

PATENTE DE INVENCION

Le A 5060-Sp.



*Memoria Descriptiva* **252029**

*sobre:*

"Procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina".

-----

*Solicitante:*

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residentes en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

-----

Según procedimiento conocidos es posible obtener hidracina, libre de agua, del sulfato hidracínico seco por reacción con amoniaco puro.

El objeto de la presente invención es un  
5. procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina



1959

- de sulfato mono ó dihidracínico en presencia de agua y que consiste en que la solución del sulfato hidracínico se mezcla con hidróxido u óxido de alcali o alcali terroso, la solubilidad del sulfato alcalino o alcalino terroso se rebaja mediante la adición de un compuesto orgánico soluble en agua, se separa el sulfato correspondiente y la solución restante se elabora/destilación <sup>mediante</sup> a hidrato hidracínico. De acuerdo con el presente procedimiento se reacciona la correspondiente solución
5. salina con hidróxido de alcali o alcali terroso y un disolvente orgánico de fácil volatización. Al mantenerse determinadas condiciones de concentración y temperatura es aquí sorprendentemente posible separar el sulfato alcalino o alcalino terroso de difícil
10. solubilidad, bajo estas condiciones, en forma de una precipitación libre de agua de cristal, granulosa, de muy fácil filtración casi en cantidad cuantitativa que, además, se puede lavar bien.
15. En el caso de la precipitación del sulfato sódico se encontró sorprendentemente que el punto de transformación del sulfato sódico en el hepta o decahidrato de difícil filtración se reduce durante la separación bajo las condiciones de la presente invención de 32 ó 24°C a menos de 15°. De esta forma se evita el
20. peligro de la inclusión de lejía madre hidracínica en el agua de cristal de la precipitación.
25. Como bases para la precipitación del ácido sulfúrico son adecuados, por ejemplo todos los hidróxidos alcalinos, especialmente el hidróxido sódico y potásico, en forma de sus lejías concentradas, además
- 30.



252029 149 50

- 3 -

todos los óxidos e hidróxidos de alcali terroso, especialmente hidróxido cálcico y óxido cálcico. La cantidad de la base en cuestión se dimensiona preferentemente de manera que exista un exceso de 0 hasta 50% de la cantidad estequiométrica, referido al ácido sulfúrico a ligar.

5.

Como compuestos orgánicos para la precipitación del sulfato correspondiente entran en consideración todos los disolventes orgánicos solubles en agua, especialmente alcoholes alifáticos, preferentemente alcohol metílico, etílico y propílico así como dioxano.

10.

La cantidad en disolvente orgánico será, según el procedimiento de la presente invención de 20 - 500%, preferentemente 50 - 200% referido a la cantidad de agua existente. La temperatura durante la reacción con la base correspondiente así como con el agente de precipitación puede encontrarse entre 15 y 100°C.

15.

Se recomienda mantener la temperatura, antes de separar el correspondiente sulfato, para reducir la solubilidad, a 20-30°, aunque aquí, sin embargo, son posible temperaturas más elevadas.

20.

La separación del hidrato hidracínico después de la separación del sulfato del disolvente orgánico es posible por vía de destilación, de manera que la ulterior elaboración no ofrece dificultad alguna.

25.

EJEMPLO:

El recipiente de agitación se mezclan 162 kg. de solución de sulfato hidracínico al 50% con 84 kg. de NaOH al 50%. A continuación se mezcla esta mezcla en otro recipiente mezclador con 200 kg. de metanol; la

30.

252029



1959

- 4 -

- suspensión obtenida se enfría a 20°C y se filtra. De esta manera se separan 71 kg. de sulfato sódico que se lavan con el metanol determinado para su empleo. El filtrado, compuesto de 200 kg. de metanol, 50 kg. de hidrato de hidracina, algo de NaOH y 123 kg. de agua, se evapora casi totalmente en un evaporador, introduciendo el vapor en el centro de una columna provista de evaporador y condensador de retorno. En la cabeza de la columna se extrae el metanol y en el centro el agua, mientras que del fondo se obtiene hidrato de hidracina puro.

N O T A

- 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 alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 13 de Octubre de 1958 nº F 26 797 IVa/121 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 Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina"; caracterizándose por lo siguiente:

- 1º.- Procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina de sulfato mono o dihidracínico en presencia de agua, caracterizado, porque la solución



5. de sulfato hidracínico se mezcla con un hidróxido u óxido de alcali o alcali terroso, la solubilidad del sulfato alcalino o alcalino terroso formado se reduce mediante la adición de un compuesto orgánico soluble en agua, se separa el sulfato correspondiente y la solución restante se elabora al hidrato de hidracina mediante destilación.

10. 2º.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque como base para ligar el ácido sulfúrico se emplea preferentemente sosa caustica conc.

3º.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la base correspondiente se emplea en un reducido exceso de 0 - 50% referido al ácido sulfúrico a ligar.

15. 4º.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª - 3ª, caracterizado porque como agente de precipitación orgánico se emplea preferentemente alcohol metílico, etílico o propílico.

20. 5º.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª - 3ª, caracterizado porque como agente de precipitación orgánico se emplea dioxano.

25. 6º.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª - 5ª, caracterizado porque antes de la filtración del sulfato correspondiente las suspensiones se enfrían a 20-30°C.

7º.- Procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

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

Madrid, 14 SEP. 1959  
FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.  
J. GÓMEZ ACEBO Y MODET