



P.- 57.522

44799

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de JOSEF MEISSNER

C07C, C06B

entidad alemana

establecida en Bayenthalgürtel 16-20, D-5 Köln 51,
República Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE LOS ACIDOS
FINALES QUE RESULTAN EN NITRACIONES DE ALCOHOLES
POLIVALENTES"

(Clase Internacional C07c)



El tratamiento en condiciones seguras de los "ácidos finales" que resultan en la preparación de ésteres de ácido nítrico por nitración de alcoholes polivalentes, especialmente de glicerina, etilén-glicol o mezclas de glicerina y glicoles, es un problema conocido desde hace mucho tiempo. El ácido que resulta por ejemplo en el caso de la producción de nitroglicerina tiene la composición aproximada de 8 a 12% de ácido nítrico; 2 a 3 % de nitroglicerina; 15 a 18% de agua; y el resto ácido sulfúrico.

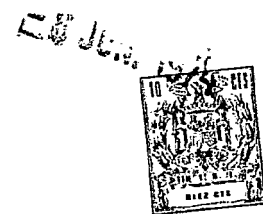
Se ha recurrido a diluir el ácido que todavía contiene mucha cantidad de ácido nítrico, obtenido después de la separación de la mezcla de reacción por medio de separadores estáticos o centrífugos. En este caso, ciertamente, se aumenta la solubilidad de la nitroglicerina en el ácido y de este modo se evita la peligrosa separación de nitroglicerina emulsionada, pero sufre menoscabo la estabilidad del ácido. En este ácido o en el ácido no diluido, la nitroglicerina es destruída luego por calentamiento en un dispositivo separado. El ácido, entonces libre de nitroglicerina, es liberado de modo usual de los gases nitrosos resultantes y del ácido nítrico, obteniéndose, dependiendo del modo de procedimiento, un ácido sulfúrico al 70-72%, o ácido concentrado. El tratamiento de los ácidos finales de nitroglicol o de nitroglicerina/nitroglicol se efectúa de modo correspondiente.



En este modo del tratamiento el componente de alcohol del éster de ácido nítrico es descompuesto y destruido, mientras que la porción nitrogenada, juntamente con el ácido nítrico restante contenido en el ácido, es recuperada después de la separación en costosos dispositivos de absorción en forma de ácidos nítricos con diversas concentraciones. Si bien, realizando adecuadamente las diversas operaciones, es posible también una manipulación en cierto modo segura de los ácidos finales, siempre ha habido y continúa habiendo accidentes y graves perturbaciones del funcionamiento. Hasta ahora, no obstante, no se han descrito otras alternativas útiles.

El invento se ha establecido la misión tanto de recuperar la nitroglicerina emulsionada o disuelta en el ácido final, en una forma aprovechable, como también de conducir el ácido residual libre de nitroglicerina a un aprovechamiento que proporcione utilidad. El procedimiento propiamente dicho debe poder ser realizado de manera enteramente segura en funcionamiento.

Objeto del invento es un procedimiento para el tratamiento de los ácidos finales que resultan en nitraciones de alcoholes polivalentes, especialmente de glicerina, y que contienen predominantemente ácido sulfúrico, ácido nítrico y pequeñas cantidades del producto de nitración, especialmente nitroglicerina, el cual está carac



terizado porque los ácidos finales, por extracción con compuestos nitroaromáticos, que encuentran utilización en la fabricación de explosivos, son liberados del producto de nitración, especialmente nitroglicerina.

5 Ciertamente, este procedimiento es descrito en lo que sigue, con el fin de simplificar, en relación con el ácido final que resulta en la preparación de nitroglicerina. No obstante, sirve de igual modo también para los otros ésteres de ácido nítrico importantes en la industria de los explosivos, tales como nitroglicol, dinitroclorhidrina, dinitrato de dietilénglicol y dinitrato de trietilénglicol y sus mezclas.

