

145675

145675

MEMORIA DESCRIPTIVA

para

solicitar una PATENTE de INVENCION por VEINTE años en  
ESPAÑA, por "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE 2.4.6 - TRIA-  
MINO + 1.3.5 - TRIAZINA (MELAMINA)", a favor de la razón  
social suiza Sociedad para la Industria Química en Basi-  
lea, domiciliada en Basilea (Suiza).

====oo00oo====

Sabido es que de la dicianidamida se puede obte-  
ner melamina en un rendimiento de 26 respectivamente 35 %



~~CLARKE, MOORE & CO.~~

145675

cuando se calienta la dicianamida en el autoclave a 160°  
respectivamente 120° con partes en peso aproximadamente  
5 iguales de amoníaco acuoso (véase J. Am. Chem. Soc. 43, 2233  
1921; Ber. 46, 2337 1913).

Ahora bien, se ha descubierto que los rendimientos  
en melamina pueden ser aumentados notablemente cuando se re-  
duce de un modo importante la cantidad de amoníaco acuoso  
10 empleado, respectivamente cuando en un principio se trabaja  
con amoníaco exento de agua. Así por ejemplo, al reducir la  
cantidad de agua respectivamente la cantidad del amoníaco  
acuoso a 10 % o menos de la dicianamida empleada se obtu-  
vo un aumento del rendimiento en melamina de aproximadamen-  
te el doble de lo obtenido como máximo hasta el presente.  
15

En virtud de la naturaleza muy exoterma de la reac-  
ción es ventajoso regular la temperatura empleando limita-  
dores de calor. Como tales pueden servir sustancias tanto  
sólidas como líquidas que sean libres de agua o pobres en  
20 agua, por ejemplo, polvo de hierro, bencina, alcohol metí-  
lico, alcohol etílico, nitrobenzol y similares. También  
entra en consideración amoníaco líquido cuyo empleo ha de-  
mostrado ser especialmente ventajoso. Se obtuvieron rendi-  
mientos de más de 90 % de la teoría.

25 Las temperaturas de reacción están situadas enci-  
ma de 100 y pueden subir hasta unos 250°. Las temperaturas  
más favorables se encuentran entre 120 y 200°.

La melamina puede ser conseguida en estado puro  
de las mezclas obtenidas por ejemplo de agua por cristali-  
30 zación o por sublimación.

De un modo análogo puede emplearse también la  
cianamida para la obtención de melamina.



CLARKE, MODET & Co.

También se presta para el mismo fin la cianamida técnica después de haber sido transformada en diciandiamida o cianamida respectivamente una mezcla de éstos dos compuestos.

Los rendimientos en melamina indicados en los ejemplos siguientes se refieren a melamina pura llevada directamente a la pesada, obtenida de las mezclas de reacción. La recristalización es llevada a cabo con agua hirviendo, a la cual se añade algo de sosa cáustica durante el enfriamiento con el fin de evitar el desprendimiento de melamina eventualmente presente.

E J E M P L O 1.

\*\*\*\*\*

Se mezclan 200 gr. de diciandiamida con 20 cc de amoníaco acuoso concentrado dejando reaccionar en una bomba durante 12 horas a 135°. El producto final contiene 60 % de melamina calculados sobre la diciandiamida empleada.

E J E M P L O 2.

\*\*\*\*\*

Se calientan durante 12 horas a 150° 7 kgs. de diciandiamida y 6 l de alcohol metílico en el autoclave-batidor después de haber introducido a presión 3 atm. de gas de amoníaco, aumentándose la temperatura a partir de 100° en 10° por hora. La presión llega a 30 atm. Terminada la reacción se separa la mezcla de reacción del alcohol por filtración, luego se lava el residuo primero con alcohol metílico fresco y después con un poco de agua, secando luego. El residuo contiene 83 % de melamina calculada sobre la diciandiamida.



CLARKE, MOBET Y CO

145675

60

Se obtiene rendimientos parecidos cuando en lugar de alcohol metílico se emplean cantidades correspondientes de bencina, nitrobenzol o alcohol etílico.

E J E M P L O 3.

\*\*\*\*\*

Se calientan en el autoclave durante seis horas a  
65 160° 300 gr. de diciandiamida con 300 gr. de amoníaco líquido, importando la presión máxima unas 200 atm. El residuo seco contiene 91 % de melamina calculada sobre la diciandiamina.

70 Cuando en lugar de diciandiamida técnica se emplea una diciandiamida muy seca y pura, se obtiene bajo las mismas condiciones de antes un producto de reacción que contiene unos 98 % de melamina pura calculado sobre la diciandiamida empleada.



CLARKE, MODET Y CO

75

E J E M P L O 4.

\*\*\*\*\*

Se mezclan íntimamente 100 gr. de diciandiamida  
secada con 150 gr. de polvo de hierro introduciendo todo  
en un autoclave-batidor. Después de la introducción a presión de gas de amoníaco hasta una presión de 5 atm. se calienta durante 1 hora a 200°. La presión sube a unas 23 atm.  
80 El producto de reacción contiene 77,5 % de melamina, calculada sobre la diciandiamida empleada.

