



PATENTE DE INVENCION

Le A 5061-Sp.

252044

Memoria Descriptiva

sobre:

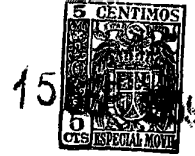
"Procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina".

Solicitante:

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

Ya se conocen procedimiento para la reacción de sulfato hidracínico con amoniaco puro a sulfato amónico e hidracina libre de agua. Sin embargo, el manejo de la hidracina libre de agua es difícil y precisa amplias medidas de precaución, mientras que para

5.



la mayoría de las finalidades de aplicación es suficiente el hidrato de hidracina, esencialmente menos peligroso, y su solución acuosa.

- El objeto de la presente invención es un
5. procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina de sulfato mono o dihidracínico y amoniaco en presencia de agua y que consiste, en que una suspensión acuosa o solución del sulfato hidracínico, a temperatura por debajo de unos 20°C, se mezcla con tanto amoniaco, de
10. manera que el ácido sulfúrico se precipite como sulfato amónico. Para la separación de la cantidad de ácido sulfúrico restante se puede proceder de distintas maneras. Si se quiere prescindir del empleo de presión, entonces se mezcla, después de retirar el sulfato
15. amónico, la solución restante con una cantidad de alcali, tal como hidróxido sódico, por lo menos equivalente al resto del ácido sulfúrico y el sulfato alcalino se puede retirar bien volviendo a saturar otra vez con NH_3 , bien por precipitación con un alcohol bajo o
20. también por evaporación hasta secar.

- Por otra parte, también se puede continuar la precipitación del sulfato amónico empleandose presión y de esta manera se retira mediante el aumento de la concentración de amoniaco el ácido sulfúrico hasta un
25. pequeño resto.

En todos los casos, la separación del hidrato de hidracina de la fase vaporosa se efectua en la forma usual mediante rectificación.

- La reacción del sulfato hidracínico con amoniaco en presencia de agua tampoco transcurre total-
- 30.



10 SEP 5

- 3 -

252044

- mente enfriando y con exceso de amoniaco. Si se prescinde del empleo de presión queda siempre una parte considerable del ácido sulfúrico en solución. Ahora no se puede, como es usual en casos parecidos, concentrar por evaporación solución después de separar el sulfato amónico precipitado y a continuación volver a precipitar con amoniaco el sulfato amónico, pues, al concentrar por evaporación, se evaporan en primer lugar amoniaco y agua y la solución concentrada se enriquece fuertemente en hidracina. Una evaporación hasta secar solo es posible manteniendo ciertas medidas de seguridad, ya que el sulfato hidracínico a temperaturas más elevadas, se descompone exotérmicamente.
5. por evaporación solución después de separar el sulfato amónico precipitado y a continuación volver a precipitar con amoniaco el sulfato amónico, pues, al concentrar por evaporación, se evaporan en primer lugar amoniaco y agua y la solución concentrada se enriquece fuertemente en hidracina. Una evaporación hasta secar solo es posible manteniendo ciertas medidas de seguridad, ya que el sulfato hidracínico a temperaturas más elevadas, se descompone exotérmicamente.
10. fuertemente en hidracina. Una evaporación hasta secar solo es posible manteniendo ciertas medidas de seguridad, ya que el sulfato hidracínico a temperaturas más elevadas, se descompone exotérmicamente.

- Sin embargo, si antes de evaporar se agrega a solución un alcali - tal como sosa cáustica - y esto por lo menos en una cantidad equivalente al ácido sulfúrico disuelto, entonces se pueden expulsar totalmente los componentes volátiles quedandos el sulfato alcalino libre de agua. Aquí se favorece además la expulsión de la hidracina si se emplea un ligero exceso de alcali.
15. a solución un alcali - tal como sosa cáustica - y esto por lo menos en una cantidad equivalente al ácido sulfúrico disuelto, entonces se pueden expulsar totalmente los componentes volátiles quedandos el sulfato alcalino libre de agua. Aquí se favorece además la expulsión de la hidracina si se emplea un ligero exceso de alcali.
20. la expulsión de la hidracina si se emplea un ligero exceso de alcali.

- Ahora bien, la evaporación hasta secar no siempre se puede efectuar con facilidad si la cantidad del residuo sólido es lo más reducida posible. Por lo tanto, según las condiciones prevalecientes, es sin embargo conveniente precipitar la cantidad principal del sulfato alcalino con ayuda de un alcohol de fácil volatización, tal como metanol o etanol, antes de iniciar el proceso de evaporación. Lo mismo se puede lograr también si la solución, después de agregar
25. tanto, según las condiciones prevalecientes, es sin embargo conveniente precipitar la cantidad principal del sulfato alcalino con ayuda de un alcohol de fácil volatización, tal como metanol o etanol, antes de iniciar el proceso de evaporación. Lo mismo se puede lograr también si la solución, después de agregar
30. puede lograr también si la solución, después de agregar

2520441538



- 4 -

el alcali se vuelve a saturar con amoniaco.

