



PATENTE DE INVENCION

Le A 5157-Sp.

254006

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de hidracina
libre de agua".

=====

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad
alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk,
Alemania.

=====

Por vía de destilación fraccionada las soluciones
acuosas diluídas sólo se pueden concentrar hasta un conte-
nido de un 68 % aproximadamente de hidracina, ya que una
mezcla de agua-hidracina de esta composición, al continuar
la destilación, se transforma azeotrópicamente. Se conocen

5.



254006

- una serie de procedimientos con los cuales de hidrato de hidracina se obtiene por deshidratación con ayuda de bases fuertes, por ejemplo hidróxido sódico, la hidracina libre de agua. La característica común y típica de estos procedimientos es que a las soluciones de hidracina acuosas se les agrega tanta sosa cáustica que por lo menos esté presente una molécula de base por cada molécula de agua a ligar. La separación de la hidracina de la lejía concentrada se efectúa fundamentalmente por ulterior destilación.
- 5.
10. En los nuevos procedimientos se agregan durante esta destilación aún hidrocarburos inertes para evitar el peligro de la descomposición explosiva durante la destilación.
- Estos procedimientos tienen la gran desventaja, de que la eliminación total del agua de las soluciones acuosas de hidracina solo se efectúa bajo la formación simultánea de monohidrato alcalino, por ejemplo monohidrato de hidróxido sódico $\text{NaOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$, ya que sino, durante la ulterior destilación no sería posible una ligazón total del agua. Esto tiene por consecuencia que todas las partes de los aparatos, todas las tuberías, fittings, etc., se han de encontrar durante el proceso, por lo menos, a la temperatura del punto de fusión del monohidrato del hidróxido sódico, por ejemplo del $\text{NaOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ que son 64°C . Esto implica un gran perjuicio en la aplicación del procedimiento ya que basta una breve interrupción del proceso para que exista el peligro de atascos en las tuberías y en los fittings y con ello operaciones de limpieza bastante laboriosas. Además, el manejo de tales lejías de elevada concentración está ligado, debido a su agresividad, a considerables dificultades.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

254006



Otra consecuencia de la elevada concentración de hidróxido de álcali necesaria es la circunstancia de que el álcali cáustico empleado se ha de deshidratar antes de volverle a emplear y esto, en la mayoría de los casos, hasta lograr alcalis cáusticos prácticamente libres de agua para no tener que circular grandes cantidades de lejía concentrada en el circuito.

5. El objeto de la presente invención es un procedimiento para la obtención de hidracina prácticamente libre de agua de la solución de hidracínica acuosa y que consiste en que a la solución de hidracina acuosa se le agrega hidróxido de álcali, de esta mezcla se extrae la hidracina con una amina aromática, tal como anilina, preferentemente a temperatura más elevada, tal como 60-80°, el extracto se separa de la solución acuosa y del extracto de la hidracina se separa preferentemente por destilación. Bajo estas circunstancias es posible efectuar la separación de la hidracina del agua con concentraciones de dióxido de álcali considerablemente más reducidas que con el procedimiento conocido. Mientras que según los procedimientos descritos por cada molécula de agua a ligar siempre se había de emplear por lo menos 1 molécula de NaOH, según el presente procedimiento, sorprendentemente, son suficientes cantidades de NaOH considerablemente más pequeñas para la misma finalidad.

10. Se ha descubierto que seleccionando adecuadamente el medio de extracción y las condiciones de extracción, ya 0,1 moléculas de NaOH y menos, por molécula de agua, a ligar son suficientes, si bien aquí, debido a la

254006



- proporción de repartición reducida se precisan voluminosas instalaciones de extracción. En forma cómoda y económica se puede extraer la hidracina si durante la extracción por cada molécula de agua a ligar se encuentran presentes de
5. 0,2 - 0,5 moléculas de hidróxido de álcali. El empleo de una concentración de hidróxido de álcali tan considerablemente inferior tiene por consecuencia que todo el procedimiento, inclusive el de la concentración de hidróxido de álcali, se pueda efectuar con una lejía líquida a temperatura de ambiente.
- 10.

- Como agentes de extracción entran en consideración según el presente procedimiento las aminas aromáticas, en primer lugar la anilina, pero también las tolidinas y xilidinas. Las aminas arílicas poseen aquí además la ventaja de que son casi insoluble en la lejía alcalina concentrada y no se han de separar de esta mediante procedimientos incómodos.
- 15.

- Si los aparatos de extracción disponibles no poseen el número de escalones de separación para el procedimiento descrito con objeto de rebajar el contenido de hidracina de la fase acuosa a un valor pequeño despreciable, entonces se obtiene esta parte de hidracina según el presente procedimiento agregando una cantidad equivalente en acetona. De esta manera se separa toda la hidracina en forma de hidracina acética insoluble en álcalis, que se puede elaborar al sulfato dihidracínico.
- 20.
- 25.

- La extracción se puede efectuar a cualquier temperatura en la que las fases participantes estén líquidas, si bien los mejores resultados se logran a una temperatura más elevada de 60-80°.
- 30.



254006

Si la fase orgánica, después de la extracción, aún contiene huellas de agua que condujeran a una hidracina con contenido de agua, entonces estas huellas se pueden retirar según el presente procedimiento en forma

5. muy sencilla introduciendoy agitando una pequeña cantidad de álcali cáustico pulverizado y a continuación separando por filtración. Esta cantidad de álcali cáustico se puede emplear para compensar determinadas pérdidas por fugas entre otros en circuito de álcali cáustico. A continuación,
10. esta lejía que ahora no contiene componentes destilables valiosos, se concentra en un evaporador de paso de 40 % a 50 % y nuevamente se emplea para la alcalización de la hidracina.

N O T A

15. 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
20. se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Alemania con fecha 16 de diciembre de 1958, nº F 27272 IVa/121, acogiendose por lo tanto a los beneficios que conceden los convenios internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido
25. invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento para la obtención de hidracina libre de agua"; caracterizándose por lo siguiente:
 - 1º.- Procedimiento para la obtención de hidracina
 30. libre de agua de una solución de hidracina acuosa, carac-



254006

- terizado porque a la solución de hidracina acuosa se le agrega hidróxido de álcali, de esta mezcla se extrae la hidracina con una amina aromática, tal como anilina, preferentemente a temperatura más elevada,
5. tal como 60-80°, el extracto se separa de la solución acuosa y del extracto se separa la hidracina, preferentemente por destilación.
- 2º.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la concentración de álcali cáustico se dimensiona durante la extracción, de manera que por cada molécula de agua a ligar sea inferior a 1 molécula, preferentemente 0,2 hasta 0,5 mol. de hidróxido de álcali.
- 10.
- 3º.- Procedimiento según la reivindicación 1 y 2, caracterizado porque un contenido residual en agua, eventualmente existente en el extracto, se retira mediante la introducción y agitación de álcali cáustico sólido y ulterior filtración.
- 15.
- 4º.- Procedimiento según la reivindicación 1ª hasta 3ª, caracterizado porque después de la extracción, la parte de hidracina eventualmente aún existente en la lejía alcalina se retira separando la hidracina acética que se separa aquí después de agregar la cantidad equivalente de acetona, y elaborando en forma conocida.
- 20.
- 5º.- Procedimiento para la obtención de hidracina libre de agua; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria que consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.
- 25.

Madrid,

- 7 DIC. 1950