



188022

29 49
MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL
ABR. 1949

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

188022

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de KONINKLIJKE INDUSTRIEEL MAATSCHAPPIJ VOORHEEM
MOURY & VAN DER LINDEN, N. V., entidad holandesa, establecida
en 13, Brink, Deventer, Holanda, por:

UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE
"HEXACLOROCICLOHEXANO".-

El presente invento se refiere a la cloración, por
adición, de benceno, para producir hexaclorociclohexano en
estado relativamente puro. Hasta ahora se han hecho varias
propuestas para conseguir esta reacción, pero en la mayoría
de los procesos anteriores, se efectúa una medida importante
de cloración, por sustitución, dando mezclas que son menos ade-
cuadas para fabricar preparados insecticidas debido a las
impurezas.



188022

La preparación de 1.2.3.4.5.6 hexaclorociclohexano añadiendo cloro al benceno bajo la influencia de radiación, por ejemplo por lámparas eléctricas (v. gr. lámparas incandescentes o ultravioleta), es de conocimiento general y se usa con frecuencia.

Sin embargo, la instalación y funcionamiento del sistema de iluminación resultan caros, y el funcionamiento de estas lámparas constituye un peligro de incendio y de explosión.

El procedimiento descrito en la patente de los EE.UU. 2.010841, parece menos adecuado para el uso práctico en gran escala. Como consecuencia del gran calor de reacción es difícil evitar pérdidas de cloros, y para restringirlas se necesita un dispositivo bastante caro y complicado con el fin de enfriar el recipiente de reacción o de licuar de nuevo el cloro evaporado.

Para evitar las pérdidas de cloro y hacer seguro y eficaz el procedimiento conocido, es esencial quitar el calor de reacción y mantener baja la temperatura de la masa de reacción. Especialmente si la reacción se realiza de manera que grandes cantidades de benceno se conviertan dentro de un tiempo breve, es un problema muy difícil la extracción debida, rápida y eficiente del calor de reacción. No puede efectuarse económicamente enfriando por fuera los recipientes de reacción ni aun por medio de serpentina refrigerantes colocados dentro de dichos recipientes. Debe observarse que con estos procedimientos rápidos, tiene que usarse equipo de hierro o acero, pero este equipo está sujeto

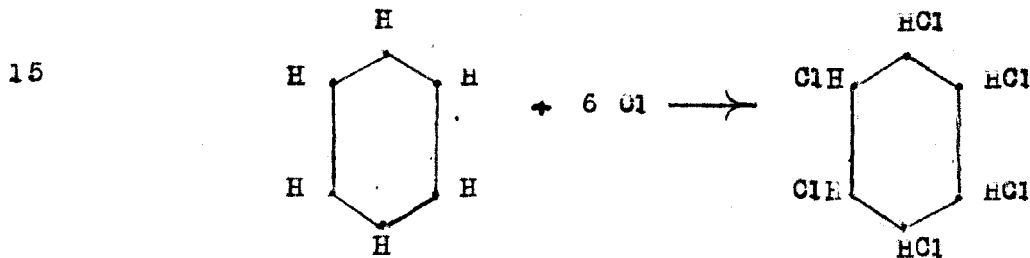


29 49

188022

a ataque y corrosión, especialmente si hay humedad, como ocurre usualmente en este procedimiento, pero la aplicación de revestimientos o forros para impedir la corrosión usualmente reduce la conductibilidad térmica del hierro o acero. Además al realizar la cloración del benceno, una parte importante del deseado producto de cloración, puede formar cristales en las superficies refrigerantes del recipiente de cloración o los serpentines, y esta masa de cristales determina una ulterior reducción de la conductibilidad térmica. Además los cristales son a menudo difíciles de separar de dichas superficies.

El presente invento se refiere a un procedimiento eficaz y económico para producir 1,2,3,4,5,6 hexaclorociclohexano por cloración directa de benceno



20 El equipo necesario para este procedimiento es sencillo. No se necesita sistema de iluminación. No hay instalaciones enfriadoras alrededor de los recipientes de reacción ni dentro de ellos. En algunos casos ni siquiera se necesita un agitador, aunque en la mayoría de ellos la presencia de éste es ventajosa como se verá después en esta descripción.

25 Como no hay sistema refrigerante no se necesita mantener relativamente grande la superficie de los recipientes



188022

de reacción, lo cual significa que pueden usarse ahora recipientes de volumen mucho mayor. De aquí que mi invento sea especialmente ventajoso para clorar benceno en grandes hornadas.

