

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

201134



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

201134

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MELAMINA", a fa
vor de la firma estadounidense, AMERICAN CYANAMID COMPANY,
establecida en New York (E^U.UU).

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar melamina y, más particularmente, a la preparación de melamina en un recipiente de reacción a alta temperatura.

5. Si bien el método a elevada temperatura de obtener melamina, resulta importante, no obstante, adolece de la desventaja que el material de formación de melamina, como dician diamida, urea, o similares, en general, pero no necesariamente, disuelta en amoníaco líquido, tiende a corroer el interior del recipiente reaccional a las altas temperaturas necesarias para formar melamina por este método, lo cual redundaría en una breve duración del recipiente de reacción y en impurezas en la melamina producida. En los procedimientos a temperatura elevada, resulta normal utilizar temperaturas dentro del orden de 275-600° C., y presiones de amoníaco desde 100
- 10.
- 15.

201134



psi hasta, o incluso más elevadas que 5000 libras por pulgada cuadrada. Bajo condiciones tan rigurosas es duro el ataque al interior de los tubos de reacción usualmente empleados. Por ejemplo, se ha encontrado que recipientes de reacción de

5. acero inoxidable, platino, o plata, resultan rápidamente corroídos por uno u otro de los materiales formando la melamina y que superficies no metálicas, como vidrio de borosilicato, forrados cerámicos y metales glaseados, pueden ser resistentes a la corrosión, pero fallan debido al choque térmico.

10. Constituye un objeto del presente invento, proveer un recipiente de reacción, para la producción de la melamina, más conveniente que los que se ha venido utilizando hasta el presente. Es otro objeto, proveer un recipiente o forrado de reacción más estable, relativamente exentos de corrosión y choque bajo las condiciones que prevalecen en procedimientos a elevada temperatura para la producción de la melamina. Otro objeto más, aún, es proveer un procedimiento rápido y continuo para preparar una melamina de pureza elevada.

15.

20. Se ha encontrado que un recipiente o forrado consistente en metal titanio, puede utilizarse para contener la reacción, y que el material, así usado, resulta en extremo resistente, tanto a la corrosión como al choque térmico. El recipiente de reacción entero puede ser formado de titanio, o en caso deseado, puede ser formado el autoclave, recipiente,

25. o tubo reaccionales a base de uno de los metales estructurales corrientes, tales como acero inoxidable, o similares, y equipado de un forrado de titanio. Un método de formar el forrado para un tubo reaccional es de correr un tubo de acero inoxidable (o de otro metal o aleación que resista elevada

30. temperatura, como bronce de aluminio) sobre un tubo de titanio

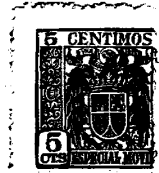
201134



Otro método todavía es, fabricar un tubo de titanio en una dimensión exterior predeterminada y de aplicar sobre el tubo de titanio, así fabricado, por estampado, un tubo de soporte en metal resistente a altas temperaturas.

5. Entre las ventajas que resultan del empleo de un recipiente o forrado reaccionales del titanio, resaltan las dos; o sea, duración mucho más larga entre puestas fuera de servicio para reparaciones, y la producción de melamina no contaminada con productos de corrosión secundarios.
10. Diciandiamida o urea constituyen las sustancias preferidas para la formación de melamina. No obstante pueden utilizarse otras sustancias formando melamina, incluyendo cianamida, guanilurea, cianurea, biureto, guanidina y sus sales, ácido diánico, y otras bien conocidas en el arte.
15. El largo y el diámetro de un tubo reaccional de titanio en un aparato reactor continuo, evidentemente varían conforme a la naturaleza de la sustancia formando melamina, y la requerida capacidad de la instalación. Cuando sean empleadas sustancias de formación de melamina que son convertidas casi instantáneamente en melamina a temperaturas elevadas, tales como diciandiamida, el tubo puede ser más bien corto, por ejemplo, pudiendo tener alrededor de treinta pulgadas de largo. Desde luego puede ser mucho más largo el tubo. Cuando se utilicen urea, melam, y otras sustancias que forman melamina más paulatinamente a las temperaturas más altas, el aparato reactor de titanio debería ser más largo que un tubo comparable, apropiado para diciandiamida, o la razón, a la cual los materiales anteriores son pasados a través del mismo habría de ser más paulatina.
- 20.
- 25.
30. Un aparato reactor de titanio resulta particularmente

201134



conveniente para la conversión continua de urea, dicianidamida, o similares, en melamina. Cualquier procedimiento de los convencionales, bien conocidos en el arte para la preparación continua de la melamina, puede ser utilizado con un recipiente de titanio.

5.

Igualmente puede ser usado cualquiera de los autoclaves corrientes, si está forrado con titanio, o el autoclave entero puede ser construido en titanio. La reacción es llevada a cabo por hornada, en cualesquiera de los modos bien conocidos en el arte.

10.

Carece de importancia, si se conduce la reacción de melamina o no en presencia de un exceso de amoníaco, ya que ni en uno ni en el otro caso es corroída la superficie de titanio.

15.

Los siguientes Ejemplos dilucidan la invención, sin limitarla.

