



14

C E R T I F I C A D O
D E
A D I C I O N

a la patente No. 143.453, por " MEJORAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL ", a favor de la razon social suiza SOCIEDAD PARA LA INDUSTRIA QUIMICA EN BASILEA, domiciliada en Basilea, Suiza.

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

El objeto de la patente No. 143.453 se refiere entre otros a un procedimiento para la obtención de melamina de dicianamida, respectivamente cianamida, transformando estos cuerpos por si solos o en mezcla
5 en presencia de amoniaco en vasija cerrada, a temperatura elevada, libres de agua o a lo sumo en presencia de cantidades reducidas de agua, y ventajosamente bajo el empleo simultáneo de un limitador de calor libre de agua o pobre en agua.

10 El perfeccionamiento sucesivo de este procedimiento ha demostrado que el contenido en melamina de los productos de reacción, especialmente cuando se trabaja en



ausencia de disolventes, depende en gran parte del grado de relleno de las vasijas de reacción. Este nuevo efecto también se manifiesta de una manera particularmente sorprendente, cuando se trabaja sólo con una adición escasa de amoniaco o también sin este último. En este último caso la transformación tiene lugar únicamente en presencia del amoniaco que se produce por reacción secundaria. La gran influencia del volumen de relleno, según este invento, se manifiesta con claridad especial bajo las condiciones últimamente mencionadas en el ejemplo 1.

La transformación puede tener lugar en vasijas de presión cualesquiera, siendo, no obstante, condición primordial que quede mantenida la presión del amoniaco durante la transformación.

Según la elección de la temperatura de reacción, también varía en mucho la duración de la reacción. Evidentemente esto tiene por consecuencia que, según las condiciones de transformación, entran en consideración las formas mecánicas de ejecución más diversas. Cuando se trata por ejemplo de tiempos de reacción cortos, en interés de un buen aprovechamiento de la instalación, el cierre de la presión de las vasijas de reacción en lugar de ser establecido por medio de tornillos lo puede ser con ayuda de presión hidráulica. Evidentemente también pueden entrar en consideración procedimientos continuos en los que por ejemplo la masa de reacción es prensada continuamente por medio de un tubo de reacción; para ello el cierre de presión puede estar constituido por ejemplo en forma de tapón por el propio material que ha de ser transportado, o bien, cuando se trata de mezclas de reacción líquidas, por ejemplo por el empleo de disolventes o de medios de dilución tales como alcoholes, amoniaco liquido, aminas, hidrocarburos líquidos,



45 respectivamente hidrocarburos que se vuelven líquidos a la temperatura de reacción, como bencina, aceite de parafina, antraceno, por medio de válvulas.

Ejemplo 1.

600 gr de diciandiamida son introducidos a presión en
50 una vasija de hojalata en forma de plato provista de tapa, de tal modo que el volumen del recipiente quede practicamente llenado con diciandiamida exclusivamente. Luego la referida vasija es llevada a una prensa calentada, cuyo molde de presión está adaptado a la vasija. A continuación la prensa es cerrada,
55 siendo obturado el contenido del recipiente hacia fuera de modo tal que el amoniaco producido en la transformación no pueda escaparse. Esta obturación puede tener lugar desde luego de diversos modos. Resulta conveniente por ejemplo un anillo de obturación de acero que introduce a presión los bordes
60 superpuestos y que se cubren mutuamente de la tapa y de la y de la parte inferior de la vasija en una ranura de obturación. De esta manera no sólo se consigue una obturación excelente, sino además queda garantizado un trabajo limpio, ya que de este modo la masa de reacción no entra en contacto con la prensa.
65 Las presiones que entran en consideración se hallan en el orden de magnitud de algunos centenares de atmósferas. Una vez terminada la reacción, se abre la prensa y se saca la vasija con las tortas de reacción.

En una serie de ensayos a una temperatura de la prensa de
70 240° y una duración de reacción de media hora, se obtienen los resultados siguientes, a grados de relleno de la vasija de reacción diferentes.

No. diciandiamida en gr.	grado de relleno	analisis de la masa de re- acción	
		insoluble %	melamina %

75



	1	600	100%	3,0	92
	2	400	67%	6,5	85,5
	3	200	33%	15,0	77
	4	100	17%	42,0	52
80	5	50	8%	46,0	44

Bajo "insoluble" se entenderá, en este y los ejemplos siguientes, el residuo que queda al disolverse 5 g. de materia prima en 200 ccm de agua hirviendo.