5 El procedimiento de cloración puede realizarse en muy poco tiempo. Se evita prácticamente la sustitución, lo cual significa que el rendimiento del hexaclorociclohexano con respecto al cloro que se introduce es muy alto. Los productos obtenidos son muy puros y tienen gran contenido del valioso isómero gamma. Además, la mezcla bruta de isómeros de hexaclorociclohexano que se obtiene sin purificación es un producto duro que no causa dificultades de molienda cuando se preparan de estas mezclas productos insecticidas y materiales portadores adecuados de la manera bien conocida, al paso que usualmente se necesitan complicadas precauciones cuando se fabrican de este modo preparados insecticidas partiendo de mezclas brutas de isómeros de hexaclorociclohexano.

15 En el nuevo procedimiento, el benceno y el cloro se ponen juntos en presencia de agua y una sustancia básica soluble en ella, en un recipiente de reacción todo sin iluminación intencional, realizándose el procedimiento de tal manera que se evita virtualmente por completo la cloración por sustitución y los aumentos de temperatura indeseables en los materiales de reacción, siendo el calor de ésta neutralizado por su conversión amplia en calor latente.

20 La cloración se ha de realizar en un recipiente de hierro o acero que ventajosamente puede tener forro de esmalte.

Según el presente invento, se añaden por lo menos 50% de peso del agua total empleada en forma de hielo.



5 El orden en que se introducen en el recipiente de reacción las diversas sustancias que forman juntas las mezclas de reacción puede variar. Sin embargo, cuando se hace pasar el cloro, deben estar ya presentes el agua en estado líquido y sólido y la sustancia básica. El benceno puede añadirse más tarde. El cloro es combinado parcialmente por la sustancia básica para formar hipoclorito. Además parece formarse una combinación adicional de cloro y agua, el llamado hidrato de cloro.

10 La cantidad de cloro que puede hallarse en estos dos caminos, es bastante grande. Este cloro combinado, parece también tomar parte en la reacción principal de cloración. Sin embargo el rendimiento de hexaclorociclohexano puede aumentarse grandemente si durante la reacción se introduce más
15 cloro. Pero es más sencillo y por tanto preferido introducir cloro sólo cuando ya está presente el benceno de manera que ocurra enseguida la reacción adicional deseada.

20 Inmediatamente después de introducir el cloro se observa una caída de varios grados de la temperatura. Esto puede atribuirse al hecho de que los productos de reacción de la sustancia básica y el cloro, esto es, cloruro e hipoclorito, determinan una gran depresión del punto de congelación del agua.

25 En general es más conveniente introducir el cloro en estado líquido, aunque lo mismo puede usarse cloro gaseoso. El contenido de energía del cloro líquido es menor que el gaseoso en cantidad igual al calor de evaporación. Puede suponerse que tanto el cloro líquido como el gaseoso, pasan

188022



MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

al mismo estado reactivo antes de actuar sobre el benceno. Para esta conversión se necesita más energía en el caso del cloro líquido y esta cantidad de energía es suministrada por el calor de la reacción química. De aquí que mejore el enfriamiento de la masa de reacción.

Con vistas al enfriamiento interesa también no añadir la sustancia básica en estado sólido, sino en solución. Esto es de especial importancia cuando se emplean sustancias básicas como el hidróxido sódico o potásico, que tienen un gran calor de solución positivo.

Si se omite la sustancia básica, también tiene lugar en cierta medida la conversión del benceno, pero el rendimiento es muy pobre.

Por supuesto, no hay objeción a la solución básica añadida que ya contenga cloro. De aquí, v. gr. que pueda usarse una solución de hipoclorito sódico o una solución que contenga hidróxido sódico e hipoclorito.

El agua o soluciones acuosas a añadir, no deben estar con preferencia a temperatura demasiado alta porque esto perjudicaría al enfriamiento. El calor de reacción liberado al clorarse el benceno, es bastante grande. Este calor de reacción es consumido en gran medida por la fusión del hielo que está presente cuando se realiza el procedimiento. Si debido a otras causas una parte del hielo se derrite antes de la reacción principal, hay que añadir mayor cantidad, o la reacción debe interrumpirse más pronto porque la temperatura subirá rápidamente.

