

203764

P.- 10.036.-



MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGEN 29 MAY. 1952

203764

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar a nombre de

Dr. F. RASCHIG C.m.b.H., entidad alemana, establecida en
Ludwigshafen (Rhin) Alemania,

1er. CERTIFICADO DE ADICION

por: "MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRIN-
CIPAL" N°. 203.683, solicitada el 24 de Mayo de 1952

por: "Un procedimiento para la obtención de γ -hexacloro-
ciclohexano puro partiendo de mezclas de isómeros de
hexaclorociclohexano que, además de, principalmente
 α -hexaclorociclohexano contengan más de aproximada-
mente 40% γ -hexaclorociclohexano".

El objeto de la patente principal consiste en
un procedimiento, de acuerdo con el cual se calientan prime-
ramente mezclas de isómeros de hexaclorociclohexano con dioxano,
enfriándose a continuación, con lo cual se precipita en
5 forma cristalina una doble combinación de γ -hexaclorociclo-
hexano con dioxano, hallado por primera vez por nosotros, y



1952

de la composición



5 Esta doble combinación se separa entonces de la manera en sí conocida de las aguas madres, liberándose a continuación mediante destilación, convenientemente en el vacío, del dioxano ligado, en ella contenido, después de lo cual queda una fusión, que consiste prácticamente en γ -hexaclorociclohexano puro.

10 Se ha hallado ahora adicionalmente, que se puede aumentar la cantidad de la doble combinación que precipita, y con ello el rendimiento en γ -hexaclorociclohexano puro, añadiendo a la solución de los isómeros de hexaclorociclohexano en dioxano otros disolventes más, que rebajen la solubilidad de la doble combinación en las aguas madres, sin que, por el contrario, influyan prácticamente sobre la solubilidad del α -hexaclorociclohexano en las aguas madres. Para tal objeto únicamente son apropiados pocos disolventes. Se ha comprobado, que por ejemplo el tetracloruro de carbono y sobre todo también la bencina ligera pueden emplearse para el objeto arriba citado. Hemos de hacer observar, que dichos disolventes no pueden añadirse en cantidades arbitrarias, es decir, que las cantidades de disolventes a añadir deben calcularse únicamente de tal modo, que no tenga lugar una precipitación de los isómeros α . El ejemplo de realización siguiente ilustrará el objeto de la patente adicional:

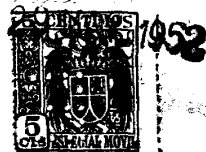
25



Ejemplo:

1 kg. de una mezcla de isómeros de hexaclorociclohexano, compuesta de unos 750 g. de γ -hexaclorociclohexano y 250 g. de α -hexaclorociclohexano, se mezcla con 700 g. de dioxano, calentándose hasta su disolución completa. A continuación se enfría la mezcla a unos 0 - 10°C, removiéndose convenientemente a intervalos. Entonces se añaden 500 g. de bencina ligera de un peso específico de 0,7. Después de dejarse reposar durante algún rato, se separan los cristales de la doble combinación $C_4H_8O_2 \cdot 2 C_6H_6Cl_6 (\gamma)$ de las aguas madres, mediante succión o centrifugación. Se obtienen alrededor de 725 g. de la doble combinación sólida, mientras que resultan unos 1200 g. de aguas madres. Los cristales se funden y el dioxano se elimina de ellos mediante destilación en el vacío. Resultan unos 50 g. de dioxano. La fusión restante se solidifica después de enfriada, y se compone prácticamente de γ -hexaclorociclohexano químicamente puro; rendimiento: alrededor de 600 g., es decir, que se obtienen unos 120 g. más de γ -hexaclorociclohexano, que en el correspondiente ejemplo de realización 1 de la patente principal.

Las aguas madres se someten a su vez a una destilación en el vacío de lo cual resultan unos 720 g. de una mezcla de dioxano y de bencina ligera, que puede emplearse nuevamente para el proceso de acuerdo con el invento. El residuo libre de dioxano, de unos 380 g., consiste en aproximadamente un 34% de γ -hexaclorociclohexano y alrededor de



un 66% de α -hexaclorociclohexano.

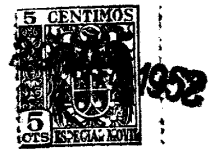
Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Alemania, el 23 de Enero de 1952, bajo el Número 8137 IVc/12c, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto Ley sobre Propiedad Industrial.

-----NOTA-----

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de este Certificado de Adición en España, son los siguientes:

- 10 1º. Una mejora introducida en un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 de la patente principal Número 203.683, caracterizado por que con el fin de aumentar la cantidad de la doble combinación de γ -hexaclorociclohexano con dioxano precipitada, se añaden disolventes en tales cantidades, que se rebaja la solubilidad
15 de la doble combinación en las aguas madres, mientras que, por el contrario, no se influye prácticamente sobre la so-

203764



lubilidad del α -hexaclorociclohexano en las aguas madres.

2º. Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº. 203.683.

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

Esta Memoria consta de cinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

29 MAY. 1952

P. A.

Alberto de Elzabura
Por Poder,
Alb. de Elzabura