

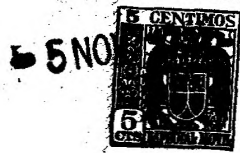
P - 10.492.-

Nit. 26 - Sp.--

REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

206146

206146



5 NOV. 1952

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
P A T E N T E D E I N V E N C I O N
e n
E S P A Ñ A
por VEINTE años

a nombre de NITROGLYCERIN AKTIEBOLAGET, entidad sueca,
establecida en Gyttopp, Suecia, por:

" UN METODO PARA LA FABRICACION DE
COMPUESTOS ORGANICOS NITROGENADOS ".-

5 El presente invento se refiere a un método
para llevar a cabo procesos de nitración en la producción
de compuestos orgánicos nitrogenados. Como ejemplo de ta-
les reacciones, puede mencionarse la producción de nitro-
glicerina, y el invento se describe en lo que sigue apli-
cado a la producción de nitroglicerina, aunque no queda en
modo alguno limitado por esta descripción



206146

De acuerdo con los métodos conocidos para producir nitroglicerina usados hasta ahora, los componentes de la reacción, glicerina y ácido de nitración, son reunidos en un aparato nitrador equipado con agitador, cuyo aparato sirve simultáneamente como instalación de mezcla, de reacción, de enfriamiento y, eventualmente, de calentamiento. En este aparato, dependiendo de su capacidad, se tratan de 100 a 500 Kgs. con rápida agitación durante unos 15 minutos a una temperatura de reacción de 20 - 25° C. Desde el aparato nitrador, la mezcla de reacción se deja luego fluir continuamente dentro de un separador, que eventualmente está provisto de enfriador. Desde allí, el producto nitrado por ácido es retirado y hecho pasar a través de un sistema de lavado, que está compuesto de una serie de recipientes equipados con agitadores, dentro de los cuales se introducen el producto nitrado y líquido de lavado, o contiene también una serie de unidades lavadoras con inyector, columna de lavado y separador conectados a ellas, haciéndose el número de unidades lavadoras lo bastante grande de modo que el producto terminado obtenga el grado de pureza deseado.

Este método tiene ciertos inconvenientes importantes. La vigorosa agitación durante el tratamiento relativamente largo en el aparato de nitración da como resultado a menudo la formación de suspensiones del producto nitrado, desde las cuales solo puede separarse con dificultad, perjudicándose con ello la recuperación de la nitroglicerina. Además, a pesar de la vigorosa agitación, puede suceder que la mezcla de los componentes de reacción, debido a



1952

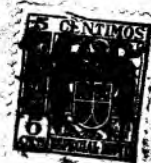
206146

la gran cantidad de la carga, no sea satisfactoria y que, por esta razón, se forman productos de reacción inestables que están expuestos a descomposición, poniéndose en peligro la seguridad del proceso. Además, la presencia de una sustancia explosiva en cantidad tan grande en el aparato nitrador durante un tiempo tan prolongado, supone riesgos considerables.

Los citados inconvenientes se evitan por el presente invento y, además, se obtienen ventajas considerables.

El invento se basa en la sorprendente observación de que la producción de nitroglicerina y reacciones de nitración similares - aunque sean reacciones de esterificación - y también la formación de otros compuestos nitrogenados, puede realizarse instantáneamente y con buen rendimiento en un inyector. Esto es tanto más notable cuanto que reacciones similares no tienen lugar usualmente con facilidad y requieren cierto tiempo antes de que lleguen a un estado de equilibrio. Una condición importante de acuerdo con el invento es que los componentes de la reacción se entreguen al inyector con temperatura adecuadamente regulada para obtener condiciones óptimas de reacción.

De acuerdo con la observación arriba mencionada, el método según el invento se caracteriza porque los componentes de reacción son entregados con un contenido térmico adecuado para la reacción de nitración en cuestión y son reunidos en un inyector, dentro del cual se introduce a presión ácido de nitración aspirando por succión el otro



1052

206146

componente de la reacción desde un recipiente de reserva dentro del inyector, en tales condiciones que la mezcla de los componentes de la reacción y la reacción tengan lugar instantáneamente y virtualmente de modo completo inmediatamente en el inyector, y así, dentro de un volumen muy limitado, después de lo cual la mezcla de reacción se transfiere a un separador donde los productos nitrogenados producidos son separados del ácido remanente. Con preferencia, una parte del ácido restante, si se requiere, después de enfriar o calentar, es devuelto y circulado en el proceso e introducido en el inyector con ácido de nitración nuevamente añadido.