El benceno se solidifica cuando se ha puesto en con-



188022

tacto con el agua y el hielo. Es notable que el benceno sólo reaccione, sin embargo, muy rápidamente. Si se introduce cloro en un recipiente de reacción en que ya están presentes en proporción favorable hielo, solución de sosa cáustica y benceno, todo el procedimiento de reacción puede llevarse a cabo en 10-15 minutos. Esto significa que se ha llegado al punto en que la absorción de cloro por la reacción, se vuelve de pronto muy pequeña, de manera que no se necesita ulterior introducción y produciría la indeseable reacción de sustitución. En este momento el termómetro muestra usualmente una temperatura de 30°-40°C. Aún hay un aumento de unos 10° después de interrumpirse la interrupción de cloro.

Puede conseguirse una conversión de 80 % a 90 % de la cantidad originaria de benceno en hexaclorociclohexano. Pero en algunos casos es ventajoso añadir mayor cantidad de benceno. Al hacerlo así puede obtenerse menos hexaclorociclohexano sólido y mayor cantidad de una solución de esta sustancia en benceno. Esto puede ser de interés para la elaboración posterior.

También se puede añadir el cloro más lentamente para que la reacción se efectúe v. gr. en 30-60 minutos.

En la mayoría de los casos puede introducirse hielo en el recipiente de reacción en pedazos gruesos. Generalmente los pedazos de hielo pueden ser mayores conforme lo sea la cantidad total de las sustancias que se ponen juntas en el recipiente de reacción. Así, si la cantidad de total de hielo es de unos 500 Kg. con preferencia no deben introducirse pedazos de hielo que pesen más de 0.5 Kg. Si la



188022

producción de hexaclorociclohexano por este invento se realiza en pequeña escala será mejor usar hielo finamente triturado.

5 Para obtener una distribución favorable de las sustancias en el recipiente, debe cuidarse de que el hielo y el benceno sólido estén presentes en capas alternas. Pero en la práctica todo el hielo puede añadirse usualmente de una vez y hacer entrar el benceno líquido, sin ningún inconveniente.

10 La agitación puede omitirse totalmente en el procedimiento del invento; pero se recomienda agitar al final del procedimiento de reacción y continuar haciéndolo durante corto tiempo después de suspender la introducción de cloro. Por este medio se consigue una conversión aún de los últimos vestigios de cloro. Entonces puede omitirse el paso de una corriente de aire para separar dichos vestigios.

15 Con composiciones infrecuentes de la mezcla de reacción, especialmente si se ha añadido una cantidad proporcionalmente pequeña de benceno, la cual se ha de clorar prácticamente toda, puede ser deseable empezar la agitación más pronto y agitar con algo más de vigor.

20 Una vez que la reacción ha llegado a su fin, hay hexaclorociclohexano sólido con una cantidad mayor o menor de una solución bencénica del mismo acumulada en la parte inferior del recipiente y hay una capa acuosa en la parte superior. Si se ha usado una gran cantidad sobrante de benceno, puede faltar el hexaclorociclohexano sólido, esto es, que la totalidad de éste puede estar disuelta en el exceso



18 8022

de benceno añadido. La cantidad sobrante de benceno puede separarse del recipiente (o de la mezcla de benceno y hexa-
clorociclohexano, en recipiente separado) por destilación a
vapor. Pero es ventajoso usar un recipiente de reacción
5 que pueda vaciarse por una abertura en el fondo. Esta aber-
tura debe ser mayor cuanto más sustancia sólida se forme.
Con el drenaje la solución acuosa puede ya en su mayor parte
recogerse por separado y de este modo separarse del hexa-
clorociclohexano. También es posible separar primero la solu-
10 ción acuosa por medio de un sifón.

Se obtienen buenos resultados si por lo menos un
65 % de peso del agua que ha de estar presente durante la
reacción, se introduce en forma de hielo. Pero es preferi-
ble introducir como hielo por lo menos el 90 % de peso del
15 agua. Los rendimientos más favorables se obtienen si 100
partes de peso de hielo se juntan con 1-1.3 partes de peso
de hidróxido sódico o la cantidad equivalente de hidróxido
potásico (previamente disuelto en 2-8 partes de peso de agua
y la solución se enfría antes de la introducción), 12-100
20 partes de peso de benceno, y 25-30 partes de peso de cloro.
El hecho de que pueda añadirse sin inconveniente una gran can-
tidad sobrante de benceno, se ha mencionado ya. Por supues-
to, el límite superior no puede fijarse tan exactamente como
el inferior. Sin embargo, el límite de 100 partes de peso
25 que aquí se ha dado indica bastante bien cuán grande puede
ser el exceso.

