

P - 9.154.

Nº. 59.431 *0915-1*
Case 12.576.



198933
198933 Spain

24 JUL 1951

American Cyanamid Co.
Case 12576

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

e n

E S P A Ñ A

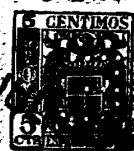
por VEINTE años

a nombre de AMERICAN CYANAMID COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 30 Rockefeller Plaza, Nueva York, N.Y. Estados Unidos de América, por

"UN METODO DE PREPARAR UN PRODUCTO QUE CONTIENE UNA CIANAMIDA ACIDA DE METAL ALCALINO".

La presente invención se refiere a la preparación de un producto conteniendo una cianamida ácida de metal alcali, el cual está especialmente adaptado para su uso como un defoliante.

5 En regiones áridas, en las cuales comparativamente no existe el rocío, los defoliantes de cianamida ácida de metal álcali han sido encontrados como siendo considerablemente superiores a la cianamida de calcio. Sin embargo, hasta ahora no ha existido ningún medio conocido para prepararlos
.10 comercialmente en una escala de precio comparable al de la cianamida de calcio. Un objetivo de la presente invención es el proveer un procedimiento económico para la prepara-

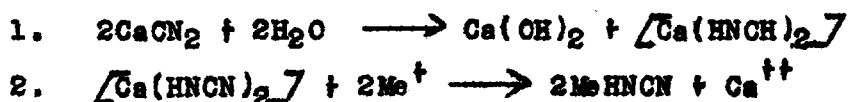


243
198933

ción de estos defoliantes.

De conformidad con la invención se provee un método para preparar un producto conteniendo una cianamida ácida de metal álcali, el cual comprende el calentar una mezcla de reacción de cianamida de calcio, agua y un hidróxido de metal álcali a una temperatura de 90-110° C. durante por lo menos una hora, la proporción de mol de agua con respecto a la cianamida de calcio siendo aproximadamente de alrededor de 1-2:1 y la proporción de mol de hidróxido de metal álcali con respecto a cianamida de calcio siendo de por lo menos 1:1.

El mecanismo probable de reacción al convertir cianamida de calcio a una cianamida ácida de metal álcali por el procedimiento de la invención puede ser expresado en forma bastante sencilla:



en donde Me es un metal álcali.

La facilidad con la cual esta reacción puede ser efectuada es, sin embargo, más aparente que real. En realidad, es muy difícil obtener buenas producciones de cianamida ácida de metal álcali por la reacción anterior. La dificultad principal es la descomposición resultante de la evaporación del medio acuoso. En estas reacciones laterales, el nitrógeno de cianamida tiende a convertirse en urea,



198933

amoníaco y similares. En realidad, al investigar las condiciones necesarias para proveer una producción máxima de cianamida ácida de metal álcali reduciendo simultáneamente la descomposición de nitrógeno de cianamida a un mínimo, se encontró que varios factores eran de una importancia precisa, a saber, las proporciones moleculares de los reactivos, la temperatura de la reacción, el compuesto de metal álcali seleccionado y el tiempo de reacción.

El siguiente ejemplo ilustra un procedimiento para la puesta en práctica de la invención.

Dentro de la alimentación de una amasadora de una capacidad de 34.0194 kilogramos por hora se carga continuamente a la velocidad de 22.6796 kilogramos por hora una mezcla consistiendo en 4.0823 kilogramos de nitrógeno de cal, 0.9071 kilogramos de agua, 1.3607 de hidróxido de sodio y 0.1511 kilogramo de un agente para mojar del tipo descrito con mayor detalle después. El método de preparar y alimentar la carga no es de una importancia precisa. Pueden añadirse los sólidos al líquido, o viceversa. La amasadora es calentada por medio de una camisa de vapor o similar de modo que se mantiene una temperatura de 100° C. Usando la proporción anterior de alimentación con respecto a capacidad, el tiempo de permanencia de una hora y media es obtenido y el producto que sale de la amasadora resulta contener aproximadamente 25% de cianamida ácida de sodio y se encuentra



2
198933

en condición casi seca. El contenido de agua es de 1-1.5%. El producto así obtenido puede ser molido y aplicado como un defoliante sin ningún otro tratamiento adicional. Si se tiene pensado en un período prolongado de almacenamiento, sin embargo, es secado preferiblemente de manera adicional hasta un contenido de agua de 0.5-0.7% en un desecador auxiliar.

Aunque no es necesario usar un agente para mojar en el procedimiento, se ha encontrado que la adición de una pequeña cantidad - hasta tan baja como una parte en 500 partes de reactivos - reduce la consistencia de la masa de reacción en un grado notable y permite el uso de una cantidad mínima de agua y una cantidad mínima de consumo de energía para agitar la masa. El resultado es un período más corto de reacción con una ganancia total en el grado de cianamida ácida de sodio. De esta manera, el uso de un agente para mojar sirve dos fines no relacionados entre sí, a saber, mejora el grado del material produciendo simultáneamente al mismo tiempo un producto que puede ser usado como tal en áreas áridas. El agente para mojar usado deberá ser estable para los iones de calcio. Entre estos agentes para mojar están los varios agentes para mojar sulfonados tales como el aceite rojo de Turquía, el agente para mojar conocido como "nytron", hecho reaccionando olefinas de cadena larga con cloruro de nitrocicilo y preparando un aducto con



198933

sulfito de sodio. Otros agentes para mojar apropiados distintos son los sulfonatos de arilo alkilados, tales como "naccenol", "aerosol OS", y similares.