En la práctica, el método se lleva a cabo preferentemente de tal modo que la reacción tenga lugar en un inyector, que está montado directamente sobre un separador, dentro del cual la mezcla de reacción fluye directamente desde el inyector y donde los productos nitrogenados formados se separan del ácido remanente, después de lo cual una parte de este ácido, eventualmente después de regular su temperatura, se introduce de nuevo en el proceso, mientras que los productos nitrogenados separados se someten a lavado en un sistema lavador, que comprende unidades lavadoras consistente cada una en un inyector y un separador acoplados entre sí.

De acuerdo con este método, el procedimiento de fabricación avanza continuamente, con rapidez y completamente sin prácticamente perturbación alguna. La mezcla de los componentes de reacción en el inyector tiene lugar

NOV. 1952
200146

instantáneamente y por completo, después de lo cual las reacciones son instantáneas. La separación de los productos de reacción tiene lugar análogamente de modo instantáneo y sin adición de agentes separadores que aumentan la velocidad de separación, hecho sorprendente que hace posible una reducción en el tamaño de aparato requerido para la separación. El lavado se realiza también en una forma sencilla y eficaz.

A los resultados ventajosos del método del invento contribuye también en gran medida la circunstancia de que cada etapa o fase del proceso (contrariamente a lo que ocurre en los métodos de nitración usados hasta ahora, como antes se ha indicado) se lleva a cabo en una parte especial del aparato, que está construida solamente con relación a su función en la fase en cuestión, y de este modo se obtiene una construcción del aparato más eficaz en todos sus detalles.

Al resumir las ventajas obtenidas con el método de acuerdo con el invento en comparación con los métodos de nitración hasta ahora empleados, debe prestarse especial atención a lo siguiente:

1) El aparato es esencialmente más simple y menos complicado y al mismo tiempo requiere menos espacio, con lo cual los gastos de instalación, así como los del aparato, se reducen considerablemente;

2) A aparato no contiene partes móviles;

3) A causa de la pequeña cantidad de carga en el inyector y la duración muy corta de la reacción, se



1952

206146

se elimina casi por completo el peligro de formación de una emulsión, antes mencionado, así como la formación de productos intermedios inestables, con lo cual se obtiene una máxima recuperación de nitroglicerina;

5

4) Debido a la eficaz mezcla en el inyector y a la pequeña cantidad de la carga, un moderado aumento de la temperatura por encima de lo que hasta ahora se ha considerado admisible, da como resultado un elemento de peligro apreciablemente menor que en el caso de emplear los grandes reactores usados hasta ahora en los cuales la mezcla de los componentes es a menudo insatisfactoria;

10

5) Debido a la pequeña cantidad de la carga en el inyector y a la rápida realización de la separación de la mezcla de reacción, la cantidad de materia explosiva a la vista al cabo de cierto tiempo en la fábrica es relativamente pequeña, y por ello se eliminan en gran medida los peligros de explosión;

15

6) El aparato puede ser controlado fácilmente por medio de instrumentos adecuados y regularse a distancia, lo cual reduce los peligros de daño personal a un mínimo.

20

Puede decirse así que al usar el método de acuerdo con el invento, el margen de seguridad en diversos aspectos es considerablemente mayor que en los métodos de nitración anteriormente conocidos.

25

El método del invento según se lleva a cabo en la práctica se describe con más detalle en lo que sigue en relación con la producción de nitroglicerina con referen-



5 NOV 6
206146

cia al dibujo anejo en el cual a modo de ejemplo la figura 1 muestra esquemáticamente una instalación para realizar el método, mientras que la figura 2 es una sección axil a través del inyector de reacción de la instalación.

5 Al inyector de reacción 1 se le suministra glicerina a través del conducto 2. Acido de nitración, consistente, por ejemplo, en 40 - 65% de HNO_3 y 60 - 35% de H_2SO_4 , se suministra a través del conducto 3 a un inyector mezclador 4 donde se mezcla con hasta 5 partes de ácido residual (ácido remanente) que se hace circular y se reintroduce en el proceso, dependiendo del contenido en HNO_3 de dicho ácido. En el caso de cargar glicerina (o glicol) y ácido de nitración en la relación de 1:3 - 6, la composición del ácido remanente será generalmente como sigue: 8 - 25%
10 de HNO_3 , 55 - 80% de H_2SO_4 , 5 - 25% de H_2O y 1 - 9% de productos orgánicos. El ácido remanente es suministrado a través del conducto 5 por medio de la bomba 6. A fin de obtener la deseada temperatura de reacción la mezcla de ácido de nitración recién añadido y ácido remanente reintroducido
15 se enfría en el enfriador 7 a una temperatura de entre +5° C (al contenido máximo de ácido remanente) y -20° C. (en el caso de un bajo contenido de ácido remanente). Dicha mezcla de ácidos así enfriada es enviada luego por medio de la bomba 8 o forzada al inyector de reacción 1, aspirando así por
20 succión la glicerina de su conducto de alimentación dentro del inyector. Para regular la aportación de glicerina, dicho conducto está provisto también de una válvula (no representada).
25