85 Cuando el ensayo es llevado a cabo de modo análogo como en el ejemplo anterior pero sin introducir a presión amoníaco en el autoclave, la reacción se verifica solo en presencia del amoníaco producido por la descomposición de diciandiamida, siendo por ello algo menor el rendimiento (66 %).

Llevando a cabo la reacción de modo análogo como en el ejemplo antedicho, pero a la presión atmosférica, es decir en la vasija abierta, el rendimiento se reduce a unos 50 %.

Cuando, por otra parte, el ensayo tiene lugar sin limitador de calor así como sin presión, el rendimiento en melamina aún calentando con mucha precaución, quedará debajo del 20 %.

E J E M P L O 5.

\*\*\*\*\*

Se mezclan íntimamente 1 gr. de diciandiamida y 1 gr. de bronce de cobre, y se lleva la mezcla en la probeta en un baño de aceite de 185 - 190°. La reacción se produce en corto tiempo bajo cesión de un sublimado blanco. El producto de fusión se tritura, y una vez extraído con agua rinde un 50 % de melamina calculado sobre la diciandiamida.

Los metales parecen actuar no solo de limitador de calor sino al propio tiempo de catalizadores.

E J E M P L O 6.

\*\*\*\*\*

10 gr. de cianamida y 10 cc. de alcohol metílico que ha sido saturado a 0° con gas de amoníaco se dejan reposar en el tubo de cristal de la bombona durante 12 horas a una temperatura de 150°. El producto de reacción contiene 73 % de melamina calculada sobre la cianamida empleada.

E J E M P L O 7.

\*\*\*\*\*

Después de la molienda previa en el tubo de la bombona, 10 gr. de diciandiamida y 10 gr. de polvo de hierro se calientan durante una hora a 205 - 210°. El producto de reacción que sabe a  $NH_3$  es desmenuzado y tamizado.



105

110

115

prueba indica un 66 % de melamina calculada sobre la dician-  
diamida empleada.

E J E M P L O 8.



Se introducen en un autoclave 400 gr. de dician-  
120 mida juntamente con 350 cm<sup>3</sup> de alcohol metílico. Después se  
introduce de una bombona NH<sub>3</sub> hasta que el autoclave indique  
una presión de 3 atm. El autoclave es mantenido durante 44  
horas a 110° y luego refrigerado. Del contenido pueden sepa-  
rarse 264 gr. de melamina, o sea un 64 % de la diciandiamida  
empleada.

E J E M P L O 9.

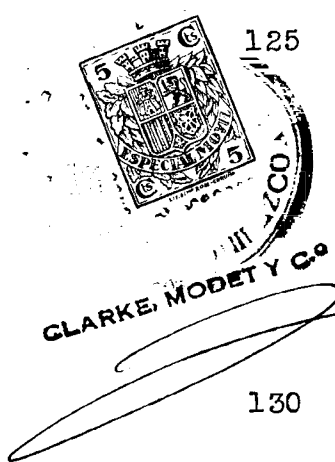


Se introduce en un autoclave 1,5 kg. de dician-  
130 mida y 1 l de alcohol. A continuación se introduce en el re-  
cipiente de reacción de una bombona 485 gr. de amoníaco lí-  
quido, después de lo cual se produce en el autoclave, a tem-  
peratura ordinaria, una presión de 4 atm. Después la mezcla  
se calienta durante 12 horas a 120°. A una presión máxima  
de 35 atm. se obtendrá de la diciandiamida un rendimiento  
en melamina de un 78 %.

R E I V I N D I C A C I O N E S



Es objeto de ésta patente de invención que se so-  
licita "Procedimiento de obtención de 2.4.6 - triamino -  
1.3.5 - triazina (melamina)", que se caracteriza y define  
por las reivindicaciones siguientes, que constituyen su no-  
140 vedad y sobre las cuales ha de recaer la propiedad y explo-  
tación exclusiva:



145 1).- Procedimiento de obtención de 2.4.6 - triamino - 1.3.5 - triacina (melamina) de dicianidamida respectivamente cianamida en presencia de amoníaco, caracterizado porque la reacción es realizada libre de agua o a lo sumo en presencia de escasas cantidades de agua a temperaturas encima de 100° y ventajosamente bajo empleo simultáneo de un limitador de calor exento de agua o pobre en agua.

150 2).- Procedimiento según reivindicación 1, en el que como limitador de calor se emplea una substancia sólida.

3).- Procedimiento según reivindicación 1, en el que como limitador de calor se emplea un medio de disolución exento de agua.

155 4).- Procedimiento según reivindicación 1, en el que como limitador de calor se emplea amoníaco líquido en forma pura o disuelto en medios de disolución orgánicos.

5).- Procedimiento según reivindicación 1, en el que la reacción es realizada en la escala de temperatura de 120-200°.

160 6).- Procedimiento de obtención de 2.4.6 - triamino - 1.3.5 - triazina (melamina), con arreglo a la presente memoria descriptiva y a las reivindicaciones anteriores.



25 Mayo 1988  
MARKER MO...  
-----oo00oo-----