5 Naturalmente, los agentes de mojar escogidos tiene que ser estables dentro de la escala de temperatura de 90-110° C.

Es una característica notable de la invención el que por lo menos cuatro elementos de la reacción tienen una importancia precisa o exacta a saber:

- 10 1. El tiempo de reacción tiene que ser de por lo menos una hora.
2. La temperatura de la reacción tiene que estar comprendida entre 90-110° C.
3. El reactivo de metal álcali tiene que ser un hidróxido.
- 15 4. La cantidad de agua usada por mol de cianamida de calcio tiene que ser por lo menos un mol pero no más de dos moles. Para la operación mejor, se prefiere no más de 1.5 moles de agua por mol de cianamida de calcio. Igualmente la cantidad de hidróxido de metal álcali usada por mol de cianamida de calcio tiene que ser de alrededor de un mol.
- 20

El dibujo que se acompaña ilustra el efecto de varios tiempo y temperaturas de reacción sobre la producción de cianamida ácida de sodio de la reacción de cianamida de cal-

25



198933

cio e hidróxido de sodio.

Como podrá observarse del dibujo, la producción de cianamida ácida de sodio (usando la cantidad precisa de aguya y una temperatura comprendida dentro de la escala precisa) empieza a alcanzar la producción óptima solamente después de un período de reacción de alrededor de 1 a 1-1/4 hora y un máximo solamente después de 1-1/2 hora. Por consiguiente, se verá que el ritmo de alimentación dentro del aparato tiene que ser controlado para dar un tiempo de permanencia (o tiempo de reacción) de por lo menos 1 hora a 1-1/2 hora.

Del dibujo se verá también que temperaturas de reacción de 60-120° C., respectivamente, no proveen el grado deseado de cianamida ácida de sodio. La escala de temperatura de 90-110° C. es de importancia precisa y desviaciones de la mismo darán como resultado un grado no comercial de defoliante.

Se ha encontrado que solamente los hidróxidos de metal alcali pueden ser usados en este procedimiento. El hidróxido de potasio da un producto ligeramente mejor que el hidróxido de sodio, pero debido al costo bajo de este último, se prefiere el hidróxido de sodio. Usando las mismas condiciones exactas, cuando el procedimiento es efectuado con un material no hidróxido, por ejemplo carbonato de sodio, la producción de cianamida ácida de sodio descendió a 1.12%.

Aunque es necesario usar una cantidad de agua suficien-



198933

te para asegurar una reacción de descomposición iónica do-
ble, es importante también el mantener el volumen de agua
en una cantidad baja con objeto de evitar un período largo
de evaporación el cual tiende a descomponer el ión de ciana-
5 mida. Se comprenderá fácilmente que la cantidad de agua
apropiada para la producción comercial de cianamida de so-
dio es de una importancia precisa y está comprendida dentro
de una escala angosta. Obviamente, por lo menos aproximada-
mente una cantidad estequiométrica de agua deberá estar
10 presente. Sin embargo, por encima de esta cantidad habrá
de reducirse en lo que sea posible la cantidad presente pa-
ra evitar tiempos demasiados excesivos de secar. Se ha en-
contrado que no más de 2 moles de agua por mol de cianamida
de calcio contenido pueden ser usados si ha de obtenerse un
15 grado comercial de defoliante y se prefiere con mucho usar
hasta una cantidad inferior, a saber, alrededor de 1.0-1.5
moles de agua.

Igualmente, por lo menos alrededor de una cantidad
estequiométrica de hidróxido de metal álcali es necesaria
20 con respecto a la cianamida de calcio para obtener una pro-
ducción satisfactoria. La proporción de moles preferida de
hidróxido de metal álcali con respecto a cianamida de cal-
cio es de alrededor de 1:1.

La cianamida de calcio no necesita ser pura y, en
25 realidad, la cianamida de calcio comercial bastante impura



198933

conocida como nitrógeno de cal es bastante satisfactoria para su uso en la práctica de esta invención. Al usar nitrógeno de cal la cantidad estequiométrica de cianamida de calcio deberá ser calculada sobre la base de la cantidad contenida en el nitrógeno de cal. Esta estará generalmente comprendida dentro de la escala de 56-69%. En interés de la economía la cantidad de hidróxido de metal álcali deberá ser aproximadamente la teórica, aunque un grado comercial de defoliante puede ser obtenido cuando la cantidad de hidróxido es de solamente 80% de la cantidad teórica.