10

Los compuestos nitroaromáticos apropiados para extraer desde los ácidos finales la nitroglicerina y los otros ésteres de ácido nítrico, especialmente los ésteres líquidos, los cuales compuestos nitroaromáticos pueden encontrar utilización en la preparación de explosivos, son los que se encuentran en estado líquido a la temperatura ambiente o a una temperatura moderadamente elevada hasta de aproximadamente 70° C. Como ejemplo de ellos se pueden citar las mezclas, que resultan en la refinación del 2,4,6-trinitrotolueno, de los otros isómeros de trinitrotolueno, los llamados "aceites de goteo", la llamada dinamita-TNT, un trinitrotolueno no refinado sólo técnicamente puro, productos de bajo punto de fusión de la pre-

15

20

25



paración de dinitrotolueno, dinitrotoluenos y mezclas de isómeros de éstos, tal como resultan en la nitración de tolueno o de los nitrotoluenos o en la separación de isómeros para obtener dinitrotolueno para pólvora, nitrobenzenos, nitroxilenos, nitroalcohilbencenos y nitro naftalenos. Se prefieren los dinitrotoluenos para los fines del invento. La proporción cuantitativa de los ácidos finales al compuesto nitroaromático que sirve como agente de extracción, especialmente al dinitrotolueno, es de aproximadamente 1 hasta 20:1, es decir con el dinitrotolueno líquido se puede extraer una cantidad hasta 20 veces mayor de ácido final o incluso mayor. Es decisivo que los extractos tengan un contenido suficientemente alto de DNT, para ser desensibilizados. Tan pronto como los compuestos nitroaromáticos entran en contacto con el ácido final que contiene nitroglicerina, éste ya es por si mismo desensibilizado, y por lo tanto la extracción se puede llevar a cabo sin peligro. Además, se prefieren para la extracción los compuestos nitroaromáticos, que ya no son nitrados adicionalmente en las condiciones de extracción, ya que tal reacción podría tener como consecuencia durante la extracción una destrucción de la nitroglicerina o de los otros ésteres de ácido nítrico.

Se garantiza en la práctica una manipulación especialmente segura, si el ácido residual remanente después



de separación de los compuestos nitroaromáticos cargados con la nitroglicerina, ácido residual que contiene disueltas ciertas cantidades del compuesto nitroaromático, especialmente del dinitrotolueno, es utilizado ya para la desensibilización del ácido final que contiene nitroglicerina antes de la extracción, mezclando el ácido final con una cantidad igual o mayor del ácido residual que contiene disuelto dinitrotolueno u otro compuesto nitroaromático.

Según una forma preferente de realización del procedimiento de acuerdo con el invento, el ácido residual que resulta en la extracción, liberado del producto de nitración, especialmente de la nitroglicerina, es utilizado para la nitración de compuestos aromáticos o nitroaromáticos, a saber especialmente para la preparación del compuesto nitroaromático que sirve como agente de extracción en el procedimiento de acuerdo con el invento. De modo preferible, se utilizan dichos compuestos aromáticos y nitroaromáticos como materias primas para la nitración, que proporcionan adicionalmente al ser nitrados compuestos nitroaromáticos, que son utilizados en determinados tipos de explosivos en cantidades diversas juntamente con nitroglicerina o con los otros ésteres de ácido nítrico. Por lo tanto, por ejemplo, la nitroglicerina contenida en el ácido final es extraída con dinitrotolueno, y el ácido residual obtenido es empleado para la preparación de dinitro



trotolueno con aprovechamiento del ácido nítrico y del ácido sulfúrico que están contenidos todavía en él, utilizándose el dinitrotolueno así obtenido para extraer la nitroglicerina desde el ácido final, que se obtiene entonces en forma de solución en dinitrotolueno. El procedimiento, descrito aquí y en lo que sigue con dinitrotolueno en calidad de agente de extracción, puede llevarse a cabo, similarmente de modo discontinuo o continuo con los otros compuestos nitroaromáticos apropiados, que encuentran utilización en la producción de explosivos.

Dado que se ha puesto de manifiesto que juntamente con la nitroglicerina son extraídas por el dinitrotolueno también cantidades considerables de ácido nítrico desde el ácido final de nitroglicerina, se ha mostrado como ventajoso lavar previamente en primer término con agua la solución de nitroglicerina en dinitrotolueno, antes de que este extracto sea lavado a neutralidad con solución de carbonato de sodio o con otros álcalis apropiados, tales como por ejemplo bicarbonatos o agua amoniacal. El ácido nítrico diluido obtenido en la extracción con agua es devuelto ventajosamente al proceso de preparación de dinitrotolueno con el fin de evitar pérdidas de ácido nítrico.

