

338414

P- 34.559

14212/66 AJA

23



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de FISON'S INDUSTRIAL CHEMICALS LIMITED, entidad -
británica, establecida en Willows Works, Derby Road, Lou-
ghborough, Leicestershire, Inglaterra, por:

"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR HIDRAZINA"

=====

La presente invención se refiere a la preparación
de hidrazina a partir de urea.

Es bien sabido que la hidrazina se puede obtener
oxidando urea bajo condiciones apropiadas, con hipoclorito
5 sódico, en presencia de gran exceso de hidróxido sódico. -
Sin embargo, los rendimientos son bajos, y la presencia de
gran exceso de hidróxido sódico conduce a concentraciones
relativamente bajas de hidrazina, y hace que la destilación
sea difícil, debido a excesiva formación de espuma. Se ha
10 hallado ahora que se pueden obtener rendimientos relativa-

20-3-67



mente grandes usando sustancialmente la cantidad teórica de álcali, si el procedimiento se efectúa en dos etapas, con control rigurosa de las proporciones de los reaccionantes.

5 Por tanto, la presente invención proporciona un procedimiento para preparar hidrazina, que comprende hacer reaccionar al menos 1,0 mol, preferiblemente de 1,0 a 1,1 moles de urea con 1,0 mol de hipoclorito sódico, en presencia de m moles de hidróxido de metal alcalino, preferi-
10 blemente hidróxido sódico, donde m es un número comprendido entre 0,1 y 0,3, con lo que se forma una solución que contiene monoclorourea, y hacer reaccionar subsiguientemente 1 mol de monoclorourea con x moles de hidróxido de metal alcalino, donde m + x está comprendido entre 1,9 y
15 2,1, con lo que se obtiene una solución que contiene hidrazina, y recuperar la solución que contiene hidrazina.

Preferiblemente, el procedimiento se efectúa en una solución relativamente concentrada. En relación con ello, la urea se introduce preferiblemente en la reacción
20 como solución en agua, que contiene de 30 a 50% en peso de urea; el hidróxido de metal alcalino, preferiblemente hidróxido sódico, se introduce preferiblemente en la reacción como solución en agua, que contiene de 40 a 50% en
25 peso de hidróxido de metal alcalino, por ejemplo 50% en peso de hidróxido de metal alcalino; y el hipoclorito sódico se introduce preferiblemente en la reacción como solución en agua, que contiene de 10 a 15% en peso de hipoclorito sódico.

La primera etapa del procedimiento de la presente invención, es decir, el tratamiento de urea con hipo-



glorito, en presencia de hidróxido sódico, se efectúa deseablemente a la temperatura más baja que sea posible, y preferiblemente se efectúa a una temperatura de -10 a +10°C. La segunda etapa del procedimiento de la presente invención, es decir, el tratamiento de la monoclorourea con hidróxido sódico, se efectúa deseablemente a una temperatura elevada, y preferiblemente se efectúa a una temperatura de 90 a 110°C. En la segunda etapa es deseable elevar la temperatura lo más rápidamente posible. En esta etapa es ventajoso un corto tiempo de residencia, por ejemplo de aproximadamente 30 a 60 seg. a 100°C.

El pH a que se trabaja en la primera etapa se mantiene preferiblemente entre 8 y 11.

Para perfeccionar los rendimientos, se prefiere efectuar la segunda etapa del procedimiento en presencia de gelatina o cola, preferiblemente a una concentración comprendida entre 0,2 y 1,0% en peso, en la mezcla de reacción.

El siguiente ejemplo, en el que las partes son en peso, se presenta para ilustrar el procedimiento de la presente invención.

Ejemplo

Se preparó una solución de urea en agua, que contenía 40% en peso de urea, disolviendo urea (126 partes, 2,1 moles) en agua (189 partes). Se le añadió una solución que contenía 50% en peso de hidróxido sódico (8 partes), y la mezcla resultante se enfrió hasta 2°C. Luego se añadió una solución de hipoclorito sódico (1044 partes, 2,0 moles) durante un período de 1 a 2 horas. La solución contenía 12% en peso de hipoclorito sódico. Durante esta parte de la reacción, la temperatura se mantuvo aproximadamente a -5°C.



Una vez completada la reacción se añadieron hidróxido sódico (152 partes, 3,2 moles) como solución al 50%, y gelatina (1 parte disuelta en 20 partes de agua), y la mezcla se calentó rápidamente hasta de 65 a 75°C. Tan pronto como la reacción empezó a ser vigorosa, se interrumpió el calentamiento. La temperatura se elevó rápidamente hasta aproximadamente de 95 a 100°C, momento en el que se había formado la hidrazina.

El rendimiento global de hidrazina fue aproximadamente el 75% del teórico, y la concentración fue igual a 3,3% en peso/volumen.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña el 31 de Marzo de 1.966, bajo el número 14.212/66, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Procedimiento para preparar hidrazina, que comprende hacer reaccionar al menos 1,0 mol de urea con 1,0 mol de hipoclorito sódico, en presencia de m moles de hidróxido de metal alcalino, donde m es un número comprendido entre 0,1 y 0,3, con lo que se forma una solución que contiene monoclorourea, u hacer reaccionar subsiguientemente 1 mol de la monoclorourea con x moles de hidróxido de metal alcalino, donde $m + x$ está comprendido entre 1,9 y



2,1, con lo que se obtiene una solución que contiene hidrazina, y recuperar la solución que contiene hidrazina.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, - donde se hacen reaccionar de 1,0 a 1,1 moles de urea con 1 mol de hipoclorito sódico.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o - reivindicación 2, donde el hidróxido de metal alcalino es hidróxido sódico.

4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la urea se usa como solución en agua, que contiene de 30 a 50% en peso de urea.

5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el hidróxido de metal alcalino se usa como solución en agua, que contiene de 40 a 50% en peso de hidróxido de metal alcalino.

6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el hipoclorito sódico se usa como solución en agua, que contiene de 10 a 15% en peso de hipoclorito sódico.

7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la reacción de la urea con el hipoclorito sódico se efectúa a una temperatura comprendida entre -10 y +10°C.

8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la reacción de la monoclorourea con el hidróxido de metal alcalino se efectúa a una temperatura comprendida entre 90 y 110°C.

9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la reacción de la urea con el hipoclorito sódico se efectúa a un pH comprendido



entre 8 y 11.

10.- Procedimiento según cualquiera de las rei
vindicaciones precedentes, donde la reacción de la monóclo
rourea con el hidróxido de metal alcalino se efectúa en -
5 presencia de gelatina o cola.

11.- Procedimiento para preparar hidrazina.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante
cede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de seis hojas escritas a má-
10 quina por una sola cara.

23 MAR 1967

Madrid,
P.A.

Alberto de Elizola
Alberto de Elizola
Por firmar

20-3-67
MGM/.

338414