85 En la serie de ensayos antes indicada la altura de la vasija de reacción es de 25 mm. Cuando se trabaja con vasijas de alturas inferiores, la reacción habrá terminado en tiempo más corto. A una altura de la vasija de 10 mm. por ejemplo, y a un grado de relleno de 100%, se obtendrán ya al cabo de 5 minutos productos con más de 90% de melamina.

90 En lo que se refiere a la duración de la reacción, resulta además notable el hecho de que los productos con duración de reacción más corta, pueden contener bastante más insoluble. Cuando por ejemplo el ensayo No. 2 de la serie anterior es tratado en la prensa en lugar de 30 minutos tan sólo durante 95 15 minutos, la torta de reacción contendrá en lugar de 6,5% de insoluble y 85,5% de melamina 19,5% de insoluble y 71,5% de melamina, aunque el producto de partida es completamente soluble. Por tanto, se producen productos intermediariamente de difícil solubilidad, que en la reacción sucesiva son trans- 100 formados en melamina.

105 Cuando en lugar de dicianidamida se emplea una mezcla de partes iguales de dicianidamida y polvo de hierro, se producen ya a temperatura más baja, por ejemplo a 200°, rendimientos análogos en melamina. También se manifiesta de manera parecida la influencia del grado relleno.

En lugar de polvo de hierro pueden ser empleados limitadores de calor líquidos, como por ejemplo aceite de parafina, aceite de antraceno y similares.



Ejemplo 2.

110 Un tubo de reacción cerrado de 10 partes en volumen de
✓ contenido, que está cargado con 13 partes en peso de una mezcla
compuesta de 10,8 partes en peso de diciandiamida y 2,2 partes
en volumen de aceite de parafina, es tratado durante 10 minutos
en el baño de aceite de 265°, siendo después enfriado. Abriendo
luego, se escapa amoníaco. El producto así obtenido, una vez ex-
115 traído el aceite con éter de petróleo, consta de 4% de insoluble
y 90% de melamina.

También puede invertirse una mayor cantidad de aceite con
el fin de obtener una suspensión fluida. En estas circunstan-
cias también entra en consideración un procedimiento continuo
120 en el que la suspensión es pasada a presión a lo largo de
un tubo calentado a la temperatura de reacción, siendo
extraído el producto de reacción más allá de la zona de
calentamiento, por medio de una válvula.

Ejemplo 3.

125 En un tubo de reacción cerrado con un contenido de 10
partes en volumen, se tratan durante 10 minutos a 220° 7,5
partes en peso de diciandiamida y 0,75 partes en peso de amoníaco
líquido. El producto de reacción es prácticamente libre de inso-
luble y contiene 96% de melamina.

130 Ejemplo 4.

Un tubo de reacción cerrado es relleno a presión por
cada 1 parte en volumen con cada vez 1,35 partes en peso de
diciandiamida, tándolo durante 8 minutos en el baño de aceite
a 350-360°. El producto de reacción es completamente blanco y
se compone de 5% de insoluble y 88% de melamina.



Ejemplo 5.

135 Una vasija de reacción se llena con cianamida fundida,
se la cierra y trata durante 12 minutos en el baño de aceite
a 225°. El producto obtenido contiene 9% de insoluble y 74%
de melamina.

N O T A

140 Es objeto de este Certificado de Adición a la Patente
de Invención número 143.453, por: " PROCEDIMIENTO DE OBTENCION
DE 2.4.6-triamino-1.3.5.-triacina (melamina), unas mejoras en
el objeto de esta Patente, que se caracterizan y definen por
las siguientes reivindicaciones, que constituyen su novedad y
145 sobre las cuales ha de recaer la propiedad y explotación
exclusiva:

1. - Perfeccionamientos en el procedimiento para la
obtención de melamina según la patente de invención 143.453,
caracterizados en que la transformación de diciandiamida
150 respectivamente de cianamida es llevada a cabo en vasijas
de reacción cerradas con elevado grado de relleno.

2. - Procedimiento según la reivindicación 1ª. caracteri-
zado en que la transformación es llevada a cabo de un modo
continuo.

155 3. - Mejoras en el objeto de la patente principal.

La presente memoria consta de seis hojas foliadas y
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a 19 de Mayo de 1938.

JAIME ISERN

D. D.