Si el recipiente tiene una abertura de drenaje en
el fondo, la reacción puede también realizarse continuamente.



188022

En el procedimiento continuo el hexaclorociclohexano en estado sólido y disuelto en benceno se separa regularmente lo mismo que la cantidad sobrante de la solución acuosa. El hielo, el benceno y la solución alcalina concentrada fría se añaden regularmente. Con preferencia se interrumpe la introducción de cloro durante la carga y la evacuación. Debe preferirse siempre agitar en este procedimiento de propagación continua. Debe cuidarse de que la temperatura no rebase los 10-20°C. durante todo el procedimiento.

10 El invento puede ilustrarse con los siguientes ejemplos, aunque no se limita a ellos.

EJEMPLO I.

En un recipiente de acero dulce, se introdujeron 100 Kg. de hielo picado junto con 30 l. (26.37 kg.) de benceno y 25 l. de solución de hidróxido sódico al 5%. Durante 15 minutos se introdujeron 33 kg. de cloro líquido. Al cabo de unos 5 minutos más, cuando la temperatura había subido a 46°C, se insufló aire comprimido al través del recipiente para separar el cloro no convertido. La cantidad de cloro que así se expulsó puede calcularse en determinaciones aproximadas como de 1 Kg. Después de esto, la cantidad sobrante de benceno se separó en su mayor parte por destilación al vapor. La capa inferior que consistía en hexaclorociclohexano con una pequeñísima cantidad de benceno que queda atrás, estaba al terminar la destilación al vapor en estado líquido viscoso debido a la alta temperatura. Fácilmente se quitó del recipiente. Después de secar se vió que el rendimiento eran 39 Kg. de hexaclorociclohexano prácticamente puro.



BR. 1949

18 8022

MALA REPRODUCCION
POR EL TIPO DEL ORIGINALE J E M P L O II.

5 En una mezcla de 300 Kg. de hielo triturado en pedazos grandes, 140 l. de benceno y 10 l. de solución (fría) de hidróxido sódico, al 29 %, se introdujeron 85 Kg. de cloro líquido durante media hora. La temperatura subió finalmente a 46°C. Por medio de aire comprimido, la pequeña cantidad de cloro no convertido se separó lo mismo que en el caso del ejemplo I. La capa inferior de benceno y hexaclorociclohexano se drenó. Después de enfriar, la masa cristalina fue
10 absorbida. Pesaba unos 68 kg. después de seca. El filtrado contenía unos 45 Kg. de hexaclorociclohexano.

E J E M P L O III.

15 En una mezcla de 28 Kg., de hielo, 7.5 l. de benceno y 1 litro de solución de hidróxido sódico al 30 %, se introdujo cloro gaseoso agitando a tal velocidad que no escapara cloro. Cuando al cabo de 45 minutos ya no se absorbió prácticamente cloro, se suspendió la introducción. En aquel momento se habían absorbido unos 8 kg. de cloro.

20 La temperatura final fue de 45°C. De la manera indicada en el ejemplo I la cantidad remanente de benceno se separó por destilación al vapor. El residuo viscoso se enfrió, agitando, a unos 15°C, se secó y se trituró. El rendimiento dió 10 Kg.

E J E M P L O IV.

25 En una mezcla de 600 Kg. de hielo, 70 l. de benceno y 100 l. de solución (fría), de hidróxido sódico al 6 %, se introdujo rápidamente cloro con vigorosa agitación hasta que



188022

ya no se absorbió más. La temperatura final era de 45°C. Después de destilar al vapor la cantidad restante de benceno y enfriar, el residuo se absorbió, se lavó y secó (191 Kg). Se recuperaron 7.2 litros de benceno.

5 Si se omitiera la agitación con esta cantidad relativamente pequeña de benceno, habría inclusión de éste en el hexaclorociclohexano, de manera que se convertiría menos benceno.

EJEMPLO V.

10 Introduciendo cloro en una mezcla de 10 Kg, de hielo finamente molido y 2.5 litros de solución de hidróxido sódico al 5 %, se preparó una mezcla de cloro e hidrato, hielo y una solución de hipoclorito. A esta mezcla coordinada se añadieron 0.7 litros de benceno mientras se agitaba.

