

PATENTE DE INVENCION
=====

Le A 6519/Spanien.
=====

274205



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina".

=====

Solicitante:

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

=====

Con la fabricación de hidracina, según la
síntesis de Raschig se obtienen, como es sabido, solo
soluciones con un contenido de hidracina de 1 hasta
2 %. Además, el rendimiento se encuentra solo en 40
5. hasta 60 %. Igualmente, es conocido que, al reaccio-

274205



- nar lejía de blanqueo con amoniaco y cetonas sencillas, se logran rendimientos de más del 90 % y, sin el empleo de elevadas presiones y temperaturas, soluciones acuosas de cetacina que, en parte, por
5. ejemplo en el caso de la cetacina dimetílica, tienen un punto de ebullición inferior al del agua y con ello permiten una concentración extraordinariamente económica de la hidracina en esta forma ligada. Mediante hidrólisis ácida se pueden dissociar,
10. como es sabido, estas cetacinas en la sal hidracínica y cetona. Esta sal hidracínica se puede seguir elaborando a hidrato de hidracina según los más distintivos métodos. También se han dado a conocer procedimientos que quieren evitar este costoso y molesto rodeo a través de la sal y que permiten la
15. obtención del hidrato directamente de las soluciones de cetacina. Todas estas proposiciones tienen sin embargo, considerables defectos que evitan su realización técnica.
20. El objeto de la presente invención es un procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina de soluciones acuosas de cetacina, resp. de hidrazona, y que consiste en que las soluciones se fraccionan bajo presión. Si estas soluciones acuosas de cetacina resp. de hidrazona se rectifican a
25. presión elevada y temperatura más alta, entonces se presenta hidrolíticamente una disociación en cetona e hidracina, que permite retirar prácticamente toda la cetona en la parte superior de la columna. Si por el contrario se destila, bajo condicio-
- 30.



20425

nes por lo demás iguales, pero a presión normal, entonces para la eliminación total de la cetona se necesita un exceso de agua tan elevado en el sentido de un desplazamiento del equilibrio hidrolítico, que el procedimiento resulta totalmente antieconómico. Prácticamente adecuadas han demostrado ser las presiones de 1,0 hasta 50 atm., especialmente las presiones entre 5 y 20 atm. En forma ventajosa se trabaja con temperaturas del fondo de 100-250° C.

5.

10.

EJEMPLO 1

En una columna de cuerpos de relleno, que está bajo una presión de 8 atm. se introducen continuamente 100 litros/hora de solución acuosa de cetacina dimetílica con 24,5 % de acetona y 10,5 % de hidrato de hidracina. En la parte superior de la columna se retiran por hora 25 litros de solución con un 94 % de acetona y 2,0 % de hidrato de hidracina. La composición del fondo extraído continuamente se encontraba en un 0,2 % de acetona y 13,0 % de hidrato de hidracina. Al concentrar a un hidrato de hidracina de elevado porcentaje se obtuvo un producto libre de acetona. La temperatura del fondo fué de 150° C.

15.

20.

EJEMPLO 2

Una solución de síntesis acuosa de cetacina dimetílica con 9 % de hidrato de hidracina y 21,3 % de acetona se fraccionó en una columna de cuerpos de relleno continuadamente a 4 atm. La cantidad alimentada era de 80 litros por hora. En la parte superior de la columna se extrajeron 18 litros

25.

30.

224205



5. por hora de una solución que contenía 91 % de acetona y 2,3 % de hidrato de hidracina. La temperatura del fondo fué de 145° C. El análisis de la salida del fondo dió 10,8 % de hidrato de hidracina y 0,8 % de acetona.

EJEMPLO 3

10. En una columna de cuerpos de relleno se introdujeron continuadamente 100 litros por hora de solución de síntesis acuosa de cetacina dimetílica con 24,5 % de acetona y 10,5 % de hidrato de hidracina. La presión en la columna era de 9 atm. En la parte superior de la columna se extrajeron continuadamente 25 litros de una solución con 94 % de acetona y 2 % de hidrato de hidracina. La composición del fondo extraído continuadamente era de 0,2 % de acetona y 13 % de hidrato de hidracina. La temperatura del fondo era de 178° C. Al concentrar a un hidrato de hidracina de alto porcentaje se obtuvo un producto libre de acetona.

20. EJEMPLO 4

25. Una solución de síntesis acuosa de cetacina dimetílica con 24,5 % de acetona y 10,5 % de hidrato de hidracina se fraccionó continuadamente en una columna de cuerpos de relleno a 20 atm. y una temperatura del fondo de 216° C. La alimentación fué de 125 litros por hora. En la parte superior de la columna se extrajeron por hora 30 litros de solución con un 96 % de acetona y 1,5 % de hidrato de hidracina. La composición del fondo extraído continuadamente era de 0,1 % de acetona y 12 % de hidra-

30.

274205



to de hidracina.

EJEMPLO 5

- Una solución acuosa de acetohidrazona con 10,4 % de acetona y 11,1 % de hidrato de hidracina se fraccione continuamente en una columna de cuerpos de relleno a 4 atm. La alimentación fué de 100 litros por hora. Como producto en la parte superior se extrajeron 10,8 litros por hora con 93,0 % de acetona y 1,8 % de hidrato de hidracina. La composición del fondo se encontraba en 0,3 % de acetona y 12,1 % de hidrato de hidracina. La temperatura del fondo fué de 146° C.

EJEMPLO 6

- Una solución acuosa de acetohidrazona con 21,0 % de acetona y 12,3 % de hidrato de hidracina se fraccionó en una columna de cuerpos de relleno a 20 atm. Con una entrada de 125 litros por hora se retiraron de la parte superior 26 litros por hora de una solución que contenía 96,2 % de acetona y 1,3 % de hidrato de hidracina. El fondo tomado continuamente tenía una composición de 0,1 % de acetona, y 14,3 % de hidrato de hidracina. La temperatura del fondo fué de 216° C.

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 este

274205



invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 8 de febrero de 1.961, número F 33 165 IVa/12i, 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 OBTENCION DE HIDRATO DE HIDRACINA ", caracterizándose por lo siguiente:

10. 1ª.- Procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina, de soluciones acuosas de cetacina o se hidrazona mediante disociación catalítica, caracterizado, porque la solución acuosa de cetacina o hidrazona se rectifica bajo presión a temperaturas del fondo de 100 - 250º C.

15. 2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado, porque la presión se encuentra entre 1 - 50 atm. graduándose las presiones especialmente entre 5 y 20 atm.

20. 3ª.- "Procedimiento para la obtención de hidrato de hidracina"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Esta Memoria consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

FABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

LOPEZ DE HARO Y MODEY