Para la realización del procedimiento según el invento no es decisivo que, por ejemplo, la extrac-



ción de la nitroglicerina desde el ácido final de nitro-
glicerina se efectúe en una sola etapa o en varias eta-
pas, ni tampoco que el dinitrotolueno utilizado para la
extracción se desvie de la composición usual o de la dis-
tribución habitual de isómeros ni que el dinitrotolueno
5 se obtenga de modo discontinuo o continuo, en isocorrien-
te o en contracorriente o en una combinación de ambos pro-
cedimientos, y tampoco lo son el modo y la forma de reali-
zación del lavado y del secado de la solución obtenida
10 de nitroglicerina en dinitrotolueno, que se hayan escogi-
do.

Con ayuda de los dibujos se explicará con ma-
yor detalle el procedimiento de acuerdo con el invento:

La figura 1 muestra una representación esque-
mática simplificada;

La figura 2 muestra una forma de realización,
en la cual se ponen especialmente de manifiesto las ven-
tajas de la forma de realización continua.

De acuerdo con la figura 1, el ácido final de
nitroglicerina, que contiene nitroglicerina disuelta y
suspendida, es introducido a través de una conducción
21 en un dispositivo de extracción 22, en el cual es ex-
traído con dinitrotolueno, que penetra a través de la
conducción 28, y la nitroglicerina contenida es desensi-
bilizada. El dinitrotolueno que contiene nitroglicerina
25



abandona el dispositivo de extracción 22 a través de la
conducción 23, es lavado a neutralidad mediante lavado
con agua y con solución de carbonato de sodio en el dis-
positivo de lavado 29, y luego es secado. El ácido resi-
5 dual de nitroglicerina, en el cual ya no se puede detec-
tar nada de nitroglicerina, es transportado a través de
la conducción 24 desde el dispositivo de extracción 22
a la preparación de dinitrotolueno 25 en donde se intro-
duce tolueno o dinitrotolueno a través de la conducción
10 26. El ácido residual de mononitrotolueno resultante o
el ácido residual de dinitrotolueno resultante abandonan
este dispositivo a través de la conducción 27, el dinitro-
tolueno producido es introducido a través de la conducción
28 en el dispositivo de extracción 22. A través de la con-
15 ducción 19 se introduce en los lugares de destino el dini-
trotolueno que contiene nitroglicerina. El ácido nítrico
diluido que resulta en el lavado con agua del dinitroto-
lueno que contiene nitroglicerina es devuelto a través de
la conducción 20 a la preparación de dinitrotolueno 25 con
20 el fin de evitar pérdidas de ácido nítrico.

Mediante adición de más cantidad de ácido nítri-
co y en caso necesario también de ácido sulfúrico, es po-
sible en la preparación de dinitrotolueno 25 producir ma-
yor cantidad de dinitrotolueno que lo que es posible apro-
25 vechando las cantidades de ácido nítrico y de ácido sul-



fúrico incorporados junto con el ácido final de nitroglicerina, y es posible asimismo utilizar este ácido total o parcialmente para la extracción del ácido final de nitroglicerina o para hacer funcionar la instalación sin ácido final de nitroglicerina para la preparación de dinitrotolueno libre de nitroglicerina.

Una de las formas de realización posibles del procedimiento según el invento, en la cual se ponen de manifiesto las ventajas de la forma de realización continua, se describe en la figura 2 y en los siguientes ejemplos.

El ácido final de nitroglicerina obtenido en la producción de nitroglicerina, penetra en primer término en el recipiente intermedio 1, en el que es mezclado con el ácido residual de nitroglicerina presente como amortiguador, procedente del extractor 17 o del separador 18, afluyendo a partir del rebosadero del colector 2. El ácido residual de nitroglicerina, en el cual ya no se puede detectar nada de nitroglicerina y está saturado con dinitrotolueno, evita de este modo la separación de nitroglicerina no disuelta durante el almacenamiento intermedio en el recipiente 1, y desensibiliza mediante el dinitrotolueno contenido en él a la nitroglicerina incorporada con el ácido final de nitroglicerina.

A partir de los colectores para ácido residual de nitroglicerina 2, agua 3 y tolueno 4, fluyen las mate-



L-8.111

rias primas a un dispositivo dosificador 5, que permite ajustar con exactitud y mantener constantes las corrientes cuantitativas necesarias.