198933

5 1.- Un método de preparar un producto conteniendo una
cianamida ácida de metal álcali, caracterizado por calentar
una mezcla de reacción de cianamida de calcio, agua y un hi-
dróxido de metal álcali, a una temperatura de 90-110° C. du-
rante por lo menos una hora, la proporción de mol de agua
10 con respecto a cianamida de calcio siendo de alrededor de
1-2:1 y la proporción de mol de hidróxido de metal álcali
con respecto a la cianamida de calcio siendo de por lo me-
nos aproximadamente 1:1.

15 2.- Un método de conformidad con la cláusula 1, ca-
racterizado por el hecho de que la cianamida de calcio se
encuentra presente como nitrógeno de cal.

20 3.- Un método de conformidad con la cláusula 1 ó 2,
caracterizado por el hecho de que un agente para mojar se
encuentra presente el cual es estable para los iones de cal-
cio y estable a la mencionada temperatura de 90-110° C.

25 4.- Un método de conformidad con cualquiera de las
cláusulas 1 a 3, caracterizado por el hecho de que la pro-
porción de moles de agua con respecto a cianamida de calcio
es de alrededor de 1-1.5:1.

5.- Un método de conformidad con cualquiera de las



198933

cláusulas 1 a 4, caracterizado por el hecho de que la proporción de moles de hidróxido de metal alcali con respecto a cianamida de calcio es de alrededor de 1:1.

5 6.- Un método de conformidad con cualquiera de las cláusulas 1 a 5, caracterizado por el hecho de que el tiempo de reacción es de 1 a 1-1/2 hora.

10 7.- Un método de conformidad con cualquiera de las cláusulas precedentes, caracterizado por formar la mencionada mezcla de reacción, haciendo avanzar la misma a través de una zona de reacción mantenida a la mencionada temperatura de 90-110° C. con agitación para expulsar el agua en exceso y recuperar un producto sustancialmente seco al final de la mencionada zona.

8.- Un método de preparar un producto que contiene una cianamida ácida de metal alcalino.

Madrid,

24 JUL. 1951

P. A.

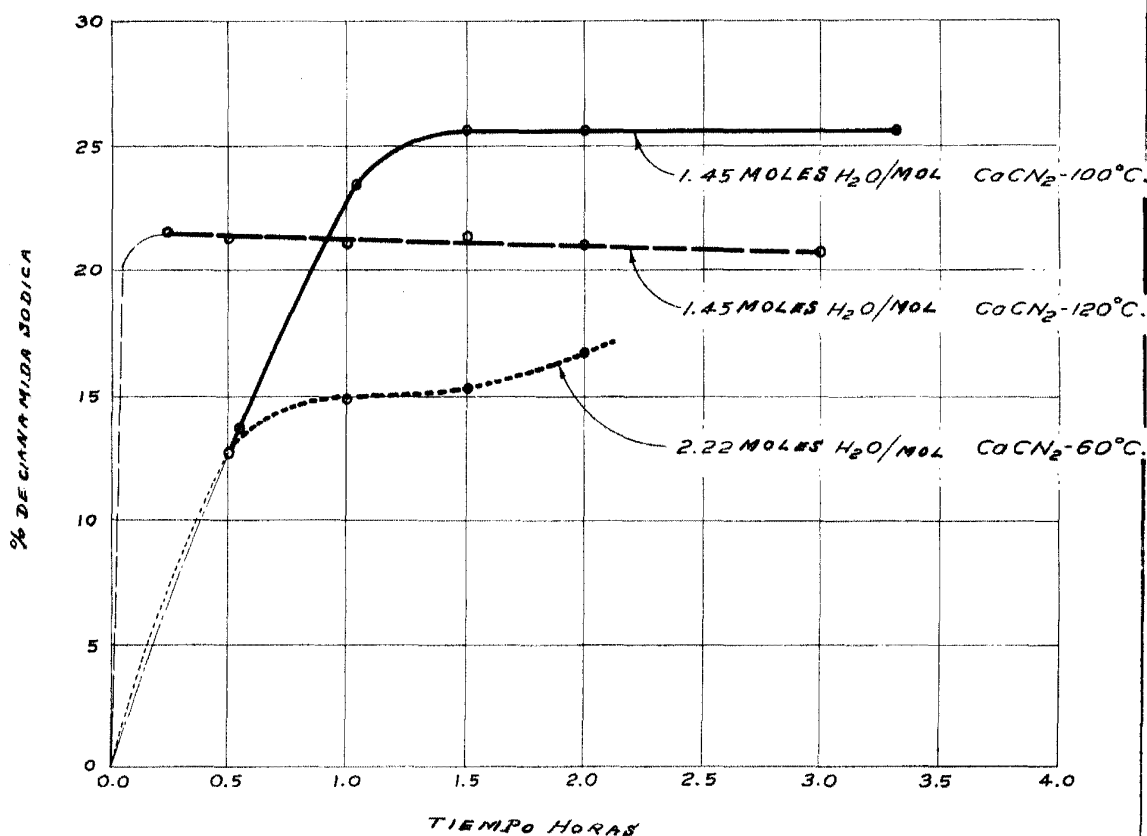
Alberto de Eizaburu
Por Poder

1/3-154

198933



2-10-1951



P. A.
Alberto de Elzebur
Por Poder
Alberto de Elzebur