



259617



1er CERTIFICADO DE ADICION

=====  
Ref. Le A 5506-Sp.

## Memoria Descriptiva

sobre:

"Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 246.022, concedida en 22 de diciembre de 1958, por "Procedimiento para la obtención de hidrato hidracínico".-

=====

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

=====

- El objeto de la patente principal nº 246.022 es un procedimiento para la obtención de hidracina de solución de hipoclorito sódico y amoníaco acuoso y que consiste, en que la reacción se efectúa en presencia de
5. un compuesto carbonílico que sea capaz de formar con hidracina compuestos de la clase de una hidrazona o de una acina, que preferentemente se encuentra en una cantidad de por lo menos 2 mol. por molécula de la hidracina que se espera.
  10. La realización técnica de este procedimiento



se efectúa, como se desprende de los ejemplos, en forma que los participantes de la reacción se mezclan a temperatura de ambiente y la mezcla de reacción se deja durante varios minutos a 50°C. De esta manera se obtienen soluciones cuyo contenido, calculado sobre el hidrato hidracínico asciende

hasta 1,5 % con un 77 % de rendimiento y

hasta 2,6 % con un 52 % de rendimiento.

El objeto de la presente adición es una forma de ejecución del procedimiento para la obtención de hidracina de solución de hipoclorito sódico y amoniaco acuoso según la patente principal, efectuandose la reacción en presencia de un compuesto carbonílico que es capaz de formar con hidracina compuestos de la clase de una hidrazona o acina,

que preferentemente se encuentra en una cantidad de por lo menos 2 moléculas por molécula de la hidracina que se espera y que consiste en que los participantes en la reacción se mezclan lo mas intensamente posible entre si y se cuida que la temperatura de reacción no sobrepase unos 35°C. De esta manera se logran obtener soluciones que, con un contenido en hidrato de hidracina de 1,9-2,0 %, alcanzan rendimientos de 95- 98 %.

Ejemplo 1.- 200 ml de lejía blanqueadora con 152 g de cloro activo por litro se diluyen a temperatura de ambiente con 200 ml de agua y, mezclando lo mas intensamente posible, se introducen en una solución que se compone de 600 ml de amoniaco al 25 %, 10 ml de una solución de cola al 0,1 % y 60 ml de acetona. La temperatura de reacción se deberá evacuar de manera que partiendo de la temperatura de la solución inicial (temperatura de ambiente) no se



sobrepase una temperatura de 35°. Directamente después de terminar la adición de toda la lejía blanqueadora se encontró un contenido de hidracina correspondiente a una concentración de 21,42 g de hidrato de hidracina y una concentración en hidrato de hidracina de 2,03 %.

5. El rendimiento, referido a la lejía blanqueadora empleada, se encontró por lo tanto en un 98 %. La mezcla intensa solo se deberá efectuar en cada caso y con agitadores adecuados, de manera que no se presenten burbujas de gas en la solución.

10.

Ejemplo 2.- 200 ml de lejía blanqueadora con 152 g de cloro activo por litro se diluyen a temperatura de ambiente con 200 ml de agua y agitando lo más intensamente posible se introducen en una solución que se compone de 600 ml de amoniaco al 25 % y 60 ml de acetona. Se evacuará el calor de reacción de manera que subiendo desde la temperatura de la solución inicial (temperatura de ambiente) no se sobrepase una temperatura de 35°C. Directamente después de terminar la adición de toda la lejía blanqueadora se encontró un contenido de hidracina correspondiente a 20,55 g de hidrato de hidracina y una concentración de hidrato de hidracina de 1,99 %. El rendimiento, referido a la lejía blanqueadora empleada, se encuentra por lo tanto en un 95 %. La eliminación de la cola hace posible una elaboración mucho más simple de la mezcla de reacción, ya que las soluciones con cola, al destilar, tienen la tendencia de espumar.

15.

20.

25.

Ejemplo 3.- 200 ml de lejía blanqueadora con 152 g de cloro activo por litro se diluyen a temperatura de ambiente con 200 ml de agua y mezclando lo más intensa-

30.