EJEMPLO 1

60 g de urea son introducidos en un autoclave de 300 cm³ forrado de titanio, y calentados a 425° C. bajo la presión desarrollada autogéneamente durante 15 minutos. El autoclave, seguidamente, es enfriado, desventado, y la masa reaccional analizada para melamina. El rendimiento es, aproximadamente, 88 por ciento del teórico, y la melamina, formada de este modo, visiblemente libre de impurezas decolorantes.

20.

25.

El revestimiento del titanio, si nuevo, se transforma en un matiz azul de bronce de cañón, quedando, por lo demás, completamente inafectado.

EJEMPLO 2.

Una solución al 25 por ciento de dicianidamida en amoníaco anhidro es incorporada mediante bombeo en la extre

30.

201134



5. midad superior de un tubo reaccional de 1 pulgada por 7 pies vertical, forrado de titanio, a razón de 20 libras por hora. Las paredes exterior del tubo reaccional son mantenidas a, aproximadamente, 450°-500° C., siendo regulada la presión en el interior del sistema a 2000 psi por medio de una válvula de salida automática en el extremo de salida del tubo reaccional. Los productos son descargados en un recipiente enfriado mantenido a presión atmosférica.

10. Un producto es obtenido analizando un alrededor de 98 por ciento de melamina con un rendimiento de un 97 por ciento del teórico. El producto es extraordinariamente libre de productos contaminantes decolorantes y el revestimiento de titanio queda virtualmente inafectado por la reacción.

EJEMPLO 3.

15. Una solución al 34,6 por ciento de urea en amoniaco anhidro es incorporada por bombeo desde un depósito de alimentación con camisa de vapor a través de tuberías eléctricamente calentadas en el extremo superior de un tubo reaccional, forrado de titanio, vertical, de 1/2 pulgada por 30 pulgadas (dimensiones interiores), a razón de 800 cm³ por hora. Las paredes exteriores del tubo de reacción son mantenidas a aproximadamente 450° C. y la presión en el interior del sistema es regulada a 1400 psi por medio de una válvula de aguja accionada a mano, en el extremo de salida del tubo reaccional. Los productos son descargados en un recipiente con camisa de vapor, operando a presión atmosférica.

20. En el funcionamiento descrito por un periodo de cinco horas es obtenido un producto analizando un aproximadamente 95 por ciento de melamina con un rendimiento de un 73 por ciento del teórico. El producto está extraordinariamente exen

25.

30.



to de productos contaminantes decolorantes, y el forrado de titanio virtualmente inafectado por la reacción.

Si bien la invención ha sido descrita con referencia particular a ejecuciones específicas, ha de quedar entendido que la misma no queda limitada a ellas, sino que puede ser construída ampliamente y restringida únicamente por el alcance de las reivindicaciones siguientes.

5.

N O T A

Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que la presente solicitud se acoge a los derechos de prioridad de la patente EE.UU, serial nº 201.059, depositada el día 15 de diciembre de 1950, y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

10.

1ª.- Procedimiento para la preparación de melamina, que comprende el calentamiento de una substancia que forma melamina en un recipiente de reacción mantenido a una temperatura dentro del orden aproximado de 275°-600°C., y bajo una presión de, por lo menos, 100 psi, en cuya operación se forma melamina, caracterizado este procedimiento por comprender la conducción de dicha formación de melamina en un recipiente de reacción, cuya superficie interior es de titanio.

15.

20.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual la substancia formando melamina es diciandiamida.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual la substancia formando melamina es la urea.

25.

4ª.- Procedimiento para la preparación de melamina,



que comprende el hacer pasar continuamente una substancia que forma melamina a través de un tubo de reacción, mantenido a una temperatura dentro del orden aproximado de 350°-360°C., bajo una presión dentro del orden aproximado de 100-5000 li

5. bras por pulgada cuadrada, por lo cual es formada la melamina, caracterizado este procedimiento por comprender la pasada de dicha substancia formando melamina a través de un tubo, cuya superficie interior es titanio.

5ª.- Procedimiento para la preparación de melamina, que comprende la pasada continua de urea a través de una zona reaccional en un tubo mantenido a una temperatura del orden aproximado de 350°-600°C., y bajo una presión dentro del aproximado alcance de 750-5000 libras por pulgada cuadrada, por lo cual es formada la melamina, caracterizado este procedimiento por comprender la pasada de dicha urea a través de un tubo, cuya superficie interior es titanio.

10.

15.

6ª.- Procedimiento para la preparación de melamina, que comprende la pasada continua de diciandiamida a través de una zona reaccional en un tubo mantenido a una temperatura dentro del aproximado orden de 350°-600°C., y bajo una presión dentro del aproximado alcance de 100-5000 libras por pulgada cuadrada, por lo cual se va formando la melamina, caracterizado este procedimiento por comprender el hacer pasar dicha diciandiamida a través de un tubo, cuya superficie interior es titanio.

20.

25.

7ª.- Procedimiento para la preparación de melamina.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de siete hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara, acompañadas de la documentación reglamentaria.

30.

Barcelona, pª Madrid, a 15 de diciembre de 1951.

p. a. JAIME SERNA
D. D.