15 Una vez terminada la reacción la cantidad permanente de benceno y el agua se separaron por destilación introduciendo vapor recalentado. El hexaclorociclohexano se lavó y secó (1.1 Kg.).

EJEMPLO VI.

20 En una caldera de acero dulce de 1 m³ de volumen interior, esmaltada por dentro, se introdujeron sucesivamente 600 Kg. de hielo en pedazos grandes 20 l. de solución de hidróxido sódico al 28 % y 180 litros de benceno. Luego la caldera se cerró, pero había un conducto para dejar salir

25 aire.

Por un tubo de introducción que terminaba justamente encima del fondo de la caldera y cuyos 80 cm, inferiores (esto es, la porción de extremo) tenían un diámetro de



188022

5 cm. se inyectó a gran velocidad cloro líquido. Para esto el tubo se conectó con dos grandes cilindros de cloro, cuyas tomas se abrieron ampliamente.

5 Durante los cinco minutos primeros, la temperatura cayó a -42°C ., luego sobrevino un aumento de temperatura lento al principio y pronto bastante rápido. Después de 11 minutos, el termómetro había subido a 36°C . y se suspendió la introducción de cloro, porque algo de gas cloro empezó a escapar por el conducto de salida de aire. En aquel momento se habrían añadido 174 Kg. de cloro. A los tres minutos más, se llegó a la temperatura final de 49°C . Por medio de una corriente de aire se eliminó el cloro no convertido. El contenido del recipiente se prensó en una caldera agitadora de hierro. Se aisló hexaclorociclohexano por destilación al vapor del benceno sobrante, absorbiendo por un filtro y secando en una corriente de aire caliente. Se obtuvieron 226 Kg. de un bello producto blanco.

E J E M P L O VII.

20 Al principio el procedimiento fué el mismo que el descrito en el ejemplo VI. Pero, 8 minutos después de empezar la introducción de cloro, cuando la temperatura había subido a 10°C ., se puso en acción un agitador. El progreso ulterior del procedimiento de reacción no fué influido por esto en gran manera. La temperatura final fué de 48°C . La cantidad total de cloro introducida ascendió a 176 Kg. Pero pudo omitirse la introducción de aire porque prácticamente no había cloro libre.



18 8022

Por un orificio del fondo de la caldera, se extrajo el contenido, recogién dose la capa acuosa separadamente en su mayor parte. El resto (esto es, lo que había sido la capa del fondo del recipiente de reacción) se purificó por destilación al vapor se absorbió y se secó de igual modo al descrito en el ejemplo VI. Rendimiento 235 Kg.

Se observará que en todos los ejemplos anteriores, más del 90 % de toda el agua se añade en forma de hielo. Este hielo al derretirse mantiene la temperatura de la masa de reacción a las temperaturas bajas indicadas. El cloro se usa con preferencia en forma líquida, lo cual también ayuda a mantener baja la temperatura. Este detalle es de importancia para impedir cualquier cantidad importante de cloración por sustitución.

La pureza de los productos se comprobó por valoración con solución alcohólica de hidróxido potásico. Esta valoración se basa en la formación de triclorobenceno de hexaclorociclohexano, al paso que se separan tres moles de cloruro de hidrógeno por mol, el cual es combinado por el hidróxido potásico. A la temperatura ambiente, sólo el isómero beta, no se descompone, haciendo así posible una determinación separada de dicho isómero. En el calentamiento todos los isómeros se descomponen de manera que puede determinarse la cantidad total. En todos los casos descritos en los ejemplos, se combirió del 99 al 100 % de la cantidad teórica de hidróxido potásico. El contenido beta estaba siempre en un pequeño campo alrededor del 18 %. El contenido gamma se estimó en primer lugar en vista de los resultados

29 A



MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

de los experimentos biológicos en un 15 % aproximadamente. Este cálculo se confirmó con los resultados que se obtuvieron con un método crioscópico, modificación del descrito por C. V. Bowen y H. A. Pogorelskin en "Analytical Chemistri" de abril de 1948, pags. 346-8. Estas determinaciones condujeron también a valores en la proximidad de 15 %.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda, el 30 de abril de 1948, bajo el número 140.230, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de propiedad industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por veinte años, son los siguientes;

1º.- Un procedimiento para preparar 1.2.3.4.5.6 hexaclorociclohexano por cloración de benceno sin necesidad de exponer a radiación, en el cual agua, una sustancia básica soluble en agua, benceno y cloro, se ponen juntos en un recipiente; caracterizado porque por lo menos el 50 % de peso del agua se introduce en forma de hielo.