25967

- mente posible se introduce en una solución que se compone de 600 ml de amoniaco al 25 %, 10 ml de una solución de cola al 0,1 % y 60 ml de acetona. El calor de reacción se evacuará de manera que, a partir de la
5. temperatura de la solución de partida, no se sobrepase una temperatura de 35°. Directamente después de terminar la adición de toda la lejía blanqueadora se encontró un contenido en hidracina correspondiente a 20,55 g de hidrato de hidracina y una concentración de hidrato de
10. hidracina de 1,97 %. El rendimiento, referido a la lejía blanqueadora empleada, se encuentra, por lo tanto, en 95 %.

- Ejemplo 4.- 200 ml de lejía blanqueadora con 152 g de cloro activo por litro se diluyen a temperatura
15. de ambiente con 200 ml de agua y, agitando lo mas intensamente posible, se introduce en una solución compuesta de 600 ml de amoniaco al 25 %, 10 ml de solución de cola al 0,1 % y 60 ml de acetona. El calor de reacción se evacuará de manera que a partir de la temperatura de la solución
20. de partida (temperatura de ambiente), no se sobrepase una temperatura de 30°C. Directamente después de terminar la adición de toda la lejía blanqueadora se encontró un contenido de hidracina correspondiente a 20,2 g de hidrato de hidracina y una concentración de hidrato de hidracina
25. de 1,94 %. El rendimiento, referido a la lejía empleada, era de un 93 %.

- Ejemplo 5.- En un equipo mezclador, por ejemplo de cuatro escalones, se introduce continuamente lejía blanqueadora con 152 g de cloro activo por litro,
30. que se diluyó con igual volumen de agua, en una solución

259617



- de amoniaco al 25 % y acetona en proporción de peso 44 partes de lejía blanqueadora + agua, 54,3 partes de amoniaco al 25% y 4,8 partes de acetona, bajo intenso mezclado, evacuándose el calor de reacción de manera
5. que en cada recipiente de reacción se mantenía una temperatura de 33-37°C. La solución saliente tenía una concentración de hidracina que correspondía a un contenido de hidrato de hidracina de 1,86 - 1,98 % y un rendimiento, referido a la lejía de blanqueo, de 88 - 94 %.
10. Ejemplo 6.- 200 ml de lejía blanqueadora con 152 g de cloro activo por litro se diluyen a temperatura de ambiente con 200 ml de agua y agitando lo más intensamente posible se introduce en una solución que se compone de 600 ml de amoniaco al 25 %, 10 ml de una solución de
15. cola al 0,1 %. El calor de reacción es mucho más reducido y la solución empieza lentamente a desarrollar nitrógeno según la reacción de descomposición de Raschig conocida de la hidracina que se forma. La formación de hidracina y la descomposición de hidracina transcurren por lo tanto paralelamente. Una prueba tomada directamente después de la
20. adición de la lejía blanqueadora muestra un contenido de hidrato de hidracina de 5,25 g resp. una concentración de hidrato de hidracina de 0,5 %. El rendimiento, referido a la lejía de blanqueo empleada se encontraba por lo tanto
25. en un 24 %.

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
30. indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en



259617

- cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 15 de julio de 1959, nº F 28.937 IVa/121, acogiéndose, por lo tanto,
5. 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 Primer Certificado de Adición en España: "Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 246.022, concedida en 22 de
10. Diciembre de 1958, por : "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE HIDRATO HIDRACINICO"; caracterizándose dichas mejoras por lo siguiente:

15. 1º.- Mejoras en el procedimiento para la obtención de hidrato hidracínico, objeto de la patente principal, caracterizándose porque la reacción se efectúa en presencia de un compuesto carbonílico que es capaz de formar con hidracina compuestos de la clase de una hidrazona o acina, que preferentemente se encuentra en una cantidad de por lo menos 2 moléculas por molécula de la hidracina que se espera, mezclándose los participantes en la reacción lo mas intensamente que sea posible entre si cuidando que la temperatura de reacción no sobrepase aproximadamente los 35°C.

2º.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 246.022, concedida en 22 de diciembre de 1958, por "Procedimiento para la obtención de hidrato hidracínico"; tal y como queda descrito en la presente memoria que consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

CONSEJO