



(19) ES	(11) NUMERO	(10) A 1
	(21)	
	(22) FECHA DE PRESENTACION	
	10-9-76	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
75 27698	10-9-75	FRANCIA

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(52) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	COAB	

(54) TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO CONTINUO PARA LA PREPARACION DE SOLUCIONES ACUOSAS CONCENTRADAS DE HIDRATO DE HIDRAZINA.

(71) SOLICITANTE (S)
PRODUITS CHIMIQUES UGINE KUHLMANN

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
25 Boulevard de l'Amiral Bruix -75116 Paris, Francia

(72) INVENTOR (ES)
Jean-Pierre Schirmann; Jean Combroux y Serge, Ivon Delavarenne, los cuales han cedido sus derechos a la sociedad solicitante.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

1 La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado de obtención de soluciones acuosas concentradas de hidrato de hidrazina mediante hidrólisis de soluciones acuosas concentradas de acetona azina.

5 Pueden obtenerse soluciones acuosas de acetona azina por diversos procedimientos: adición de acetona a soluciones acuosas de hidrato de hidrazina muy diluidas, obtenidas por ejemplo en la síntesis de RASCHIG o por oxidación de amoníaco mediante hipoclorito de sosa o un percompuesto derivado del agua oxigenada en presencia de acetona seguida de la separación de la azina del medio reaccional por destilación.

10 Por hidrólisis ácida de esta cetazina, se puede mediante métodos conocidos obtener una sal de hidrazina con liberación de la acetona. A continuación se puede tratar esta sal de acuerdo con procedimientos conocidos para llegar al hidrato de hidrazina. Este conducto indirecto y costoso se evita ventajosamente en los procedimientos modernos de síntesis de la hidrazina, los cuales utilizan una hidrólisis directa en una columna de destilación que funciona a presión y temperatura elevada.

15 Las patentes francesas 1.315.348 y 1.506.943 describen un método de hidrólisis de soluciones acuosas de azina de la acetona, que consisten en rectificar de forma continua estas soluciones en una columna de destilación, a una presión de 1 a 50 barías y con una temperatura en la base de la columna comprendida entre 100 y 250°C.

20 De acuerdo con este estado de la técnica anterior la solución acuosa que se va a someter a hidrólisis se ha obtenido en la forma de su azeótropo azina-agua, el cual cons

1 tituye una solución muy concentrada, sin embargo esta última
se diluye con ayuda de una proporción considerable de agua
antes ser sometida a la hidrólisis. El contenido de hidrato
de hidrazina de las soluciones empleadas de azina y/o hidra-
5 zona de acetona se encuentra comprendido entre el 5 y el 15%
en peso, y la hidrólisis necesita la utilización de una can-
tidad de energía elevada, por lo menos equivalente a 10 T de
vapor por tonelada de hidrato de hidrazina utilizada. Por
otro lado, las soluciones dan como producto final soluciones
10 de hidrato de hidrazina relativamente poco concentradas cuya
concentración es por lo general inferior al 15% en peso.

La Firma solicitante ha descubierto un procedimiento
que permite superar estos inconvenientes.

15 El nuevo procedimiento, objeto de la invención, per-
mite, de modo inesperado, realizar un porcentaje de hidróli-
sis prácticamente cuantitativo, no obstante de utilizar una
proporción de agua sensiblemente menor que se emplea de acuer-
do con el estado de la técnica y obtener una solución estable
de hidrato de hidrazina sensiblemente más concentrada que
20 con los métodos anteriores, directamente comercializable ,
con una concentración de por lo menos igual al 30% en peso y
que sobrepasa por lo general el 45% en peso, prácticamente
sin aparición de productos secundarios, con un rendimiento
de hidrazina sensiblemente cuantitativo y un consumo especí-
25 fico de energía particularmente pequeño.

El invento se refiere a un procedimiento continuo
para la preparación de soluciones acuosas concentradas de
hidrato de hidrazina a partir de soluciones acuosas concen-
tradas de acetonaazina por hidrólisis y destilación bajo
30 presión en una columna de destilación que permite el frac-

1 cionamiento con trasiego de acetona en cabeza e hidrazina en
la base, en el cual se alimenta la columna con una solución
acuosa de acetona azina cuya concentración corresponde a una
5 relación molar agua/azina comprendida entre 3 y 7, es decir
por lo menos igual a 3 y que no sobrepase 7.