206146

5 El inyector de reacción 1 está construido como se ha ilustrado en la figura 2, consiste en una cámara circular 20 de forma de venturi, en un extremo de la cual penetra una tobera cónica o tobera inyectora 21 para suministrar el ácido de nitración a presión. Entre el lado exterior de la tobera 21 y la pared de la cámara 20 en forma de venturi hay un espacio anular 20' en la extremidad posterior del cual desemboca el conducto de alimentación de la glicerina. Debido a la succión y al movimiento de remolino o turbulencia que tienen lugar en la cámara 20 en forma de venturi, los componentes de reacción son íntimamente mezclados entre sí y la reacción tiene lugar prácticamente de modo instantáneo y sustancialmente por completo dentro de la propia cámara del venturi. Delante de la abertura de descarga de la cámara venturi 20 hay una chapa perforada 22 y delante de esta chapa perforada el inyector se prolonga con una parte de descarga cilíndrica 23.

10 La mezcla de reacción así obtenida pasa luego a través del conducto 9 al separador 10 que está equipado con un serpentín refrigerador 11. En el separador se forman dos capas, la inferior de las cuales consiste en ácido remanente y la superior en nitroglicerina, que se descarga del separador a través de un rebosadero 12 y pasa a la instalación de lavado. En el separador, el ácido remanente es adecuadamente enfriado a una temperatura entre 0 y 10° C. después de lo cual es retirada a través de la parte inferior del separador y devuelto en parte al proceso a través del conducto 5 en la forma antes indicada.



206146

El lavado de la nitroglicerina así produci-
da, con el cual se la liberta de ácido disuelto en ella y
es arrastrado desde el separador, se realiza en una insta-
lación de lavado consistente en tres unidades lavadoras aco-
pladas entre sí en serie, cada una de las cuales está com-
puesta de un inyector 13, dentro del cual es suministrado
líquido de lavado a través del conducto 14, y un separador
15, del cual el líquido de lavado residual sale por el con-
ducto 16. El lavado puede realizarse con agua, o también
con agua que contenga una sustancia débilmente alcalina,
tal como amoníaco, sosa o bicarbonato sódico. Para aumen-
tar el efecto de lavado puede ser adecuado además permitir
que sea aspirado aire dentro del inyector. El producto aca-
bado de lavar es retirado del último separador de lavado a
través del conducto 17. En el ejemplo representado, el la-
vado se realiza en tres unidades, pero puede usarse un nú-
mero mayor o menor de unidades de lavado, si es necesario,
con relación al grado deseado de pureza del producto.

Aún cuando el procedimiento se ha descrito
en lo que antecede principalmente en relación con la pro-
ducción de nitroglicerina, el invento, como antes se ha di-
cho, no queda restringido a ella. Ejemplos de otros mate-
riales que pueden producirse en forma similar son entre
otros el dinitrodietilenglicol, dinitrodietilendiglicol, mo-
nonitrobenceno, mononitrotolueno, nitrato de etilo y simi-
lares.

Además debe mencionarse que el procedimiento
puede aplicarse también para la nitración en varias fases,



540
206146

en cuyo caso el procedimiento puede realizarse en dos o más inyectores y separadores acoplados en serie.

5 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Suecia con fecha 6 de Noviembre de 1.951, bajo el número 9.330/51, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto-Ley sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

10 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15 1ª.- Un método para la fabricación de compuestos orgánicos nitrogenados, por ejemplo, nitroglicerina, por nitración con ácido nitrante, caracterizado porque los componentes de la reacción se suministran con un contenido térmico adecuado para la reacción de nitración en cuestión y se reúnen en un inyector, dentro del cual el ácido de nitración es introducido a presión aspirando por succión el otro componente de la reacción desde un recipiente de reserva dentro del inyector, en condiciones tales que la mez-

20



206146

5
cla de los componentes de reacción y la reacción tengan lugar instantáneamente y en esencia de modo completo e inmediato en el inyector y así dentro de un volumen muy limitado, después de lo cual la mezcla de reacción es transferida a un separador donde los productos nitrados producidos son separados del ácido remanente.