5 Para la nitración del tolueno con el fin de formar dinitrotolueno se escogió una de las disposiciones en sí conocidas, en las cuales las corrientes de ácido y de producto fluyen dentro de las etapas individuales de modo paralelo, pero en contracorriente de una etapa a otra. Correspondientemente, el tolueno es transportado desde el colector 4 a través del dispositivo dosificador 5 y el ácido final de mononitrotolueno procedente del separador 12 es transportado primeramente a un aparato de extracción por agitación 6, con el fin de consumir el resto de ácido nítrico que ha quedado en el ácido final de mononitrotolueno, o de extraer el mononitrotolueno disuelto. La emulsión es separada en el separador 7, que puede ser un separador estático o un separador centrífugo. El ácido residual de mononitrotolueno es transportado al almacén o depósito de ácido residual, mientras que el tolueno es incorporado en el aparato de nitración principal 8 de la mono-nitración, en el cual se introducen simultáneamente el ácido nítrico diluido obtenido y recuperado del aparato de extracción 10 en el separador 11 y el ácido final de dinitrotolueno que sale de la etapa de dinitrotolueno, separado del dinitrotolueno en el separador 16



Después de completarse la nitración en el aparato 9 la mezcla de reacción es desdoblada en el separador 12 en mononitrotolueno bruto y en ácido final de mononitrotolueno, lo cual de nuevo, igual como también en el separador 7, 11, 16 y 18 se puede lograr por medios estáticos, mediante un separador centrífugo o de otra manera. El ácido final de mononitrotolueno, tal como ya se ha descrito arriba, es introducido en el aparato de extracción por agitación 6, el mononitrotolueno bruto es introducido en los aparatos de nitración principal 13 de la etapa de dinitrotolueno, en donde se incorpora simultáneamente el ácido residual de nitroglicerina procedente del colector 2, a través del dispositivo dosificador 5. La mezcla de nitración atraviesa los aparatos de nitración ulterior 14 y 15, en los cuales se completa la reacción para formar dinitrotolueno. Esta mezcla es separada en el separador 16 y, tal como arriba se ha explicado, el ácido final de dinitrotolueno es conducido en el aparato 8 de la mononitración y el dinitrotolueno es conducido dentro del extractor 17, en el cual desde la mezcla de ácidos del recipiente intermedio 1 se extrae la nitroglicerina. Después de la separación de las fases en el separador 18, el ácido residual de nitroglicerina vuelve, a través del colector 2, dentro del recipiente intermedio 1, mientras que la solución de nitroglicerina en dinitro-



tolueno en el extractor 10 es lavada con el agua retirada del colector 3 a través del dispositivo dosificador 5, para la recuperación del ácido nítrico extraído juntamente con la nitroglicerina. Después de haber separado las fases en el separador 11 el ácido nítrico penetra en el aparato 8 de la mono-nitración, en contra de lo cual la solución de nitroglicerina en dinitrotolueno es lavada en un dispositivo de lavador aquí sólo mencionado y a continuación es secada.

En la realización de los ensayos necesarios se utilizaron como separador en las referencias 7, 12 y 16, separadores centrífugos, en calidad de dispositivo dosificador 5 se utilizó una bomba dosificadora y para la extracción y separación de las fases en 10 y 17 o en 11 y 18 se utilizaron recipientes con mecanismo de agitación, susceptibles de ser calentados, provistos con separadores especiales. Como aparatos de nitración 6, 8, 9 y 13 - 15 se emplearon recipientes provistos con serpentín de refrigeración y con envolvente, los cuales estaban provistos con un mecanismo agitador vigoroso, los llamados aparatos de copa o bote.

Las soluciones obtenidas de nitroglicerina en dinitrotolueno fueron lavadas nuevamente con agua, dos veces con solución de carbonato de sodio y, luego con agua hasta quedar libres de álcalis, y a continuación fueron secadas en vacío.

Una ampliación de los dispositivos descritos

27 SET. 1974



5 con colectores para ácido nítrico y ácido sulfúrico así como con un dispositivo dosificador adecuado, permite incorporar cantidades adicionales de ácido en el dispositivo de nitración, ventajosamente en el aparato de nitración principal 13 de la dinitración y en el aparato de nitración principal 8 de la manonitración, con lo cual en el caso de aumentarse la cantidad empleada de tolueno se puede producir una cantidad correspondientemente mayor de dinitrotolueno, que la que corresponde al contenido original de ácido nítrico y de ácido sulfúrico del ácido final de nitroglicerina. El dinitrotolueno obtenido es aprovechado totalmente, o después de haber retirado desde el separador 16 una corriente parcial de dinitrotolueno libre de nitroglicerina, de nuevo para la extracción de la nitroglicerina desde el ácido procedente del recipiente 1.