De acuerdo con el invento, se mantiene en la base
una temperatura comprendida entre los 150°C y 200°C, y pre-
ferentemente entre 175 y 200°C. En la columna se mantiene la
presión correspondiente a la temperatura de ebullición defi-
10 nida anteriormente. Esta presión se encuentra generalmente
comprendida entre 2 y 20 barías y preferentemente entre 8 y
12 barías.

El nuevo procedimiento se puede realizar utilizando
una columna de fraccionamiento de tipo corriente, es decir
15 una columna de platos o de llenado de estructura sencilla, y
más particularmente que presente un diámetro constante y un
número de platos teóricos por unidad de altura de columna
sensiblemente uniforme en los distintos niveles de la colum-
na. Preferentemente, la columna se alimenta por su parte cen-
20 tral.

Se opera con un porcentaje de reflujo bajo general-
mente comprendido entre 0,25 y 5 y más particularmente entre
0,5 y 2. Este aspecto del invento, junto con las cantidades
mínimas de agua utilizadas, es evidentemente muy ventajoso
25 bajo el punto de vista energético.

En una forma de realización particularmente venta-
josa y económica, se alimenta en una columna de destilación
de platos o de llenado habitual una solución de azina de
acetona correspondiente a la mezcla azeotrópica (relación
30 molar H₂O/Azina próxima a 6), a una presión de 8 a 12 barías

1 manteniendo en la base de la columna una temperatura compren-
dida entre 180 y 200°C. En cabeza de la columna se destila
la acetona liberada, con un porcentaje de recuperación prác-
ticamente cuantitativo, mientras que en la base sale de for-
5 ma continua una solución acuosa cuya concentración en hidrato
de hidrazina es aproximada al 50%.

El ejemplo siguiente en el cual las partes y los
porcentajes se expresan en peso ilustra de forma no limita-
tiva el alcance de la presente invención.

10 EJEMPLO

En una columna de destilación de 1,8 m de altura y
con un diámetro de 20 mm, provista de anillos RASCHIG, se
alimenta de modo continuo 51,7 g/h con una solución acuosa
de acetona azina con una concentración del 21% de hidrato de
15 hidrazina y 48,7% de acetona.

La columna funciona a una presión de 8 barías y con
un porcentaje de reflujo de 1. Las temperaturas en cabeza y
base son respectivamente de 130° y 178-9°C.

20 En cabeza de columna se recogen 25 g/h de acetona y
en la base 22,1 g/h de solución acuosa de hidrato de hidra-
zina que contiene 10,5 g/h de hidrato de hidrazina y 11,5
g/h de agua, o sea una concentración de hidrato de hidrazina
del 47,7%.

25 En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento continuo para la preparación de
soluciones acuosas concentradas de hidrato de hidrazina a
partir de soluciones acuosas concentradas de acetona azina
por hidrólisis y destilación a presión en una columna de so-
30

1 luciones acuosas de acetona azina cuya concentración corres-
ponde a una relación molar agua/azina comprendida entre 3 y
7.

5 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque se mantiene en la base de la columna una
temperatura comprendida entre 150°C y 200°C y preferentemen-
te entre 175 y 200°C.

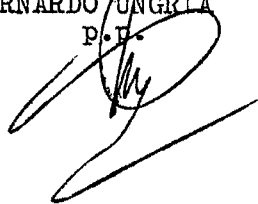
10 3. Procedimiento según una cualquiera de las reivin-
dicaciones 1 y 2, caracterizado porque se opera con un por-
centaje de reflujo pequeño por lo general comprendido entre
0,5 y 2.

15 4. Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita por:
PROCEDIMIENTO CONTINUO PARA LA PREPARACION DE SOLUCIONES
ACUOSAS CONCENTRADAS DE HIDRATO DE HIDRAZINA.

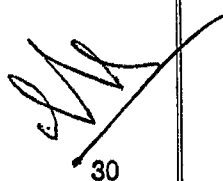
Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente Memoria descriptiva que consta de seis páginas me-
canografiadas.

20

Madrid, 10 Septiembre 1976
BERNARDO UNGRIA
P. U.



25



30