10
2º.- El método según se reivindica en el punto 1º, en el cual el ácido remanente, si es preciso después de enfriamiento o calentamiento, se introduce de nuevo en el proceso.

15
3º.- El método según se reivindica en los puntos 1º y 2º, en el cual la reacción se lleva a cabo en un inyector que está montado directamente sobre un separador dentro del cual fluye la mezcla de reacción directamente desde el inyector y donde los productos nitrados formados son separados del ácido remanente después de lo cual una parte de este ácido, si se precisa después de regular su temperatura, es introducida de nuevo en el proceso, mientras que los productos nitrados separados son sometidos a lavado en un sistema lavador consistente en unidades de lavado compuestas de un inyector y un separador acopladas entre sí.

20
4º.- Un método para la fabricación de compuestos orgánicos nitrogenados.

25
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado

- 5 NOV



206146

La anterior Memoria consta de once hojas y
la presente escritas a máquina por una sola de sus caras.

- 5 NOV. 1952

Madrid,

P. A.

Alberto de Eizaburu
Per Podem

206146

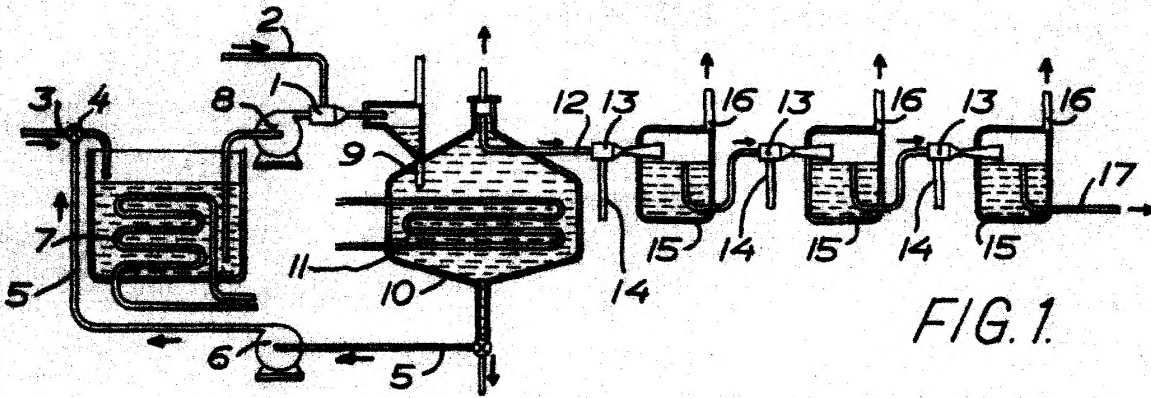


FIG. 1.

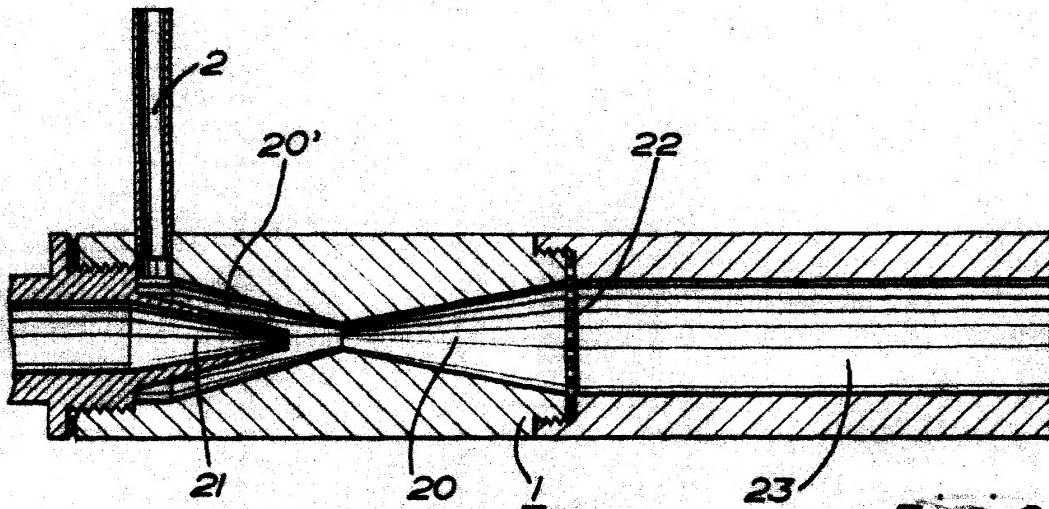


FIG. 2.

Alfonso de Elorza
Ingeniero