

Cas. S. 46/29

3774



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Mejoras introducidas en el objeto de la patente
"principal nº 177.336 presentada en 22 de marzo de
"1947, por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE HEXACLORO-
"CICLOHEXANO".

=====

Solicitantes: SOLVAY & CIE. domiciliados en 33 Rue Prince Albert
Bruselas, Bélgica.

=====

La presente invención se refiere a la fabrica-
ción, por cloración aditiva del benzol, de hexacloro-
ciclohexano de calidad perfeccionada, exento de olor
desagradable y de la coloración más o menos pronunciada
5. que hacen el producto poco recomendable, limitándose por
ello su empleo.

Este resultado se obtiene en una medida bastante
satisfactoria por el procedimiento segun la patente prin-
cipal que consiste en no someter el benzol comercial a la
10. cloración hasta después que se le ha hecho experimentar
una depuración previa y de haberle separado de sus impure-
zas. El hexaclorociclohexano obtenido en estas condicio-
nes, aun cuando perfeccionado considerablemente, todavia
tiene sin embargo, un débil olor orgánico y presenta



15. una coloración amarillenta.

Se ha descubierto que este ligero olor y esta coloración son debidas principalmente a la presencia, durante la cloración, de oxígeno disuelto en el benzol tratado. Segun las presentes mejoras, se intensifica más

20. la depuración haciendo desaparecer, antes de la cloración, de las materias primas el oxígeno que pueden contener o llevar y se efectúa la cloración en ausencia lo más completa posible del aire.

Para la ejecución del procedimiento perfeccionado se elimina el aire del benzol de partida por cualquier medio apropiado, por ejemplo destilando el benzol en una corriente de gas inerte o, haciendo barbotar gas inerte (ázoe, anhídrido carbónico, etc...) antes de la introducción del cloro.

30. Tambien se puede introducir en este benzol un anti-oxígeno, tal como la hidroquinona por ejemplo.

Con el fin especificado es tambien conveniente mezclar un gas inerte al cloro empleado como materia prima, de modo que se cree por absorción de este último, una atmósfera inerte a la superficie del líquido en reacción.

El gas inerte empleado para estas diversas operaciones debe ser, evidentemente, depurado previamente en oxígeno, por ejemplo, haciéndole pasar, en presencia de hidrógeno, por cobre reducido puesto al rojo. En semejante caso el gas inerte contiene una reducida proporción de hidrógeno no transformado que no perjudica la buena marcha del procedimiento.

De un modo mas general, segun la invención, se actúa de modo que se evite todo contacto entre el oxígeno aun en pequeñas cantidades, y la solución de hexaclorociclohexano o el benzol que deberá reaccionar además

45.



50. con cloro, así, por ejemplo, en el caso en que, después de separar los cristales precipitados, se vuelven las aguas-madres hacia el aparato de reacción, efectuándose la expresada separación en presencia de una atmósfera inerte, exenta de vestigios de oxígeno.

55. También después de la recuperación del benzol no transformado en hexaclorociclohexano se podrá añadir un anti-oxígeno antes de volverla a introducir en el ciclo de fabricación.

60. El procedimiento es especialmente ventajoso debido al hecho de que en ausencia total de oxígeno, se ha comprobado que la iniciación de la reacción de adición es casi instantánea. En los procedimientos conocidos, la cloración empieza por la disolución física del cloro en el benzol y tan solo después de transcurrido algun tiempo se inicia la cloración; este fenómeno que se traduce en una elevación notable de la temperatura, constituye un factor perjudicial para la buena marcha de la operación

65. puesto que favorece la cloración sustitutiva.

E J E M P L O

70. Se introduce 1 Kgr. de benzol^{depurado} en un recipiente iluminado por una lámpara eléctrica y se hace barbotar en él, durante una hora, una corriente de anhídrido carbónico desprovisto de todo vestigio de oxígeno mediante el paso en presencia de 10% de su volumen de hidrógeno, por cobre reducido mantenido a 400° C. Después se mezcla cloro seco exento de aire a los gases inertes y se

75. introduce en el benzol. La cloración se interrumpe cuando se han adicionado alrededor de unos 150 grs. de cloro. El producto de cloración se somete al arrastre del vapor de agua. Los cristales obtenidos son blancos y no poseen mas que un olor orgánico excesivamente reducido.



80.

N O T A

85.

90

95.

100.

105.

110.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental. También se hace constar que dicho invento corresponde a una patente presentada en Belgica, como perfeccionamiento a otra patente anterior, con fecha 10 de septiembre de 1946 bajo el nº 467835 (definitivo), y acogiéndose, por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Primer Certificado de Adición en España:

"Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 177.336 presentada en 22 de marzo de 1947, por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE HEXACLOROCICLOHEXANO"; caracterizándose dichas mejoras por lo siguiente:

1ª.= Mejoras en el procedimiento para la obtención de hexaclorociclohexano objeto de la patente principal, caracterizándose porque la operación de cloración se efectúa en ausencia lo mas completa posible de aire, dejando libres las materias primas que se emplean, con anterioridad a la operación de cloración, del oxígeno que pueden contener o aportar.

2ª.= Mejoras segun lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizándose porque previamente a su cloración, el benzol de partida se desprende del aire que contiene, mediante destilación en una corriente de gas inerte, o por barbotado de un gas inerte.

3ª.= Mejoras segun reivindicación 1ª, caracterizándose porque se añade un anti-oxígeno al benzol de partida.

4ª.= Mejoras segun lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizándose porque el benzol no transformado, recuperado por arrastre del vapor de agua, se



115. desprender del oxígeno que pueda retener o bien se le añada un anti-oxígeno antes de ser utilizado de nuevo como materia prima de fabricación del hexaclorociclohexano.

120. 5ª.= Mejoras según reivindicación 1ª, caracterizándose porque la atmósfera en contacto con las soluciones benzólicas de hexaclorociclohexano se depura previamente en oxígeno.

6ª.= Mejoras según reivindicación 1ª, caracterizándose porque al cloro utilizado para la obtención del hexaclorociclohexano se le añaden gases inertes, desprovistos del oxígeno que puedan contener.

125. 7ª.= Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de cinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 4 de julio de 1947.

SOLVAY & CIE.

Por Poder de J. GOMEZ ACEBU

