde el ácido sobrante su propiedad de ácido nitrante para la producción de productos intermedios menos nitrogenados, ha de contarse con el inconveniente de que de este modo también tienen acceso al producto nitrante casi todas las impurezas producidas por reacciones secundarias y las sustancias incompletamente nitrogenadas, ensuciándose mucho más que cuando no se añade agua.

30

35

El empleo del otro procedimiento proporciona ciertamente mayor grado de limpieza, pero la liberación de los productos en cristales y polvo fino del ácido sobrante es mucho más difícil y costoso, y supone considerable pérdida

de ácido.

40

Para obtener productos completamente limpios, en ambos casos es necesario cristalizar o disolver en disolventes apropiados. Pero por estos métodos, no exentos de peligro, y además caros, el rendimiento, que en muchos casos ya

45 deja bastante que desear, no es mas favorable, naturalmente.

45

Investigaciones muy minuciosas en cuanto a la solubilidad de diversos cuerpos nitrogenados en ácido sulfúrico y nítrico de distintas concentraciones, han demostrado que es tanto mayor cuanto mas elevada sea la concentración de los ácidos, y tanto menor cuanto mas se nitren los cuerpos de que se trata. Especialmente sorprendente y es de gran importancia con relación al

50 presente invento, la circunstancia de que los citados ácidos, en concentración máxima, poseen una enorme capacidad de disolución, que pierden en su mayor parte ya al añadir mínimas cantidades de agua.

50



55

El objeto del invento, que se basa en estos resultados de la investigación, es remediar todos los defectos antes apuntados. Consiste en calcular la cantidad y composición de los ácidos nitrante y sobrante de modo que, terminada la reacción, quede el cuerpo nitrogenado en el ácido nitrante caliente, pudiendo retirarse solo al enfriarse, en forma cristalina, no líquida.

60

65

60

65

El hecho, confirmado por las mencionadas investigaciones, de que los ácidos an-

70

70

75
80
85
90
95
100

hijos poseen una capacidad disolvente incomparablemente mayor que los hidrogenados, permite proceder en este caso con cantidades relativamente pequeñas de ácido, calculando la masa y composición del ácido nitrante de modo que resulte un ácido sobrante anhidro o casi anhidro. En este caso, el ácido sobrante de cargas nitrantes anteriores puede utilizarse con especial ventaja como medio auxiliar para conseguir el efecto apetecido.

Teniendo en cuenta que cada cuerpo nitrogenado se caracteriza por su solubilidad perfectamente determinada, que su punto de fusión varía dentro de amplios límites, y que al producirlo no deben excederse determinadas temperaturas máximas, no es posible, naturalmente, fijar normas generales respecto a las condiciones más favorables de trabajo, que deben regularse especialmente para cada caso. De las numerosas posibilidades de aplicación de este invento citaremos, por tanto, solo el siguiente ejemplo práctico:

222 Kgs. de binitrotolúol en bruto, compuesto de 82% de binitrotolúol, y 18% de trinitrotolúol, se disuelven en 1538 Kgs. de ácido de precipitación, compuesto de 86% de H_2SO_4 , 6% de HNO_3 y 8% de trinitrotolúol, a una temperatura comprendida entre 70 y 80° C, y en dicha solución se incorporan 516 Kgs. de ácido nitrante, compuesto de 66% de H_2SO_4 , 16% de SO_3 y 18% de HNO_3 . dejan subir o subiendo luego la tempera-

105

tura a 100 o 110°C. Terminada la reacción, muy rápida, uniforme y exenta de todo peligro, el líquido, completamente claro y homogéneo, se vierte en reposo en una vasija de cristalización y se deja reposar. Allí se solidifica aparentemente en hermosos cristales. Agitan-

110

do con precaución, la masa se convierte en una papilla clara de cristales bien formados, que pueden separarse sin esfuerzo del ácido de precipitación centrifugando o absorbiendo. Con igual facilidad se separan, cubriendo con pequeñas cantidades de agua, de los restos de ácido que siguen adheridos. Los cristales se-

115

cos poseen un punto de coagulación de 80°C, por lo menos, siendo, pues, muy elevada su grado de pureza. El rendimiento asciende por lo menos a un 85% del teórico (d. Th).



120

El ácido de precipitación limpio de cristales, compuesto de 8% de H_2SO_4 , 6% de HNO_3 y 8% de trinitrotolueno, se utiliza en parte (1538) de nuevo, como antes, para disolver 222 Kgs. de binitrotolueno en bruto, y el resto (unos 500 Kgs), regenerado con ácido nítrico,

125

se aprovecha para nitrar en forma conocida 92 Kgs. de tolueno con objeto de obtener binitrotolueno. El trinitrotolueno que queda disuelto en esta parte del ácido de precipitación acrecienta el rendimiento de binitrotolueno, volviendo a ser, por

130

tanto, aproximadamente otros 222 Kgs. de binitrotolueno en bruto el eslabón inicial del ciclo aquí descrito.

137

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Austria, el 23 de septiembre de 1929, bajo el número A. 6552, se acoge a los beneficios del artículo 51 de la ley de Propiedad Industrial.

-o- N O T A -o-

140

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

145



1º. - Una mejora en la producción de cuerpos nitrogenados, consistente en calcular la masa y composición del ácido nitrante y del ácido de precipitación, de manera que el cuerpo nitrogenado, después de terminada la reacción, quede totalmente disuelto en el ácido de precipitación.

150

2º. - Una mejora conforme se reivindica en el punto 1º, consistente en calcular la masa y composición del ácido nitrante, para conseguir la disolución total en la menor cantidad posible de ácido de precipitación, de manera que el ácido de precipitación resultante no contenga agua o la contenga muy escasa.

155

3º. - Una mejora conforme se reivindica en los puntos 1º y 2º, consistente en diluir la carga nitrante con cantidades apropiadas de ácido de precipitación de composición correspondiente y procedencia igual.

160

4º. - Una mejora en la producción

de cuerpos nitrogenados de combinaciones aromáticas.

165

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

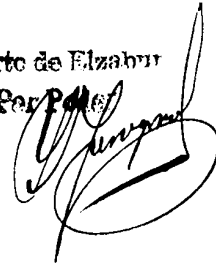
Esta memoria consta de siete hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 22 de septiembre de 1930.

P. A.

Alberto de Elzabur

Por Poder



21
2