Se ha decubierto además, que la separación del ácido sulfúrico se puede efectuar en una sola operación si, durante la precipitación del sulfato amónico,

5. se aumenta la concentración de amoniaco mediante el empleo de presión, unas 2 - 10 atm. y temperaturas más bajas, unos -20 u 0°C., por ejemplo el NH₃ se deja actuar bajo una presión de 5 atm. y a una temperatura de menos de 0° sobre la solución del sulfato
10. hidracínico. Aquí se precipita el ácido sulfúrico hasta una pequeña huella en forma de sulfato amónico.

EJEMPLO 1.

- 81 g. de sulfato dihidracínico, conteniendo 49 g. de H₂SO₄, se disolvieron en 56,5 g. de agua y la solución se saturó a 0°C con amoniaco. Se precipitarón 60 g. de sulfato amónico con 44,6 g. de H₂SO₄; la solución filtrada contenía, además de amoniaco y agua, 50 g. de hidrato de hidracina y 4,4 g. de H₂SO₄. Esta solución se mezcló con 2,3 g. de NaOH y a continuación se evaporó hasta secar.
- 15.
- 20.

El amoniaco y el hidrato de hidracina se separaron por rectificación de los vapores.

EJEMPLO 2.

- 81 g. de sulfato dihidracínico con 49 g. de H₂SO₄ se disolvieron en 56,5 g. de agua y la solución se saturó con amoniaco a 0°C. Se precipitarón 60 g. de sulfato amónico con 44,6 g. de H₂SO₄; la solución filtrada contenía, además amoniaco y agua, 50 g. de hidrato hidracínico y 4,4 g. de H₂SO₄. La solución se liberó del amoniaco después de separar el sulfato
- 25.
- 30.

252044



- 5 -

- amónico y se mezcló con 2,3 g. de NaOH y 300 ml de alcohol etílico. La mayor parte del ácido sulfúrico restante se precipitó como sulfato sódico, después de cuya separación la solución contenía, además de 50 g. de $N_2H_2 \cdot H_2O$, aún 0,08 g. de H_2SO_4 . Después de evaporar hasta secar se separan los vapores por rectificación.

EJEMPLO 3.

10. 81 g. de sulfato dihidracínico con 49 g. de H_2SO_4 se disolvieron en 56,5 g. de H_2O y la solución se saturó bajo una presión de 5 atm. y una temperatura de $-10^{\circ}C$ con NH_3 . Se precipitarón 66 g. de $(NH_4)_2SO_4$. La solución filtrada se componía de 50 g. de hidrato de hidracina, 38 g. de H_2O , 260 g. de NH_3 y 0,05 g. de H_2SO_4 .
15. Después de la destensión se separaron los componentes volátiles por rectificación de los vapores.

N O T A

20. 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
25. corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 13 de octubre de 1958 nº F 26 798 IVa/121, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del
30. referido invento y por lo que se solicita Patente de



- 6 -

252044

15 SEP

Invención por 20 años en España: "Procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina"; caracterizándose por lo siguiente:

5. 1º.- Procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina de sulfato mono o dihidracínico y amoniaco en presencia de agua, caracterizado, porque una suspensión acuosa o solución del sulfato hidracínico se mezcla a temperaturas por debajo de unos 20°C con tanto amoniaco, de manera que el ácido sulfúrico se precipite como sulfato amónico, el restante resto eventual aún perturbador de ácido sulfúrico se retira todo lo posible y el hidrato de hidracina se obtiene en forma conocida de la fase vaporosa por rectificación.

10. 2º.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado, porque la solución que queda después de separar el sulfato amónico, se mezcla con una cantidad de alcali, por ejemplo hidróxido sódico por lo menos equivalente al resto de ácido sulfúrico y se evapora hasta secar, efectuándose entonces la separación del hidrato de hidracina de la fase vaporoso, en forma en si conocida, por rectificación.

15. 3º.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la solución, después de agregar el alcali se vuelve a saturar con amoniaco precipitándose entonces la mayor parte del ácido sulfúrico restante como sulfato alcalino y evaporando la solución, después de su separación hasta secar.

20. 4º.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la solución, después de agregar el alcali, con o sin previa expulsión del

30.



amoníaco, se mezcla con un alcohol de fácil volatización, después de lo cual la mayor parte del ácido sulfúrico se precipita como sulfato alcalino y la solución se evapora, después de su separación, hasta secar.

5. 5º.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la precipitación del sulfato amónico se efectua bajo presión aumentada, preferentemente a 2-10 atmósferas, y a temperatura más rebajada, preferentemente entre -20º y 0º C, después de lo cual
10. se precipita todo el ácido sulfúrico, a excepción de una pequeña huella, como sulfato amónico, después de cuya separación se evapora la solución que queda y del vapor se rectifica el hidrato de hidracina en forma usual.
15. 6º.- Procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

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

Madrid,

15 SEP. 1959

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

J. BOMEZ ACEBO Y MODEI
P. P.