15 Con estos dispositivos adicionales es posible además hacer uso de la instalación, también sin utilizar ácido final de nitroglicerina, para la preparación de dinitrotolueno libre de nitroglicerina.

20 Los ensayos necesarios para aclarar los puntos decisivos del procedimiento de acuerdo con el invento, se llevaron a cabo en primer término en instalaciones discontinuas, obteniéndose el ácido final de nitroglicerina necesario en la nitración de glicerina en un aparato de laboratorio, el denominado aparato de Schlegel, de acuerdo con métodos conocidos. El contenido de nitroglicerina de

27 SET. 1974



este ácido se encontraba en el margen de 2 a 3%.

Ejemplo 1.

200 g de ácido final de nitroglicerina con 75,3%
de ácido sulfúrico, 8,9% de ácido nítrico y 0,27% de óxi-
5 dos de nitrógeno fueron mezclados intensamente durante
10 minutos a 60°C con 64 g de dinitrotolueno de punto de
solidificación 56,4°C, y a continuación se separaron las
dos fases.

Después del lavado y del secado, el dinitrotolueno
10 contenía 8,0% de nitroglicerina con un punto de solidifi-
cación de 52,4°C. La disminución del punto de solidifica-
ción fue confirmada por adición de la cantidad correspon-
diente de nitroglicerina al dinitrotolueno utilizado para
la extracción. En el ácido residual obtenido, con 76,8% de
15 ácido sulfúrico, 6,0% de ácido nítrico y 0,29% de óxidos
de nitrógeno, no se podía detectar nada de nitroglicerina.

Ejemplo 2.

La extracción de un ácido final de nitroglicerina con
20 72,1% de ácido sulfúrico, 12,5% de ácido nítrico y 0,25% de
óxidos de nitrógeno, en las condiciones del Ejemplo 1 con 64 g
de dinitrobenceno, proporcionó un ácido residual en el cual tam

25



poco se podía detectar nada de nitroglicerina. El ácido residual contenía 74,2% de ácido sulfúrico, 7,0% de ácido nítrico y 0,19% de óxidos de nitrógeno. El dinitrobenzeno había recogido 8,8% de nitroglicerina.

5

Ejemplo 3.

a) 318,5 g de un ácido final de nitroglicerina con 70,4% de ácido sulfúrico, 12,0 % de ácido nítrico y 0,28 % de óxidos de nitrógeno fue extraído por agitación a 60°C durante 30 minutos con 102,5 g de dinitrotolueno (punto de solidificación 56,4°C), y las fases fueron separadas. El dinitrotolueno de punto de solidificación 52,85°C obtenido de acuerdo con a) contenía 7,3% de nitroglicerina.

10

b) En 301 g del ácido residual con 6,6 % de ácido nítrico, obtenido de acuerdo con a), en el que no se podía detectar nada de nitroglicerina, se incorporaron gota a gota en el espacio de 14 minutos con vigorosa agitación, igual que en el ensayo 1, 40 g de mezcla de isómeros de mononitrotolueno, se agitó ulteriormente durante 20 minutos y luego se separaron las fases.

15

c) 60 g del dinitrotolueno ácido, obtenido de acuerdo con b) fueron mezclados con 190 g de ácido final de nitroglicerina (con 72,1% de ácido sulfúrico, 12,4% de ácido nítrico y 0,3% de óxidos de nitrógeno) procedentes de otra nitración según Schlegel, se extrajeron por agitación a 60°C durante 30 minutos y se separaron las fases.

20

25



El dinitrotolueno obtenido con un contenido de nitroglicerina de 7,2% dió un punto de solidificación de 52,9°C.

5 El ácido residual extraído por agitación contenía 74,4% de ácido sulfúrico, 6,1% de ácido nítrico y 0,3% de óxidos de nitrógeno. Nuevamente, no se pudo detectar nada de nitroglicerina.

Ejemplo 4.

10 En una instalación de aparatos correspondiente a la figura 2, que estaba equipada con un colector adicional y un dispositivo dosificador para ácido nítrico al 98% en peso, se incorporaron en el recipiente 1 en el ácido desensibilizado, después de alcanzar el estado de funcionamiento estacionario 15,2 kg por hora de un ácido final de nitroglicerina con 70,5% de ácido sulfúrico, 11,8 % de ácido nítrico y 0,22 % de óxidos de nitrógeno. De éste recipiente se retiraron aproximadamente 20 kg/hora y el ácido desensibilizado se introdujo en el dispositivo de extracción
15 17, se extrajo con el dinitrotolueno producido, y después de la separación de las fases en 18 se condujo el ácido libre de nitroglicerina al colector 2. Allí se retiró la cantidad necesaria para la nitración de tolueno y se introdujo dosificadamente en el aparato de nitración principal 13 de la etapa de dinitración. El exceso de ácido libre de nitroglicerina fue devuelto de nuevo al recipiente 1 para la
20
25



desensibilización del ácido final de nitroglicerina.

Al mismo tiempo se retiraron del colector 3
0,44 kg/hora de agua y se incorporaron mediante el dis-
positivo dosificador 5 en el extractor 10, de dinitroto-
5 lueno que contenía nitroglicerina fue lavado previamente,
y después de la separación de las fases en 11 el ácido
nitríco diluído se introdujo en el aparato de nitración
principal 7 de la mononitración mientras que el dinitro-
tolueno que contenía nitroglicerina fue recogido para el
10 lavado. A partir del colector de ácido nítrico se añadie
ron dosificadamente al aparato 7 1,12 kg/hora de ácido ní
trico al 98% en peso, y a partir del colector 4 se añaa-
dieron dosificadamente al aparato 6 1,86 kg/hora de tolue
no. Las temperaturas en los aparatos 6, 8, 9 ó 13-15 se
15 encontraban en este período en los márgenes de 30-45°C o
de 55-70°C.

Con este modo de procedimiento se obtuvieron
14,5 kg de ácido residual de mononitrotolueno con 72,7%
de ácido sulfúrico, 0,05 % de ácido nítrico y 0,33% de óxi-
20 dos de nitrógeno, mientras que el dinitrotolueno que con-
tenía nitroglicerina ácido fue en primer término recogido
y a continuación lavado, primero con agua, dos veces con
solución al 5% aproximadamente de carbonato de sodio y nue-
vamente con agua hasta quedar libre de álcalis, y fue se-
25 cado en vacío. Resultó un rendimiento de la disposición de



3,75 kg/hora con un contenido de nitroglicerina de 8,0%
y un punto de solidificación de 52,38°C.

5 La presente solicitud, que corresponde a la pre-
sentada en la República Federal Alemana, el 29 de Junio
de 1973, bajo el Nº P 23 33 144.4, se acoge a los benefi-
cios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propie-
dad Industrial.

10

REIVINDICACIONES

15

20 Los puntos de invención propia y nueva, que se
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Paten-
te de Invención en España, por VEINTE años, son los que se
recogen en las reivindicaciones siguientes:

25 1a.- Procedimiento para el tratamiento de los
ácidos finales que resultan en nitraciones de alcoholes po-
livalentes, especialmente de glicerina, que contienen pre-

30.5.74



dominantemente ácido sulfúrico, ácido nítrico y pequeñas cantidades del producto de nitración, especialmente nitroglicerina, caracterizado porque los ácidos finales son liberados del producto de nitración, especialmente de ni
5 troglicerina, por extracción con compuestos nitroaromáti
cos que encuentran utilización en la fabricación de explosivos.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el ácido residual desensibilizado, li
10 berado del producto de nitración, que resulta en la extracción, es utilizado para la nitración de compuestos aro
máticos o nitroaromáticos.

3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª
15 y 2ª, caracterizado porque se utiliza el ácido residual para la preparación del compuesto nitroaromático que sirve como agente de extracción.

4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª
20 a 3ª, caracterizado porque en calidad de agente de extracción se utiliza dinitrotolueno.

5ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª
a 4ª, caracterizado porque el ácido residual desensibilizado procedente de la extracción es introducido de nuevo
25 en el circuito, mezclándose ácidos finales de nueva aporta



ción, antes de la extracción, con por lo menos la misma cantidad de ácido residual desensibilizado.

5 6ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado porque se lavan con agua los compuestos nitroaromáticos procedentes de la extracción, cargados con el producto de nitración, especialmente con nitroglicerina, para la recuperación del ácido nítrico conjuntamente extraído.

10 7ª.- Procedimiento para el tratamiento de los ácidos finales que resultan en nitraciones de alcoholes polivalentes.

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 23 Jun. 1974

20

P.A.
 [Illegible text]
 [Illegible text]

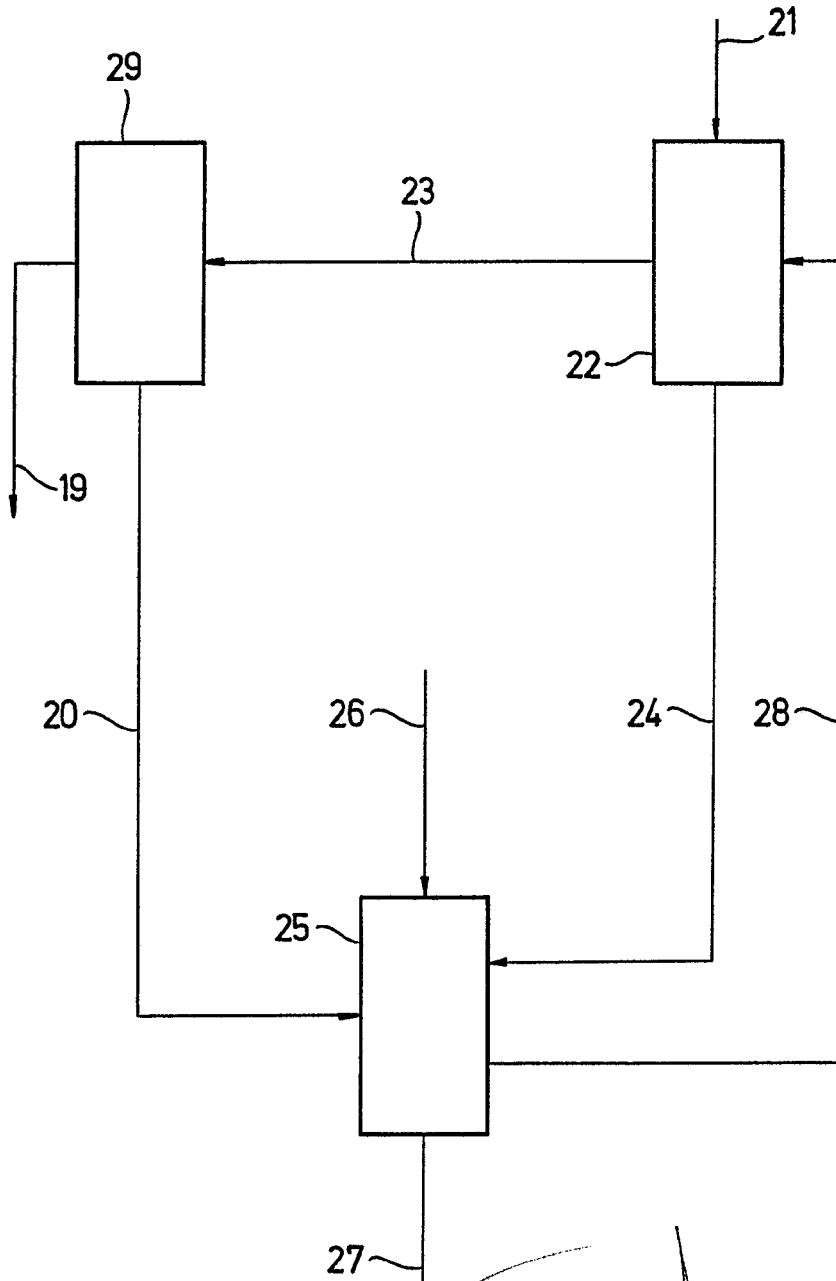
25



30.5.74
 EBL.



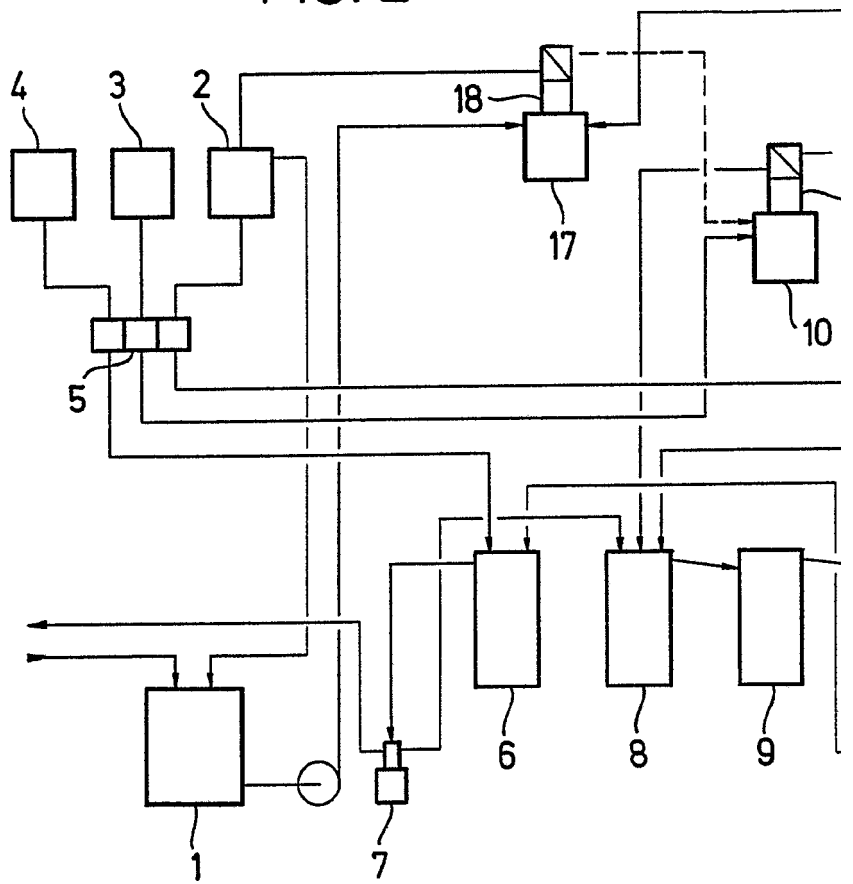
FIG. 1



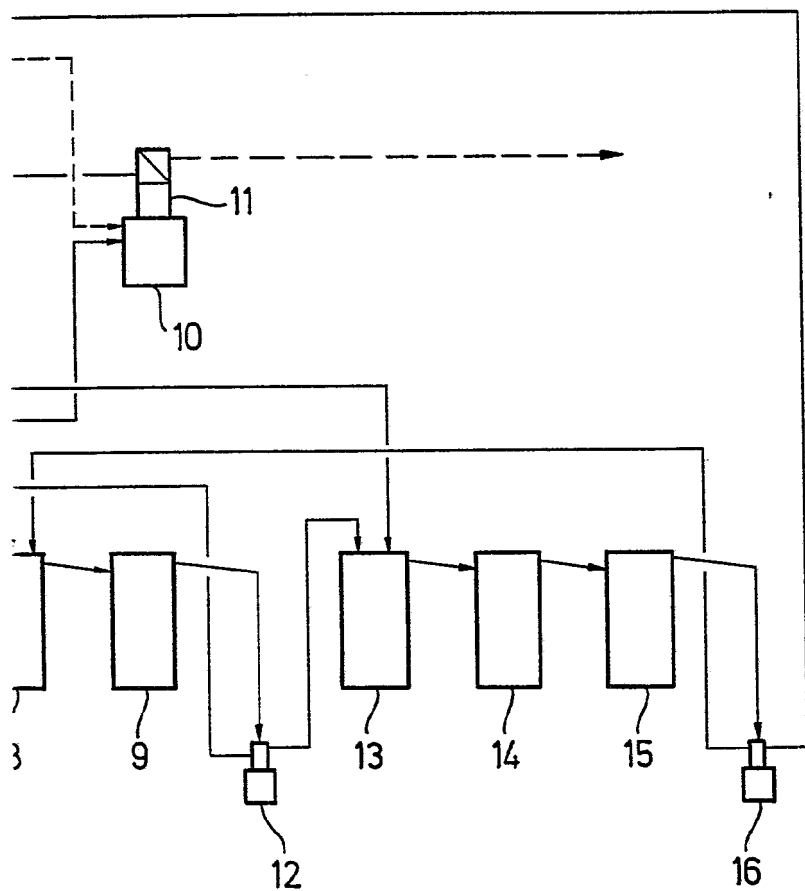
Formando de Lizaburu
Per Foder.

A large, stylized handwritten signature or scribble in black ink.

FIG. 2



Handwritten scribbles



Handwritten signature and scribbles