2º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque se introduce cloro cuando están ya presentes agua en estado sólido y líquido y la sustancia básica.



1949

18 8022

3º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, en el cual sólo una parte del cloro total se introduce en la mezcla de hielo, agua y sustancia básica, luego se introduce el benceno, y luego el resto del cloro.

5

4º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º en el cual todo el cloro se introduce después de todas las demás sustancias, incluso benceno.

10

5º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, en el cual por lo menos una parte de cloro se introduce en estado líquido.

6º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, en el cual se usa un hidróxido alcalino como sustancia básica.

15

7º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º caracterizado porque se introduce hidróxido alcalino en forma de una solución acuosa a temperatura no superior a la ambiente.

20

8º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque la sustancia básica se reemplaza, por lo menos en parte, por hipoclorito alcalino.

9º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque por lo menos 75 % de peso del agua se introduce en forma de hielo.

25

10º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque por lo menos 90 % de peso del agua se introduce en forma de hielo.

11º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado porque en el recipiente de reacción,



188022

29 ABR. 1945

se ponen juntas 100 partes de hielo, 1-1,3 partes de hidróxi-
do sódico disueltas en 2-3 partes de agua, 12-100 partes de
benceno y 25-30 de cloro.

5 12°.- Un procedimiento según se reivindica en el
punto 1° caracterizado porque el cloro se inyecta en el reci-
piente en estado líquido, en la mezcla de hielo, solución al-
calina y benceno, y se suspende la introducción en el momento
en que la proporción de absorción del cloro ha bajado consi-
derablemente, al paso que la introducción se realiza con tal
10 rapidez que este momento se alcanza al cabo de 10-20 minutos.

13°.- Un procedimiento de producir hexaclorociclo-
hexano que comprende introducir en un recipiente de reacción,
hielo, benceno, cloro líquido y una solución alcalina, intro-
duciéndose mucho más de las tres cuartas partes del agua to-
15 tal en forma de hielo, dejar que estos materiales reaccionen
juntos, y agitar la mezcla en el recipiente de reacción por
lo menos durante la última parte del período de reacción, y
someter a destilación el contenido del recipiente.

20 14°.- Un procedimiento de producir soluciones ben-
cénicas de hexaclorociclohexano, para usarlas en la fabrica-
ción de preparados insecticidas, que comprende introducir en
un recipiente de reacción hielo, benceno, cloro líquido y una
solución alcalina, introduciéndose mucho más de tres cuartas
partes del agua total en forma de hielo, dejar que los mate-
25 riales reaccionen y agitar la mezcla en el recipiente de reac-
ción por lo menos durante la última parte del período de la
misma, dejar sedimentar en capas y separar la capa benecénica
de la acuosa.



188022

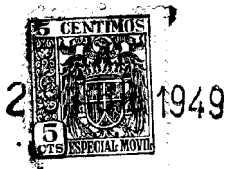
15.- Un procedimiento de producir soluciones benzenicas de hexaclorociclohexano para usarlas en la fabricacion de preparados insecticidas, que comprende introducir en un recipiente de reaccion hielo, benceno, cloro liquido y una solucion alcalina, introduciéndose mucho más de las tres cuartas partes del agua total en forma de hielo, dejar que dichos materiales reaccionen y agitar la mezcla en el recipiente de reaccion por lo menos durante la última parte del período de la misma, dejar sedimentar en capas y separar la capa benzenica de la acuosa y de los cristales de hexaclorociclohexano sólido, habiéndose elegido la cantidad de benceno de tal manera que virtualmente todo el isómero gamma permanezca en solución, al paso que grandes cantidades de otros isómeros, especialmente el isómero alfa, cristalizan al enfriarse a la temperatura ambiente.

16.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, en el cual al final de la reaccion, la mezcla se agita.

17.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, en el cual el cloro se introduce en estado líquido en una mezcla de hielo, sustancia básica disuelta en agua y benceno, y la introducción de cloro se suspende tan pronto como ha disminuido considerablemente la velocidad de absorción del cloro.

18.- Un procedimiento para la preparacion de hexaclorociclohexano.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante.



188022

cede y con los fines que se han especificado.

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

Madrid,

5

12 ABR. 1949
Alberto de Elzaburu
Por Poder

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL